



**HAL**  
open science

# Relation chaleur d'hydratation du ciment : montée en température et contraintes générées au jeune âge du béton

Agathe Bourchy

► **To cite this version:**

Agathe Bourchy. Relation chaleur d'hydratation du ciment : montée en température et contraintes générées au jeune âge du béton. Matériaux. Université Paris-Est, 2018. Français. NNT : 2018PESC1035 . tel-01972400v1

**HAL Id: tel-01972400**

**<https://theses.hal.science/tel-01972400v1>**

Submitted on 7 Jan 2019 (v1), last revised 7 Jan 2019 (v2)

**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.

Thèse présentée pour obtenir le grade de

**Docteur de l'Université Paris-Est**

Spécialité : Sciences des Matériaux

par

**Agathe Bourchy**

Ecole Doctorale : SCIENCES, INGENIERIE ET ENVIRONNEMENT

***Relation chaleur d'hydratation du ciment - montée en température et contraintes générées au jeune âge du béton***

Thèse soutenue le 19 mars 2018 devant le jury composé de :

Farid Benboudjema	<i>LMT, Ecole Nationale Supérieure de Cachan</i>	<i>Président du jury</i>
Ahmed Loukili	<i>GEM, Ecole Centrale de Nantes</i>	<i>Rapporteur</i>
Stéphanie Staquet	<i>BATir, Université Libre de Bruxelles, Belgique</i>	<i>Rapporteur</i>
Laury Barnes-Davin	<i>Vicat</i>	<i>Examineur</i>
Laetitia Bessette	<i>Vicat</i>	<i>Examineur</i>
Laurie Lacarrière	<i>Université Toulouse 3</i>	<i>Examineur</i>
Jean-Michel Torrenti	<i>IFSTTAR, Université Paris-Est</i>	<i>Directeur de thèse</i>



”Never give in!  
Never, never, never, never, never - in nothing great and small, large and petty.  
Never give in - except to convictions of honor and good sense”  
Winston Churchill

”La connaissance s’acquiert par l’expérience, tout le reste n’est que de l’information”  
Albert Einstein



# REMERCIEMENTS

Après trois années de recherche, il semble que le moment des remerciements soit venu. Pour m’être permis de réaliser « une thèse en trois », je tiens à remercier ici toutes les personnes qui y ont participé de près ou de loin. Il serait probablement plus facile d’en rester là, mais comme cette thèse qui s’est déroulée en deux temps – chez Vicat sur le site du Centre Technique Louis Vicat à l’Isle d’Abeau (38) et à l’IFSTTAR, dans le laboratoire EMMS sur le site de Marne-la-Vallée (77) – ces remerciements seront divisés en deux parties.

Avant tout, je tiens à remercier M. Farid Benboudjema pour m’être fait l’honneur de présider mon jury de thèse et Mme Laurie Lacarrière pour avoir examiné mes travaux. Merci à Mme Stéphanie Staquet et M. Ahmed Loukili d’avoir accepté de rapporter mon travail avec soin et pertinence.

Merci à Mme Céline Cau dit Coumes qui, en plus de me mettre le pied à l’étrier pour cette thèse, m’a donné le goût de la recherche et des matériaux cimentaires durant ces mois de stage à ses côtés.

Cette thèse n’existerait pas sans Jean-Michel Torrenti, dont le rôle de directeur de thèse aurait pu se limiter comme souvent à un personnage lointain, visible une fois par an, mais cela n’a clairement pas été le cas avec toi. Grâce à ta disponibilité à toute épreuve malgré un emploi du temps plus que chargé, tu as su partager toute ton expérience et tes connaissances humaines et techniques, tout en me laissant libre de mes mouvements, tentatives et réflexions. Nos discussions, professionnelles aussi bien que personnelles, m’ont toujours permis d’avancer et de voir plus loin que ce que j’avais sous les yeux. Pour cela, et pour avoir donné de ta personne durant la campagne d’essais jeune âge, je te remercie grandement.

Merci également à Laetitia Bessette pour avoir toujours été là durant cette thèse, que ce soit pour des discussions techniques ou personnelles (sélection des clinkers, ciments, bétons, résultats parfois surprenants ou encore questionnements par rapport à la thèse). Je te remercie d’avoir pris le temps de me transmettre tes connaissances sur la chimie des matériaux cimentaires, de m’aiguiller vers des réflexions plus abouties – sans pour autant m’imposer quoi que ce soit, et de me permettre de prendre du recul sur le monde du travail.

Après cet avant-propos, la première partie des remerciements s’adresse à mon premier lieu d’accueil : Lyon et je tiens tout d’abord à remercier la société Vicat et ses dirigeants, MM. Jacques Merceron-Vicat, Guy Sidos et Didier Petetin de m’être permis de réaliser une bonne partie de mes essais à l’Isle d’Abeau et M. Eric Bourdon et Mme Laury Barnes-Davin de m’avoir acceptée dans l’équipe R&D.

Au cours de ces 18 premiers mois ont eu lieu deux grandes campagnes expérimentales. Durant la première campagne, plus de 30 tonnes de ciment ont été produites. Cela n’aurait jamais pu avoir lieu sans l’équipe technique de Chambéry : Jérémie Chevalier, Frédéric Gaudenzi, Yvan-Pierre Jacob, Arnaud Lopez, Vincent Pichat et Virginie Vial qui m’ont accueillie sur le site et aidée à fabriquer les ciments – sans grande marge de temps, ainsi que Romuald Kirstetter qui, en outre, a bien voulu faire la marmotte Milka avec mes éprouvettes.

Une fois ces ciments fabriqués, il a fallu les caractériser et cela serait mentir que dire que ce travail repose entièrement sur mes épaules. Je tiens donc ici à témoigner ma reconnaissance à M. François Hue et les équipes des services chimie, minéralogie et essais physiques du LMM : Julie Bertholat, Mylène Clavel, Mikaël Dufouil et Jérémy Gleizal pour m’avoir formée sur les analyses chimiques tout en me laissant vaquer à ma guise dans le laboratoire ; Jean-Philippe Clément, Marie-Laure Soleilhac et

Pascal Vercoestre pour m'avoir aidée à traiter les spectres DRX et faire face aux caprices de Paulette. Enfin, un grand merci à Claude Applagnat – ta rigueur te perdra, Romain Claperon – heureusement que le LIMS n'a aucun secret pour toi, Thomas Deronzier – nos discussions sur la faisabilité d'un essai resteront mémorables et Didier Giroud – pour avoir su gérer les innombrables éprouvettes à casser et mesurer.

Merci également à Laetitia Jourdan et Nathalie Zavarine pour leur aide administrative.

Je tiens aussi à remercier l'équipe du service qualité : Marie Fougerat, Jean-Philippe Gandy, Rudy Magué, Sandrine Mansoutre et Patrice Natin, avec qui il m'a été possible de mettre en comparaison mes réflexions de laboratoire et le retour de terrain sur l'exothermie et la fissuration des bétons. Merci Patrice pour m'avoir permis d'assister à des essais de fabrication de clinker, au-delà du mal de mer, j'ai pu mieux appréhender l'importance du cru et de la cuisson. Enfin, merci Margaux Larcher pour les résultats béton sur des cubes réellement conséquents. Il semble que ces recherches t'aient convaincue de t'orienter vers des structures portables bien plus minutieuses.

Enfin, comment passer à côté de l'équipe à laquelle j'ai été intégrée ? Laetitia Bessette, Eric Fournet, Olivier Martinage, Héloïse Reynaud et Emmanuel Schmitt, grâce à vous j'ai pu en apprendre plus sur les sulfoalumineux, les enduits de façade et les ciments avec additions tout en approfondissant mes connaissances sur des sujets aussi variés que les macarons, les enfants, les vaches, les tatouages « coucou petite perruche », les trajets en train jusqu'à L'Isle d'Abeau – parfois Vénissieux ou Bourgoin-Jallieu, la musique – merci d'avoir supporté mes égarements musicaux on ne peut plus fréquents et très rarement justes, et d'autres encore bien plus extravagants...

La deuxième campagne expérimentale, avec la formulation de plus d'une trentaine de bétons, s'est déroulée dans les laboratoires de Sigma Béton. Pour cela, je tiens à remercier M. Christian Clergue, puis M. Damien Rogat pour les discussions sur les facteurs influençant l'évolution de température dans les ouvrages.

Merci également à Benoit Montazeaud pour le montage du plan d'expériences et à Florian Chalencou pour l'aide sur l'interprétation des résultats béton et sur le développement de l'outil de formulation. Pour avoir accepté de suivre le projet en cours de route ainsi que pour les conseils prodigués pour la modélisation de BT-Ring, trouve ici mes remerciements, Eric Lefèbvre.

Cependant, même si un certain nombre de personnes a participé à l'élaboration et l'analyse de ces essais, ces bétons n'auraient probablement pas vu le jour, ou en tout cas pas dans d'aussi bonnes conditions sans ton aide, Aurélien Joron. Ce n'était pas gagné, et pourtant les délais et performances ont été tenus. « Personne n'est indispensable cependant il faut savoir l'être », n'est-ce pas ?

Enfin, merci à tous ceux qui ont donné la main pour les gâchées du mercredi matin – Jérôme Frecon, Martial Juery, Olivier, Guillaume Morel, Frédéric Bultel et Manu – ainsi que pour la caractérisation des granulats et bétons durcis.

A présent, je m'adresse aux personnes qui ont pu m'aider de près ou de loin durant mon séjour à l'IFSTTAR. Je souhaite remercier M. Pierre Marchand et M. Renaud-Pierre Martin pour l'accueil au sein du laboratoire EMMS et sur la passerelle.

Merci Marie-Joe Duboc, Valérie Fournier et Minh Orcési d'avoir toujours été disponible dès qu'un document devait être rempli, signé, ou simplement pour discuter.

Au cours de cette seconde partie de thèse a eu lieu la dernière campagne expérimentale, durant laquelle plus de 10 bétons ont été testés, caractérisés et évalués par rapport au risque de fissuration au jeune âge. Pour cela, je tiens à exprimer ici ma gratitude au laboratoire FM2D et en particulier à Jean-Daniel Simitambe, aux stagiaires, ainsi qu'à toute l'équipe technique EMMS – Lénaïc Baron, Joël Billo, Amandine Bonnet, Marc Estivin, Franck Guirado, Benjamin Muller, Jean-Claude Renaud et Damien Suray-Faure. Merci à Benjamin et Franck pour le soutien en bonbons, cacahuètes, barres

chocolatées et autres aliments caloriques mis à portée de main, Amandine et Lénaïc pour les caractérisations d'éprouvettes – même celles nées sous X. Vos commentaires, tacles et conseils, Damien et Joël, m'ont tenu éveillée et sans eux, ces derniers mois et particulièrement ceux de rédaction ne m'auraient pas semblés si facile à supporter. Comment ne pas te remercier Marc, pour avoir partagé ton expérience avec moi et m'avoir aidée à monter l'essai BT-Ring. Merci à Renaud-Pierre pour avoir quoi qu'il arrive – malgré mon sac de Mary Poppins – toujours réussi à caser mes essais dans le planning déjà chargé. Enfin, pour l'apprentissage en commun et sur le tas des essais jeune âge, ta rigueur, ton ingéniosité et surtout ta générosité Jean-Claude, je t'adresse ici mes plus sincères remerciements.

En plus de tous ces essais expérimentaux, l'essai BT-Ring a été modélisé et clairement, cela n'aurait pu être fait en aussi peu de temps et aussi proprement sans toi, Boumediene Nedjar.

L'équipe technique n'est cependant pas la seule à avoir participé et donc à devoir recevoir des louanges. Merci à Mirah Rakarabo et Zainab Ziani pour le silence dont vous n'avez pas fait preuve, cela m'a permis d'être efficace !

Ne l'oubliez pas, les meilleures heures de travail débutent à 18 h ! Merci et bon courage également aux futurs docteurs. Ismail Alj, tout le futur de la fibre optique et des matériaux composites repose sur toi... sans aucune pression bien sûr. Pour m'avoir supportée dans le bureau, ri à mes blagues et à tout le reste, je pense que tu es prêt Mohammad El-Hajj-Diab. Ne t'inquiète pas, fais preuve de créativité et tu vas y arriver, même si tu as choisi de faire une thèse numérique... Nissrine Boujia, en plus d'étoffer mes connaissances sur l'affouillement et la difficulté d'analyser des signaux, nos « pauses » ont été plus que bénéfiques au cours de ces derniers mois rédactionnels.

Merci également aux déjà docteurs, qui m'ont enseigné par leur exemple : Olfa Loukil et Yolaine Tissier, pour ces discussions - principalement sur des sujets étrangers à la thèse soyons honnêtes ; Farah Rifai, le temps passé en commun sur la passerelle fut court mais très enrichissant et le partage de tes connaissances sur le même domaine d'étude que le mien a été des plus fructueux ; Benjamin Terrade pour avoir fait le café du matin, débogué quelques problèmes informatiques, enrichi mes connaissances en mur de soutènement, m'avoir laissé jouer avec tes petites briques tout en écoutant mes questionnements sur le jeune âge et prodigué des conseils toujours précieux, surtout à quelques jours de la soutenance.

Merci également aux autres personnes de la passerelle : Lucas Adélaïde, Pierre Argoul, Moises Arroyo pour m'avoir fait rire, Véronique Bouteiller, Nina Coulaty-Chin pour ta gentillesse et ta naïveté, Cédric Desprez, André Orcési, Claude Rospars, Marc Quiertant et Franziska Schmidt.

Parce que ces trois années de thèse n'auraient pas été pareilles sans vous, il m'est impossible de passer à côté des amitiés tissées. Grâce à toi, Nathalie Ménard, j'ai pu découvrir de nouveaux restaurants, bars, pièces de théâtre et musées et tu m'as changé les idées avec le récit de tes péripéties toujours plus abracadabrantes les unes que les autres ! Je te remercie Françoise Chegut d'avoir vérifié mes fonctions vitales, veillé à me nourrir et m'hydrater de temps, et surtout de m'avoir permis de relâcher toute la pression contenue dans une « si petite personne ». Je ne compte plus le temps passé à discuter, à blaguer, en travaillant ou autour d'un café, en face ou à distance, avec vous Héloïse, Mylène, Mikaël, Manu et Olivier. Merci pour ces midis, ces dîners, ces soirées... et ces lendemains de soirée aussi, ces crémaillères, ces mariages, ces naissances, bref merci pour ces moments, qui je l'espère, ne sont qu'un début.

Pour les discussions littéraires, pauses café, bons mots et badinages et aussi conseils, bonnes adresses culinaires, challenges et soirées au cours desquelles j'ai pu admirer quelques pas de tango, goûter de mémorables brandades et tartes au citron ainsi que réapprendre l'imparfait du subjonctif, merci à Nissrine, Anne-Sophie Colas, Olfa, Minh, Jean-Claude, Jean-François Seignol et Benjamin. Je pense cependant que tu me portes la poisse avec le RER, Anne-Sophie, et avoue-le, le chat te manque ! Un

regret, c'est de ne pas vous avoir parlé plus tôt, Nissrine et Olfa ! Le changement a parfois/souvent du bon, merci Benjamin d'avoir été remarquable, su me détendre, trouvé les mots et de m'avoir permis de penser à autre chose lorsque mon talent me faisait défaut. Parfois, il n'est pas nécessaire d'en dire beaucoup pour en dire long. Sous tes airs d'ours, se cache une personne formidable que j'ai eu le plaisir de découvrir au cours de ces mois, Jean-Claude.

Après réflexion, il semble impensable de ne pas parler des personnes qui m'ont connu avant cette période complexe. Tout d'abord, je te remercie Marion, parce qu'entendre un accent sudiste me faisait du bien de temps en temps finalement.

À Thibaut, expatrié aux Etats-Unis mais toujours prêt à faire un skype à toute heure, merci pour les conseils, la motivation, le divertissement et les échanges passionnés sur la « vraie » chimie.

Avec toi Tea, j'ai pu partager les joies de la thèse, par skype ou en direct, le jour ou la nuit – selon ton lieu de co-tutelle. Je n'ai fait que suivre ton exemple finalement.

Avec Valérie et Joysey, tout a commencé il y 8 ans par une histoire de sable et de cailloux pour comprendre l'importance de la prépa, des amis et de la vie. On n'était peut-être pas les meilleures, mais qu'est-ce qu'on a bien ri et je pense que l'on a plutôt réussi, non ?

Enfin, à vous qui avez toujours été là : Abi, Quentin, Thibault et Julien, merci pour les sorties, les voyages, les vacances, les mariages et tout ce qu'il reste encore à écrire. Vous m'avez permis de vivre et survivre à ces 3 années, avec toute la joie et bonne humeur dont je fais preuve quand je suis stressée. Merci pour ces dernières 72 heures, c'était exactement ce qu'il fallait !

Je terminerai par ma famille, mon oncle, ma tante, ma mère, pour votre soutien indéfectible tout au long de ce travail. Merci Maman d'avoir accepté de m'entendre plus souvent parler de béton et de fissuration que du reste, d'avoir relu ces pages trop nombreuses avant d'assister à la soutenance. Merci d'avoir pris sur toi lorsque j'en étais incapable.

Un dernier mot... t'inquiète paupiette, je gère.

## RESUME

L'hydratation du ciment est une réaction exothermique. Ce phénomène est particulièrement surveillé lorsque des pièces massives sont construites étant donné l'élévation de la température, le développement de contraintes thermomécaniques et le risque de réaction sulfatique interne. Compte tenu de la grande variété des formules de béton, le choix d'un ciment ayant une basse chaleur d'hydratation à 41 h n'est plus exclusif. La chaleur totale dégagée dépend d'autres paramètres de formulation tels que le dosage en ciment et l'emploi d'addition. D'un point de vue mécanique, le risque de fissuration dépend aussi du développement des propriétés mécaniques. Dans le but de mieux connaître et contrôler ces risques, une étude de l'effet de la composition du ciment sur la cinétique d'hydratation et les propriétés du ciment, et notamment, sur le dégagement de chaleur est d'abord réalisée. A la suite de cela, la formulation du béton est étudiée afin de voir son effet sur les propriétés thermomécaniques de celui-ci. Enfin, un nouvel essai permettant d'évaluer le risque de fissuration du béton est développé.

Le premier chapitre présente donc tout d'abord un condensé des connaissances sur l'hydratation du ciment et de ses propriétés, suivi du type d'essais réalisés et les différents ciments fabriqués, et enfin l'analyse des résultats puis les ciments sélectionnés pour la poursuite de l'étude au niveau béton.

Dans le deuxième chapitre, après une étude bibliographique du béton, une trentaine de bétons sont formulés à partir des ciments précédemment sélectionnés et sont étudiés thermiquement par mesure de chaleur d'hydratation. Grâce aux résultats obtenus, un outil de formulation permettant de prendre en compte un cahier des charges est développé.

Après sélection de 9 bétons – dont l'échauffement thermique et les résistances mécaniques varient, le troisième chapitre s'attache à les caractériser de manière plus poussée au jeune âge, avec un suivi de l'évolution du module d'Young statique et dynamique, des déformations endogènes ainsi que du fluage. Un nouvel essai à l'anneau mettant en jeu l'échauffement thermique durant l'hydratation et les déformations endogènes gênées du béton est développé. L'imposition de l'échauffement thermique mesuré d'une pièce massive dans l'anneau permet de tester le béton comme s'il était utilisé dans une structure. L'utilisation d'anneau en invar ayant un coefficient de dilatation thermique inférieur à celui du béton induit, lors de l'échauffement, des contraintes en compression dans le béton, et lors du refroidissement, des contraintes en traction. Lorsque les contraintes en traction générées sont supérieures à la résistance en traction du béton, il y a fissuration.

Enfin, le dernier chapitre consiste à modéliser l'essai à l'anneau avec le logiciel de calcul CESAR en prenant en compte l'évolution de l'échauffement thermique, du module d'Young, des déformations endogènes et du fluage du béton et de confronter les résultats obtenus avec les essais expérimentaux.

Mots clé : béton, jeune âge, fissuration, hydratation, chaleur.



# ABSTRACT

Hydration reactions of cement are exothermic. This phenomenon is especially tracked in large concrete structures because temperature gradients create mechanical stresses which can induce the development of cracks or of Delayed Ettringite Formation (DEF). Nowadays, because of the wide range of concrete formulations, low 41 h hydration heat cement need not to be used. Hydration heat depends on other formulation parameters such as quantity of cement and addition use. From a mechanical point of view, the risk of cracking also depends on the development of mechanical properties. In this study, screenings of constituents and characteristics of cement and concrete are performed to determine which ones have the most influence on the thermal activity and on the heat released in massive concrete structures. Then, the effect of concrete formulation on its thermo-mechanical properties is studied. Finally, a new experimental test is developed in order to evaluate the risk of cracking.

In the first chapter, a summary of knowledge on the cement hydration and its properties is presented. Experimental tests, fabrication of cement and results are then explained. Nine cements are selected for pursuing the study at the concrete level.

The second chapter presents state of the art on concrete and the results obtained for 30 formulated concretes. Hydration heat and compressive strengths are measured. A mix design tool is created according to the results in order to meet the required specifications.

In the third chapter, the risk of cracking at early age is assessed for nine different concretes, including concretes with a low heat of hydration. Characteristics of concrete at early age such as the evolution of the mechanical properties (dynamic and static Young's modulus, dynamic shear modulus and Poisson ratio) are measured dynamically, thanks to ultrasonic waves, and statically, by loading cycles. Autogenous shrinkage is evaluated since setting. Finally, the risk of cracking is monitored using dual concentric rings for evaluating stress development due to restrained volume change.

In the fourth chapter, BT-Ring test is modeled with CESAR - an IFSTTAR software – and compared to the experimental results.

Key words: concrete, early age, cracking, hydration, heat.



# TABLE DES MATIERES

Remerciements .....	5
Résumé .....	9
Abstract .....	11
Introduction générale.....	21
Contexte de la thèse.....	21
Objectifs de la thèse .....	22
Structure de la thèse .....	22
Chapitre I. Etude des paramètres les plus influents sur la cinétique d'hydratation et les propriétés du ciment .....	25
I.1. Le ciment : qu'est-ce que c'est ?.....	25
I.1.1. Fabrication d'un ciment.....	25
I.1.1.1. Ajouts possibles dans le ciment.....	26
I.1.2. Hydratation du ciment .....	26
I.1.2.1. Ciment Portland.....	26
I.1.2.2. Ciment pouzzolanique – laitier, cendres volantes et fumée de silice .....	36
I.1.2.3. Ciment contenant une charge peu ou pas réactive – filler calcaire.....	47
I.1.3. Evolution des propriétés thermomécaniques.....	48
I.1.3.1. Chaleur d'hydratation.....	49
I.1.3.2. Résistances mécaniques.....	49
I.1.3.3. Module d'Young .....	51
I.1.3.4. Variations dimensionnelles .....	54
I.1.4. Degré d'hydratation et paramètres influents .....	60
I.1.4.1. Evolution du degré d'hydratation.....	60
I.1.4.2. Paramètres influant sur la réactivité du ciment .....	61
I.1.5. Modélisation de l'hydratation.....	70
I.1.5.1. Modélisation isotherme de l'hydratation.....	70
I.1.5.2. Modélisation avec une température variable .....	70
I.1.6. Conclusion.....	72
I.2. Fabrication et caractérisation des ciments à l'étude .....	73
I.2.1. Méthode des plans d'expériences.....	73

I.2.1.1.	Introduction .....	73
I.2.1.2.	Construction d'une stratégie expérimentale .....	74
I.2.1.3.	Réalisation des expériences.....	77
I.2.1.4.	Calcul des coefficients du modèle et validation de ce dernier.....	77
I.2.1.5.	Interprétation des résultats.....	77
I.2.1.6.	Sélection des paramètres à l'étude .....	78
I.2.1.7.	Définition du plan d'expériences.....	80
I.2.1.8.	Nomenclature .....	80
I.2.1.9.	Compositions obtenues.....	80
I.2.2.	Fabrication des ciments .....	82
I.2.2.1.	Techniques de caractérisation sur poudre.....	82
I.2.2.2.	Matériaux utilisés .....	84
I.2.2.3.	Co-broyage .....	89
I.2.2.4.	Mélange.....	89
I.2.2.5.	Calcul des incertitudes dues à la fabrication des ciments.....	90
I.2.2.6.	Techniques de caractérisation sur pâte et mortier .....	93
I.2.3.	Conclusion.....	99
I.3.	Résultats et analyse .....	99
I.3.1.	Analyse des paramètres les plus influents .....	99
I.3.1.1.	Influence des facteurs sur l'état frais.....	100
I.3.1.2.	Effet des facteurs sur l'évolution vers un état durci .....	104
I.3.1.3.	Conclusion.....	109
I.3.2.	Création de modèles analytiques .....	110
I.3.2.1.	Analyse avec les valeurs utilisées pour construire les plans d'expériences .....	110
I.3.2.2.	Analyse avec les valeurs expérimentales des facteurs sélectionnés .....	112
I.3.2.3.	Conclusion.....	114
I.3.3.	Conclusion.....	115
I.4.	Sélection des ciments .....	115
I.4.1.	Critères de sélection .....	116
I.4.2.	Ciments sélectionnés .....	116
I.4.2.1.	Ciments C3A-7_LL.....	116
I.4.2.2.	Ciments C3A-7_S.....	124
I.4.2.3.	Ciments C3A-0_S.....	132

I.4.2.4.	Suivi d'hydratation des ciments sélectionnés .....	139
I.4.2.5.	Energies d'activation des ciments .....	156
I.4.3.	Conclusion.....	158
I.5.	Conclusion.....	159
Chapitre II. Caractérisation de la cinétique d'hydratation de bétons avec ajouts au jeune âge .....		161
II.1.	Formulation des bétons .....	161
II.1.1.	Principe.....	161
II.1.2.	Optimisation du squelette granulaire.....	161
II.1.3.	Qualité de la pâte.....	162
II.1.4.	Quantité de pâte.....	162
II.1.5.	Durabilité.....	162
II.1.5.1.	Classes d'exposition du béton .....	162
II.1.5.2.	Différents types d'attaques subies par un béton .....	163
II.1.6.	Propriétés des bétons et effet de la formulation .....	166
II.2.	Plan d'expérience béton .....	166
II.2.1.	Définition.....	167
II.2.2.	Sélection des facteurs et de leurs niveaux .....	167
II.2.3.	Nomenclature .....	168
II.2.4.	Formulations obtenues .....	169
II.2.5.	Matériaux utilisés .....	170
II.2.5.1.	Ciments.....	171
II.2.5.2.	Additions .....	171
II.2.5.3.	Adjuvant.....	172
II.2.5.4.	Granulats .....	172
II.3.	Fabrication et caractérisation du béton.....	173
II.3.1.	Processus de fabrication .....	174
II.3.2.	Techniques d'analyse .....	174
II.3.2.1.	Résistances en compression .....	174
II.3.2.2.	Résistances en traction .....	174
II.3.2.3.	Mesure d'échauffement thermique par QAB .....	174
II.4.	Analyse des résultats .....	177
II.4.1.	Récapitulatif des résultats.....	177
II.4.1.1.	Etat frais .....	179

II.4.1.2.	Résistances mécaniques.....	179
II.4.1.3.	Estimation de la température en pièce massive selon les recommandations RSI....	182
II.4.2.	Analyse des effets et interactions des facteurs .....	183
II.4.2.1.	Influence des facteurs sur l'état frais.....	183
II.4.2.2.	Influence des facteurs sur la chaleur dégagée .....	184
II.4.2.3.	Influence des facteurs sur les résistances mécaniques.....	186
II.4.2.4.	Conclusion.....	189
II.4.3.	Equations modèles et outil de formulation .....	189
II.4.3.1.	Equations modèles obtenues.....	189
II.4.3.2.	Validation des équations modèles .....	190
II.4.3.3.	Outils de formulation et réponse à un cahier des charges .....	193
II.4.4.	Conclusion.....	195
II.5.	Sélection des bétons .....	195
II.6.	Conclusion.....	197
Chapitre III.	Comportement mécanique de bétons avec ajouts au jeune âge – Etude expérimentale ....	199
III.1.	Etat de l'art sur les techniques d'analyse utilisées .....	199
III.1.1.	Evolution du module d'Young .....	199
III.1.1.1.	Module dynamique.....	199
III.1.1.2.	Module statique .....	205
III.1.1.3.	Comparaison du module statique et du module dynamique.....	210
III.1.1.4.	Effet des facteurs sur le module d'Young .....	210
III.1.2.	Mesure du fluage propre du matériau.....	211
III.1.2.1.	Définition du fluage propre .....	211
III.1.2.2.	Techniques expérimentales .....	211
III.1.2.3.	Influence des facteurs sur le fluage propre.....	212
III.1.3.	Mesure de retrait.....	215
III.1.3.1.	Retrait sur éprouvette .....	215
III.1.3.2.	Retrait endogène.....	215
III.1.3.3.	Fissuration du béton .....	220
III.1.4.	Essai à l'anneau – retrait thermique gêné – BT-Ring.....	220
III.1.4.1.	Etat de l'art .....	220
III.1.4.2.	Technique expérimentale.....	224

III.1.5.	Validation de la méthode d'analyse .....	226
III.1.5.1.	Formulation du béton .....	226
III.1.5.2.	Essai à vide .....	227
III.1.5.3.	Essai en conditions réelles.....	229
III.1.6.	Conclusion.....	234
III.2.	Evolution des propriétés élastiques .....	234
III.2.1.	Temps de prise.....	235
III.2.1.1.	Analyse sur un béton .....	235
III.2.1.2.	Effet de la formulation sur le comportement au jeune âge .....	236
III.2.2.	Module d'Young .....	237
III.2.2.1.	Mesure à échéances fixes sur éprouvettes 16*32 .....	237
III.2.2.2.	Analyse d'un béton en continu .....	238
III.2.2.3.	Comparaison des résultats obtenus pour les 9 bétons.....	239
III.2.3.	Déformation de fluage.....	244
III.2.3.1.	Analyse d'un béton.....	244
III.2.4.	Retraits.....	246
III.2.4.1.	Analyse d'un béton.....	246
III.2.4.2.	Effet de la formulation sur les déformations endogènes .....	247
III.2.4.3.	Coefficient de dilatation thermique .....	251
III.3.	Essais à l'anneau .....	251
III.3.1.	Essai à vide – exemple avec un béton .....	252
III.3.2.	Essai en conditions réelles.....	254
III.3.2.1.	Analyse d'un béton.....	254
III.3.3.	Comparaison des jauges acier et des jauges quartz .....	258
III.3.3.1.	Essai à vide.....	259
III.3.3.2.	Essai en conditions réelles.....	262
III.3.3.3.	Conclusion.....	265
III.3.3.4.	Conclusion.....	265
III.3.4.	Influence de la formulation sur les risques de fissuration .....	266
III.4.	Conclusion.....	266
Chapitre IV.	Simulation numérique de l'essai BT-Ring .....	269
IV.1.	Présentation du modèle utilisé.....	270
IV.1.1.	Modélisation du comportement thermo-chimique .....	270

IV.1.1.1.	La conductivité thermique $k$ .....	271
IV.1.1.2.	La capacité calorifique $C_{th}$ .....	271
IV.1.1.3.	La chaleur d'hydratation $Q$ et sa cinétique $Q$ .....	271
IV.1.2.	Modélisation du comportement mécanique au jeune âge.....	272
IV.2.	Application à la simulation de l'essai BT-Ring .....	275
IV.2.1.	Géométrie, maillage et conditions aux limites .....	275
IV.2.2.	Données utilisées dans le calcul .....	276
IV.2.3.	Essai du béton B3 .....	278
IV.2.4.	Essai du béton B1 .....	284
IV.2.5.	Essai du béton R1bis .....	290
IV.2.6.	Discussion .....	297
IV.2.6.1.	Modélisation.....	297
IV.2.6.2.	Représentativité de l'essai QAB.....	299
IV.3.	Conclusion.....	299
	Conclusion générale .....	301
	Perspectives.....	305
	Références .....	307
ANNEXE A.	Calcul des incertitudes sur la fabrication des ciments.....	321
ANNEXE B.	Création d'une base de données .....	323
ANNEXE C.	Analyse générale des ciments.....	349
ANNEXE D.	Equations modèles.....	351
ANNEXE E.	Suivi d'hydratation par mesures DRX .....	355
ANNEXE F.	Formulations des bétons .....	365
ANNEXE G.	Matériaux utilisés pour le plan d'expérience béton.....	367
ANNEXE H.	Effet et interaction .....	393
ANNEXE I.	Outils de formulation .....	395
ANNEXE J.	Caractéristiques de l'invar .....	397
ANNEXE K.	Plans de l'essai BT-Ring .....	399
ANNEXE L.	Fiche technique jauge acier .....	401
ANNEXE M.	Fiche technique jauge quartz .....	403
ANNEXE N.	Documentation du simulateur de jauge .....	405
ANNEXE O.	Essais jeune âge du béton R1bis.....	409
ANNEXE P.	Comportement au jeune âge .....	413

ANNEXE Q.	Evolution du module d'Young statique et dynamique .....	417
ANNEXE R.	Déformation de fluage.....	421
ANNEXE S.	Déformation endogène .....	425
ANNEXE T.	BT-Ring – Etude du risque de fissuration au jeune âge .....	429



# INTRODUCTION GENERALE

L'hydratation du ciment est une réaction exothermique. Ce phénomène est particulièrement surveillé lorsque des pièces massives de type ouvrage d'art sont construites étant donné que l'élévation de la température peut entraîner le développement de contraintes thermomécaniques et un risque de réaction sulfatique interne. Dans le but de mieux connaître et contrôler ces risques, une étude de l'effet de la composition du ciment sur la cinétique d'hydratation et les propriétés du ciment, et notamment, sur le dégagement de chaleur est réalisée.

## Contexte de la thèse

La durabilité des bâtiments et des ouvrages d'art en béton est une problématique majeure prise en compte maintenant dans la formulation des bétons et les règles de dimensionnement des structures. L'un des paramètres qui influe sur la durabilité des pièces confectionnées en béton est l'élévation de température au cœur de celles-ci, due à l'exothermie des phénomènes de formations des hydrates. Ce phénomène est notamment observé dans les pièces massives, c'est-à-dire les pièces de plus de 1 m<sup>3</sup>. De par l'augmentation de la température il se crée des contraintes thermiques et mécaniques qui, lors du refroidissement peuvent donner lieu à la formation de fissures favorisant ainsi la pénétration d'éléments agressifs venant de l'extérieur tels que les chlorures ou sulfates. Par ailleurs, ce phénomène peut également provoquer le développement de Réaction Sulfatique Interne (RSI). C'est pour prévenir ces pathologies, entre autre, qu'une nouvelle version de la norme ciment NF EN 197-1 a été mise en application en juillet 2013. Elle stipule une caractéristique dite « ciment LH » ou à faible chaleur d'hydratation [AFNOR, 2012]. Pour répondre à cette exigence, la chaleur d'hydratation des ciments ne doit pas dépasser la valeur de 270 J.g<sup>-1</sup>, déterminée par deux techniques donnant des résultats équivalents : par mesure de la chaleur dégagée au cours de l'hydratation dans un calorimètre de Langavant selon la norme NF EN 196-9 [AFNOR, 2010] après 41 heures ou par mesure de chaleur de dissolution selon la norme NF EN 196-8 [AFNOR, 2004] après 7 jours.

Par cette caractéristique 2 types de ciments sont mis en avant, les CEM III (Ciments de haut fourneau) et CEM V (Ciments composés), puisqu'à ce jour peu, de ciments type CEM I ou CEM II sont capables de répondre aux critères statistiques décrits dans la norme. Le Centre Technique Louis Vicat et son laboratoire Sigma Béton, ont pu mettre en évidence que la valeur caractéristique à 41 h suivant la méthode d'essai semi-adiabatique EN 196-9 [AFNOR, 2010], notée  $Q_{41}$  ne suffisait pas à décrire le comportement thermique du béton dans l'ouvrage réalisé avec ces ciments, mais que le profil complet jusqu'à 120 h, noté  $Q_{120}$  était nécessaire. Or les profils de dégagements de chaleur sont significativement différents en fonction des types d'ajouts dans le ciment et le béton et il a été clairement mis en évidence que les caractéristiques à 41 h ( $Q_{41}$ ) pouvaient ne pas être représentatives des caractéristiques à plus long terme ( $Q_{120}$ ).

## Objectifs de la thèse

Dans un premier temps, cette thèse a pour objectif d'étudier les paramètres les plus influents sur le dégagement de chaleur durant l'hydratation du ciment, avec par exemple la composition du clinker, la quantité de régulateur de prise, la finesse du ciment et la nature et la quantité d'ajout. Est-il possible de développer des ciments basse chaleur d'hydratation sans pour autant les substituer en grande quantité par des ajouts plus lents à réagir ?

A la suite de cela, et après une analyse permettant d'identifier les paramètres les plus influents sur l'hydratation du ciment, l'étude se fera au niveau du béton. Le questionnement se tournera vers l'effet de la formulation béton – nature et quantité de ciment, nature et quantité d'addition, optimisation du squelette granulaire, rapport E/L et quantité d'adjuvant – sur les propriétés de celui-ci et son risque de fissuration lors d'une utilisation en structure massive. Est-ce, comme il est actuellement reconnu, le ciment qui gouverne l'échauffement du béton ou au contraire est-ce la formulation béton ? Est-il possible, avec un seul essai, d'évaluer le risque de fissuration du béton induit par un effet thermique ?

## Structure de la thèse

Le premier chapitre présente tout d'abord un état de l'art des connaissances sur l'effet de composition cimentaire sur la cinétique d'hydratation et les propriétés du ciment, et notamment, sur le dégagement de chaleur. A la suite de l'étude bibliographique, un grand nombre de paramètres pouvant influencer les propriétés du ciment sont ressortis. Il a été décidé de se concentrer sur la composition du clinker, le type et la quantité d'ajout, la quantité de régulateur de prise et la finesse du ciment. Pour cela, 2 types de clinker sont sélectionnés selon la quantité de C3A – 0 ou 7 %, 2 types d'ajout – filler calcaire ou laitier – ajoutés en 3 pourcentages croissants - composition du ciment fabriqué variant d'un CEM I à un CEM II/B-LL pour le filler calcaire et d'un CEM I à un CEM III/B pour le laitier, 3 pourcentages de régulateur de prise – anhydrite, et 3 niveaux de finesse pris en compte par la variation du D50 du co-broyage clinker-anhydrite – 9 à 15  $\mu\text{m}$ . Pour des raisons de simplification, 3 plans d'expériences sont effectués pour chaque couple clinker-addition. A la suite de cela, l'analyse des résultats – générale ou statistique – est présentée. Enfin, 9 ciments sont sélectionnés et caractérisés plus en détails avec un suivi d'hydratation pour la poursuite de l'étude au niveau béton. Ceci permet de poursuivre l'analyse et la compréhension des phénomènes et l'influence de paramètres sur les chaleurs d'hydratation et les risques de fissuration.

Le deuxième chapitre se divise en 4 parties : une partie bibliographique sur la formulation béton, une partie sur les choix expérimentaux réalisés, une partie sur les techniques utilisées pour confectionner les bétons et enfin une partie sur l'analyse des résultats obtenus. Comme pour les ciments, il a été décidé de réaliser un plan d'expériences permettant l'étude des effets et interactions de 5 facteurs : le type de ciment – 3 parmi les 9 sélectionnés dans le premier chapitre, le type et la quantité d'addition – laitier, cendres volantes ou fumée de silice additionnés autour d'une valeur moyenne plus ou moins 50 %, le rapport E/L –  $0,4 \pm 0,025$ , et le pourcentage de superplastifiant – variation de plus ou moins 15 % de liant autour d'une valeur nominale. Dans un premier temps, les données sont analysées par

rapport aux effets et interactions entre chaque facteur, ce qui, dans un second temps, a permis la construction d'un outil de formulations des bétons permettant de répondre à un cahier des charges donné. A la suite de l'étude réalisée dans ce chapitre, 9 bétons ont été sélectionnés dans le but de poursuivre leur caractérisation au jeune âge.

L'étude au jeune âge consiste en un suivi de l'évolution du module d'Young statique et dynamique, du fluage sous chargement, des déformations endogènes, et le développement d'un nouvel essai à l'anneau BT-Ring afin d'évaluer le risque de fissuration au jeune âge du béton sont effectués. Le chapitre III est constitué dans un premier temps d'un état de l'art et d'une présentation des techniques d'analyse utilisées, puis de l'analyse des résultats. L'influence de la formulation du béton sur chaque propriété mécanique et l'intérêt de BT-Ring pour évaluer le risque de fissuration sont discutés.

Dans un dernier chapitre, l'essai BT-Ring est modélisé avec le logiciel de calculs CESAR développé par l'IFSTTAR. Deux modules sont utilisés afin de prendre en considération l'échauffement thermique du béton (TEXO) et l'évolution des caractéristiques mécaniques du matériau (MEXO). Le module TEXO permet de calculer le champ de température et le champ de degré d'hydratation, de manière à exprimer le durcissement du matériau. Les résultats sont ensuite utilisés dans le module MEXO afin de déterminer les champs de déplacement et de contraintes pour prédire les risques de fissuration au jeune âge [Ulm, 1996]. Trois bétons sont modélisés et comparés avec les résultats expérimentaux.



# CHAPITRE I. ETUDE DES PARAMETRES LES PLUS INFLUENTS SUR LA CINETIQUE D'HYDRATATION ET LES PROPRIETES DU CIMENT

L'hydratation du ciment est une réaction exothermique. Ce phénomène est particulièrement surveillé lorsque des pièces massives de type ouvrage d'art sont construites étant donné l'élévation de la température, le développement de contraintes thermomécaniques et le risque de réaction sulfatique interne. Dans le but de mieux connaître et contrôler ces risques, une étude de l'effet de la composition du ciment sur la cinétique d'hydratation et les propriétés du ciment, et notamment sur le dégagement de chaleur est réalisée. Ce chapitre présente donc tout d'abord un condensé des connaissances sur ce sujet, suivi du type d'essais réalisés et les différents ciments fabriqués, puis l'analyse des résultats et enfin les ciments sélectionnés pour la poursuite de l'étude au niveau béton.

## I.1. Le ciment : qu'est-ce que c'est ?

Développée par les Romains, l'utilisation de la chaux mélangée à des cendres volcaniques de Pouzzoles – la pouzzolane – et de l'eau a permis la création d'un mortier de construction qui durcit au cours du temps et sous l'eau : le ciment était né. Mais ce n'est qu'en 1818 que Louis Vicat développe sa théorie sur l'hydraulicité du matériau et permet son développement industriel.

Même si le processus d'hydratation est davantage connu à l'heure actuelle, la définition du ciment a peu changé : le ciment est un liant hydraulique, inorganique et non métallique, constitué de poudres minérales finement broyées. Après mélange avec l'eau et suite à des réactions chimiques, il y a prise et durcissement de la pâte de ciment, lui conférant ainsi ses propriétés mécaniques. Le durcissement hydraulique du ciment, se déroulant sous air ou sous eau, est principalement dû à la formation de silicates de calcium hydratés [Hewlett, 1998, Locher, 2006].

### I.1.1. Fabrication d'un ciment

Actuellement, le principal ciment utilisé en industrie est de type Portland. Son principal composé est le clinker, matériau artificiel obtenu à partir d'un mélange de calcaire (80 %) et d'argile (20 %) chauffé jusqu'à 1450 °C dans un four rotatif. La cuisson permet aux éléments chimiques de s'associer pour former de nouveaux composés :

- silicate tricalcique ou alite ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  ou C3S) présent entre 50 et 70 %,
- silicate dicalcique ou bélite ( $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$  ou C2S) présent entre 5 et 25 %,
- aluminat tricalcique ( $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$  ou C3A) présent entre 0 et 12 %,
- alumino-ferrite tetracalcique ( $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{Fe}_2\text{O}_{10}$  ou C4AF) entre 0 et 15 %.

Le clinker subit ensuite une trempe afin de conserver la cristallisation des phases. En plus de ces composés, il est possible de détecter des alcalins apportés par l'argile, tels que sodium et potassium sous forme de sulfates alcalins.

Afin de réguler la prise du ciment, des sulfates de calcium ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ou  $\text{CaSO}_4$ ) sont ajoutés entre 3 et 5 % lors du broyage. Enfin, il est possible de remplacer une partie du clinker par des ajouts minéraux.

Il est à noter que la cuisson et la trempe sont très importantes pour l'hydraulité du ciment obtenu. En effet, la composition finale du ciment dépend de la cuisson des matières premières. L'influence de ces paramètres ne sera pas développée puisque dépassant le cadre de cette thèse.

### I.1.1.1. Ajouts possibles dans le ciment

Etant donné le souci croissant d'un développement durable et de gestion des ressources naturelles, un des leviers pour limiter l'émission de  $\text{CO}_2$  lors du processus de clinkerisation, est le remplacement d'une partie du clinker par des ajouts minéraux [Gartner, 2004] :

- des ajouts possédant des propriétés réactives tels que les pouzzolanes ou laitiers qui vont participer aux réactions d'hydratation,
- des ajouts inertes appelés fillers qui vont permettre d'augmenter la compacité du matériau en bouchant les interstices intergranulaires mais aussi permettre de diminuer l'impact du ciment par rapport aux émissions de  $\text{CO}_2$ .

La norme NF EN 197-1, établit une classification des différents types de ciments selon le type d'ajout introduit dont une partie est détaillée dans le Tableau I.1-1 [AFNOR, 2012].

Type de ciment	Clinker	Laitier de haut fourneau	Calcaire	Constituants secondaires
CEM I	95-100	-	-	0-5
CEM II/A-L ou LL	80-94	-	6-20	0-5
CEM II/B-L ou LL	65-76	-	21-35	0-5
CEM II/A-S	80-94	6-20	-	0-5
CEM II/B-S	65-79	21-35	-	0-5
CEM III/A	35-64	36-65	-	0-5
CEM III/B	20-34	66-80	-	0-5

Tableau I.1-1 : Composition des ciments en pourcentage massique [1].

## I.1.2. Hydratation du ciment

### I.1.2.1. Ciment Portland

Le processus d'hydratation englobe toutes les réactions chimiques ayant lieu dès la mise en contact du ciment avec l'eau. Dès le XIX<sup>e</sup> siècle, Le Chatelier a mis en évidence les différentes étapes du processus d'hydratation d'un ciment [Le Chatelier, 1904] :

- la dissolution des constituants,
- l'obtention d'une solution saturée par rapport aux différents hydrates,
- la précipitation et cristallisation des hydrates autour des grains anhydres.

Lors de l'hydratation du ciment, plusieurs espèces chimiques réagissent :

- les silicates de calcium,
- les aluminates de calcium.

L'hydratation de ces différentes espèces et les hydrates formés sont traités séparément dans les parties I.1.2.1.1 et I.1.2.1.2.

#### **I.1.2.1.1. Equations de réaction**

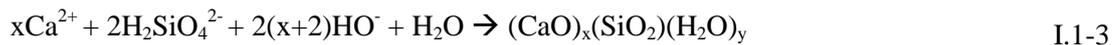
##### **I.1.2.1.1.1 Equations de réaction des silicates de calcium (C3S et C2S)**

Lors de l'hydratation des silicates di et tricalciques, plusieurs mécanismes se déroulent et deviennent très vite quasi simultanés [Costoya Fernandez, 2008, Garrault, et al., 2006, Joisel, Lafont, 2013] :

- Dissolution des C3S et C2S :



- Précipitation des silicates de calcium hydratés C-S-H :



Avec : x le rapport molaire calcium sur silice, généralement égal à 1,7,  
y le rapport molaire E/C.

- Précipitation de la Portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  :



D'après Waller, les calculs basés sur la formule de Powers et Brownyard permettant de calculer la quantité d'eau chimiquement liée en mole pour un gramme de ciment totalement hydraté, et les équations d'hydratation du ciment, la quantité d'eau fixée par les C-S-H est d'environ quatre moles pour l'hydratation d'une mole de C3S ou de C2S. La consommation d'eau est donc estimée à 0,42 g par gramme de C3S et 0,45 g par gramme de C2S. De plus, étant donné qu'il se forme 1,3 mole de Portlandite durant l'hydratation du C3S et 0,3 mole durant celle du C2S, la production de chaux quant à elle est respectivement de 0,42 g/g et 0,13 g/g [Powers and Brownyard, 1946-1947, Waller, 1999].

##### **I.1.2.1.1.2 Equations de réaction des aluminates de calcium (C3A et C4AF)**

Les aluminates de calcium sont des phases très réactives avec l'eau. Dès la mise en contact avec l'eau, l'aluminate tricalcique C3A se dissout, ce qui libère en solution des ions calcium et aluminium et entraîne ainsi la précipitation d'hydroaluminates de calcium C2AH8, C4AH13 et  $\text{Al}(\text{OH})_3$  sur la surface des anhydres formant ainsi une couche protectrice. Ces hydrates sont instables et évoluent thermodynamiquement vers l'hydrate cubique ou hydrogrenat C3AH6 plus stable. Cette précipitation provoque une prise rapide du ciment et donc une perte d'ouvrabilité (« fausse prise »).

De ce fait, pour réguler la prise, il faut ajouter du sulfate de calcium sous forme de gypse  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , hémihydrate  $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$  ou anhydrite  $\text{CaSO}_4$ . Il se forme ainsi de l'ettringite dite primaire (famille des AFt) puis du monosulfoaluminate (famille des AFm) selon les équations I.1-5 et I.1-6 :



L'aluminoferrite tetracalcique C4AF est en réalité une solution solide de formule  $\text{C}_2(\text{A}_x\text{F}_{1-x})$  avec  $x$  compris entre 0 et 0,7. Malgré une cinétique de réaction plus lente et dépendante du ratio Al/Fe (un fort taux de fer ralentit les réactions), les produits d'hydratation du C4AF sont similaires à ceux de C3A.

Waller et Powers et Brownyard indiquent que la consommation d'eau est de 0,667 g/g de C3A et 0,45 g/g de C4AF [Powers and Brownyard, 1946-1947, Waller, 1999]. De plus, étant donné la faible réactivité du C4AF, il aura plutôt tendance à former des hydrates sans sulfates, car ceux-ci sont déjà consommés [Waller, 1999].

#### I.1.2.1.1.3 Processus d'hydratation

##### I.1.2.1.1.3.1. Evolution chimique

Le processus d'hydratation a été mis en évidence par suivi de l'évolution du flux de chaleur par mesure microcalorimétrique. Sur la Figure I.1-1, il est possible de découper l'avancement de l'hydratation en quatre temps.

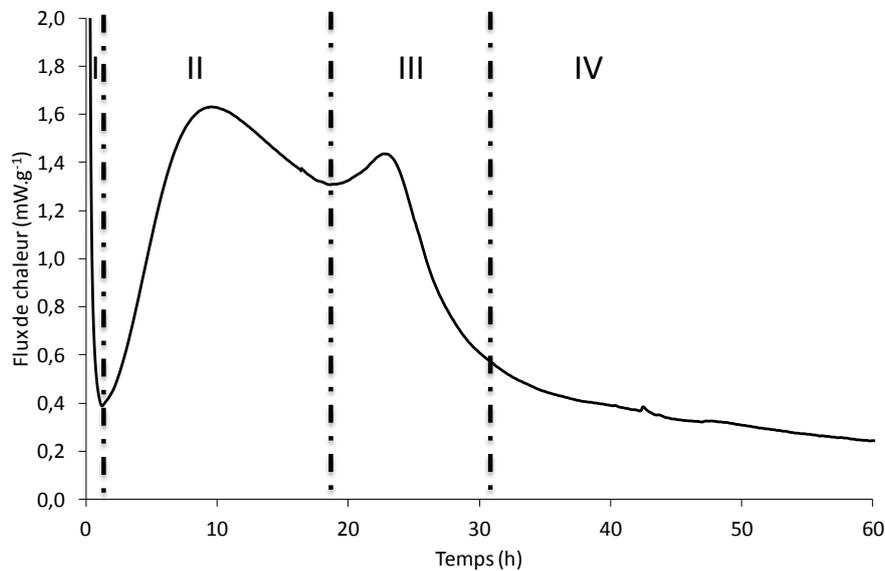


Figure I.1-1 : Evolution du flux de chaleur au cours du temps du ciment C3A-7\_35LL\_3,85A\_15 (I.2.1.8) avec E/C = 0,5.

**Etape I.** Lors de la mise en contact de l'eau et du ciment, un fort dégagement thermique est détecté, suivi d'une période d'induction durant laquelle le flux thermique reste faible. Le fort dégagement thermique correspond au mouillage des grains, à la dissolution complète des sulfates alcalins (bassanite  $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$  et arcanite  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ) ainsi qu'à la dissolution partielle de l'anhydrite et des silicates et aluminates de calcium selon les réactions I.1-1 et I.1-2 [Jansen, et al., 2011]. La dissolution des C3S et C3A est limitée étant donné l'adsorption de sulfates à leur surface. Malgré tout, la solution

interstitielle de la pâte de ciment se charge en ion calcium, aluminium, hydroxyde et silicate. De plus, étant donné que le pH de la solution interstitielle au très jeune âge ( $t < 2$  heures) est proche de la neutralité et évolue lentement vers les pH basiques, les ions aluminium libérés en solution précipitent sous forme de gibbsite  $\text{Al}(\text{OH})_3$  sur la surface des grains anhydres ralentissant ainsi un peu plus leur dissolution. Ce n'est que lorsque la sursaturation de la solution par rapport aux silicates de calcium hydratés est atteinte ( $[\text{CaO}] = 8 \text{ mmol.L}^{-1}$ ) [Nonat, 2008], que les germes de C-S-H commencent à se développer selon l'équation I.1-3. C'est l'atteinte de sursaturation de la solution (et non la formation d'une couche d'hydrates protecteurs sur les grains anhydres) qui correspond à la période dite dormante ou période d'induction [Fierens and Verhaegen, 1976]. D'après Fierens et Verhaegern, l'eau est chimisorbée sur les défauts présents sur la surface des grains anhydres. Ces endroits de chimisorption favorisent la dissolution des grains et la germination hétérogène des germes de C-S-H [García Calvo, et al., 2013, Garrault-Gauffinet and Nonat, 1999]. Plus la surface des grains anhydres sera chargée en défaut, plus la période dormante sera raccourcie [Fierens and Verhaegen, 1976, Fierens and Verhaegen, 1976]. La vitesse de germination est contrôlée par le degré de sursaturation de la solution par rapport au C-S-H.

Par ailleurs, en plus des premiers cristaux de C-S-H, des cristaux d'ettringite, d'AFm et de gypse précipitent également comme il est possible de le voir sur la photographie MEB de la Figure I.1-2 [Berodier, 2015].

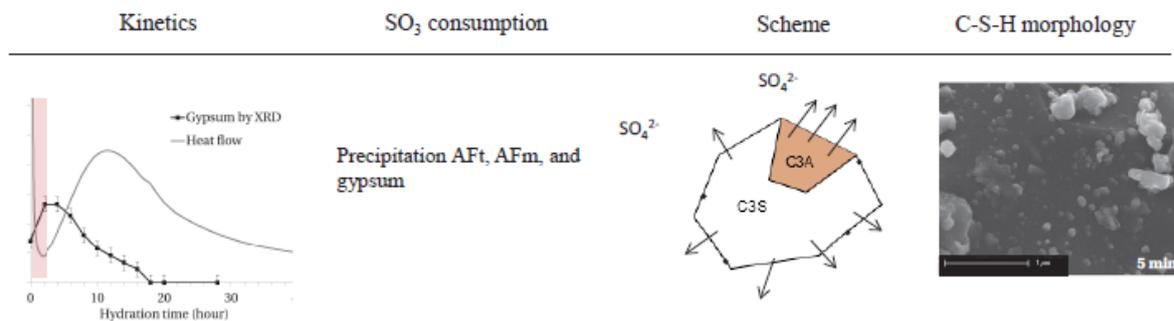


Figure I.1-2 : Mise en parallèle des résultats microcalorimétriques et minéralogiques par DRX et MEB pour les premières heures d'hydratation – pic de mouillage [Berodier, 2015].

**Etape II.** La germination des hydrates prend fin lorsque les germes atteignent la valeur du rayon critique nécessaire pour passer la barrière de potentiel, ce qui entraîne la croissance accélérée des C-S-H [Odler and Dörr, 1979]. Les germes situés sur les particules de silicates de calcium anhydres forment des agrégats, puis des îlots de croissance qui se développent parallèlement et perpendiculairement à la surface, jusqu'à recouvrement complet. La vitesse d'agglomération des germes est contrôlée par la concentration en chaux dans la solution. Si celle-ci est basse, alors le recouvrement des grains anhydres s'effectue plus vite car les hydrates se développent préférentiellement parallèlement à la surface du grain plutôt que perpendiculairement (épaisseur d'hydrates formée moins importante). Lors de la précipitation des C-S-H, tous les ions calcium et hydroxyde ne sont pas consommés ce qui entraîne une sursaturation par rapport à la Portlandite qui peut à son tour précipiter en plus grandes quantités (solubilité de  $22 \text{ mmol.L}^{-1}$  à  $25^\circ\text{C}$ ). En général, le début de prise Vicat (I.2.2.6.1) est situé dans la période accélérée de précipitation des hydrates [Hu, et al., 2014]. Durant cette croissance libre, ce sont les C-S-H externes, outer ou LD (Low Density) qui se

développent [Tennis and Jennings, 2000]. Ces C-S-H sont caractérisés par leur faible densité, à la différence des C-S-H formés ensuite, par consommation interne du grain anhydre, qui eux ont une densité plus élevée. Cette deuxième étape durant laquelle le flux thermique varie de nouveau correspond principalement à l'hydratation du C3S cf. Figure I.1-3. Sur la photographie MEB de la Figure I.1-3, il est possible de voir le développement des aiguilles d'ettringite et de quelques C-S-H.

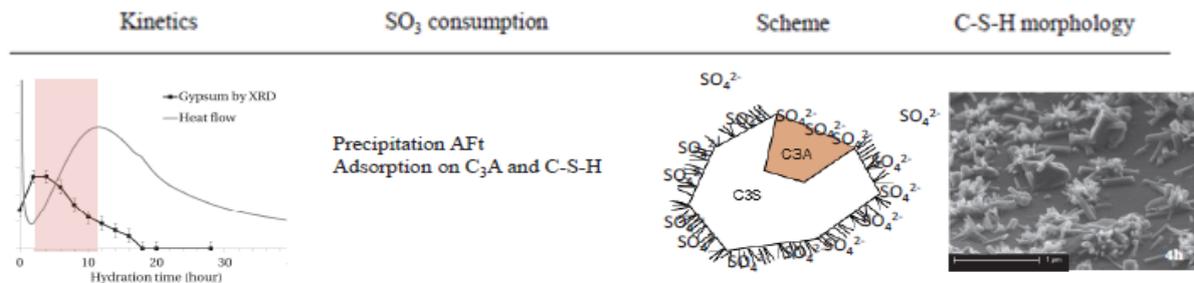


Figure I.1-3 : Mise en parallèle des résultats microcalorimétriques et minéralogiques par DRX et MEB pour les premières heures d'hydratation – période dormante et premier pic réactionnel [Berodier, 2015].

Etape III. Une fois la majorité des silicates de calcium consommés, il ne reste que peu de sulfates en solution. De ce fait, les sulfates adsorbés sur les anhydres sont désorbés et suite à l'augmentation du pH de la solution, la gibbsite  $\text{Al}(\text{OH})_3$  se dissout, ce qui permet ainsi l'hydratation des aluminates de calcium, entraînant majoritairement la formation d'ettringite, suivie de la précipitation du monosulfate de calcium par conversion de l'ettringite cf. Figure I.1-4. A noter que les étapes II et III peuvent se combiner [Jansen, et al., 2011]. Sur les photographies MEB de la Figure I.1-4, on remarque que plus le temps avance, plus la structure se densifie avec la précipitation d'ettringite et surtout de cristaux de C-S-H.

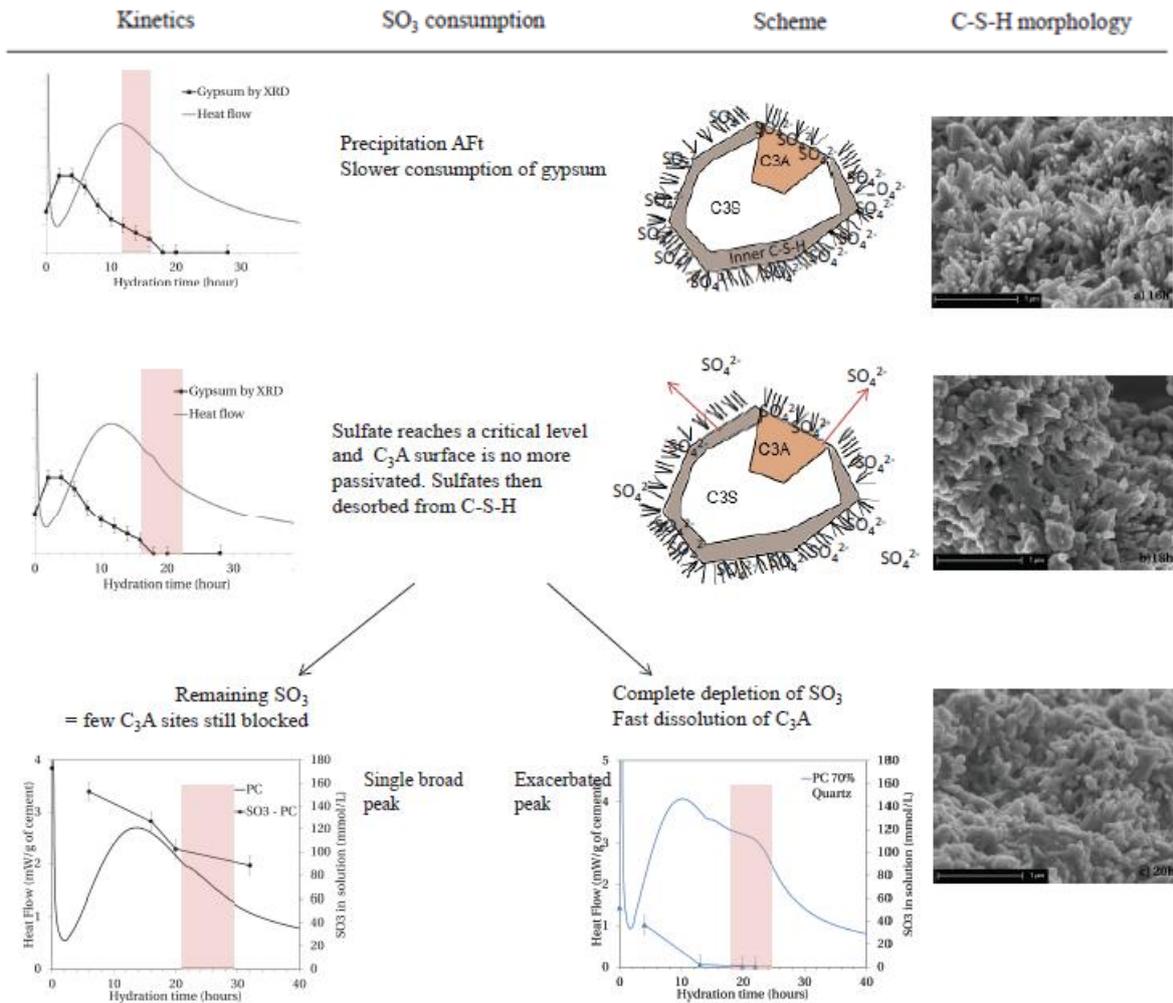


Figure I.1-4 : Mise en parallèle des résultats microcalorimétriques et minéralogiques par DRX et MEB – deuxième pic d’hydratation et désorption es sulfates [Berodier, 2015].

**Etape IV.** Une fois la surface des anhydres totalement recouverte par les C-S-H, les réactions d’hydratation deviennent contrôlées par la diffusion des réactifs à travers cette couche d’hydrates : c’est à ce moment-là que les C-S-H internes, inner ou HD (High Density) se développent [Tennis and Jennings, 2000]. Les réactions peuvent se poursuivre tant qu’il y a de l’eau utilisable pour l’hydratation. Généralement, à partir de ce moment-là, le dégagement de chaleur est difficilement mesurable par microcalorimétrie étant donné sa faible valeur. De plus, dès lors que l’hydratation des anhydres devient contrôlée par la diffusion de l’eau, comme il est possible de le voir sur la Figure I.1-5, la surface spécifique développée par le ciment stagne étant donné que les nouveaux hydrates qui se forment sont situés en dessous des premiers hydrates déjà formés [Thomas, et al., 1998].

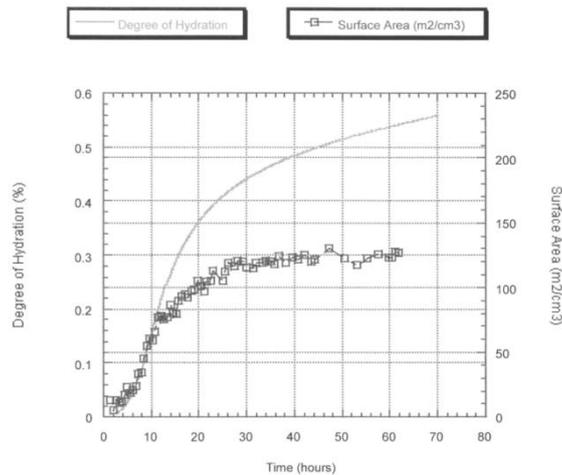


Figure I.1-5 : Evolution du degré d'hydratation et de la surface spécifique d'une pâte de ciment pour un rapport E/C de 0,4 en fonction du temps [Jennings, 2000].

#### I.1.2.1.1.3.2. Evolution mécanique

Lorsque 5 à 10 % des hydrates ont précipités, la percolation du système est assez avancée pour que la mesure du temps de prise à l'aiguille Vicat se termine. Le système commence à acquérir des résistances mécaniques. La percolation du réseau solide caractérise la transition entre l'état fluide du ciment durant lequel les particules solides sont en suspension (au début du malaxage) et l'état solide.

Du point de vue de l'hydratation, le seuil de percolation correspond au moment où un paramètre donné – ici la fraction volumique des hydrates - atteint une certaine valeur permettant à la structure d'acquérir une continuité dans un espace défini – l'obtention d'un squelette solide continu d'un bout à l'autre de la microstructure grâce au comblement de la porosité et à l'établissement des liaisons entre les grains anhydres par les hydrates [Garboczi, 1993]. Juste après le mélange, la pâte de ciment est à l'état visqueux. Les hydrates se développent ensuite de façon hétérogène dans la pâte, participant ainsi à la construction du réseau solide jusqu'à la continuité de celui-ci à travers le matériau.

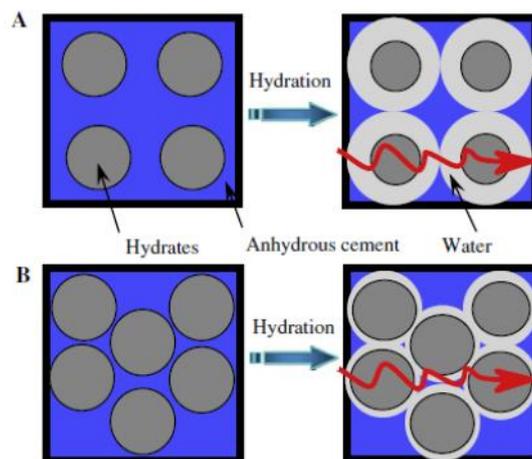


Figure I.1-6 : Schéma représentant la percolation du réseau solide pour deux rapports E/C avec A un rapport E/C élevé et B un rapport E/C faible [Stefan, et al., 2010].

Comme il est possible de le voir sur la Figure I.1-6, le seuil de percolation dépend du rapport E/C. En effet, lorsque le rapport E/C est faible, les grains anhydres en suspension sont proches les uns des autres (cas B sur la Figure I.1-6). Il faut donc une quantité moins importante d'hydrates formés pour établir des liaisons fortes entre les grains et ainsi le degré d'hydratation correspondant au seuil de percolation sera faible. Au contraire, si le rapport E/C est élevé, il faut former plus d'hydrates pour obtenir une cohésion du réseau avec des liaisons fortes entre les particules (cas A sur la Figure I.1-6). Le degré d'hydratation sera donc plus important. Dans le béton, la présence de granulats influe aussi sur le seuil de percolation : en comblant la porosité, les granulats favorisent la diminution du degré d'hydratation et donc le seuil de percolation [Stefan, 2009]. Il est possible de déterminer le seuil de percolation du réseau solide par mesures ultrasonores, et parfois bien avant la prise Vicat lorsque le rapport E/C est faible.

D'un point de vue mécanique, le seuil de percolation correspond au degré d'hydratation à partir duquel le matériau acquiert des propriétés mécaniques telles que la résistance en compression, la résistance en flexion, le module d'Young. Il est donc possible de déterminer ce seuil par mesure des propriétés mécaniques ou de prise Vicat. D'après Bernard et al., le seuil de percolation est défini lorsque le pourcentage de porosité initiale est inférieur à 50 % [Bernard, et al., 2003]. Mais pour Torrenti et Benboudjema, le seuil de percolation mécanique est différent du seuil de percolation du réseau solide car celui-ci fait intervenir la cohésion entre les phases solides présentes. En effet, pour obtenir des propriétés mécaniques en traction ou en cisaillement, il faut un minimum d'hydrates pour permettre la cohésion entre les grains. Suite à une étude numérique, Torrenti et Benboudjema ont montré que pour les pâtes de ciment, le seuil de percolation est influencé par le rapport E/C alors que pour les mortiers, cela semble moins être le cas malgré une variation du rapport E/L entre 0,4 et 0,8 cf. Figure I.1-7 [Torrenti and Benboudjema, 2005]. Ceci peut être expliqué par le rôle important des granulats.

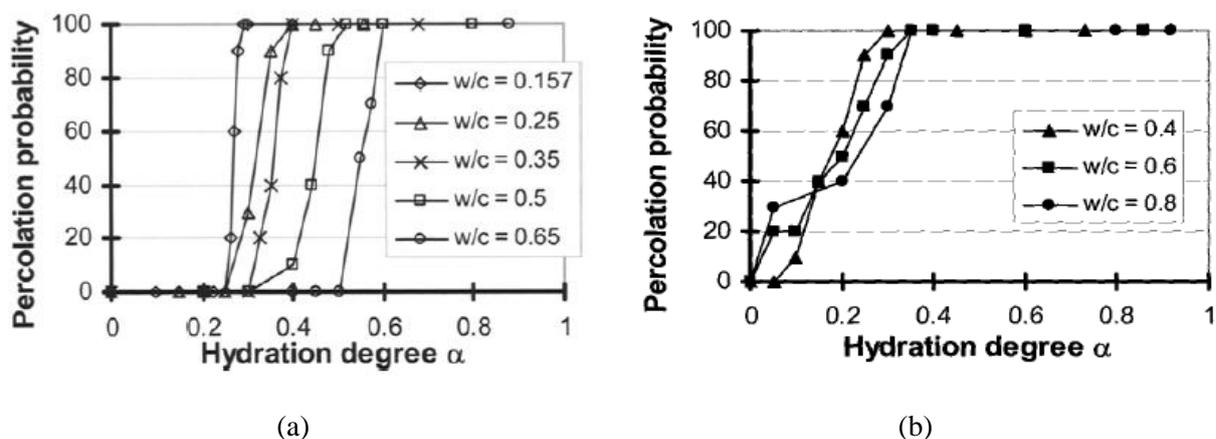


Figure I.1-7 : Probabilité de percolation en fonction du degré d'hydratation pour des pâtes (a) et des mortiers (b) de différents E/C [Torrenti and Benboudjema, 2005].

### I.1.2.1.2. Hydrates formés

#### I.1.2.1.2.1 C-S-H

La formation des C-S-H se fait selon l'équation I.1-3. Les C-S-H sont les hydrates principalement formés suite à l'hydratation du ciment. Ils ont une structure peu cristallisée et désordonnée avec des

ions calcium sur lesquels se fixent des ions silicates et hydroxyles. Souvent considérés comme un gel amorphe ayant une porosité capillaire de diamètre inférieur à 10 nm, les C-S-H ont une structure en feuillets, similaire à celles de la tobermorite (C<sub>5</sub>S<sub>6</sub>H<sub>9</sub>) et de la jennite (C<sub>9</sub>S<sub>6</sub>H<sub>11</sub>) [Taylor, 1997], et un comportement plus proche de celui d'une argile ou d'un matériau granulaire que de celui d'un matériau poreux, et ce malgré leur importante porosité. Ainsi, les particules de C-S-H peuvent adsorber de l'eau à la fois dans la porosité du matériau et dans l'espace situé entre les feuillets [Jennings, 2008].

#### I.1.2.1.2.2 Portlandite

La Portlandite se forme selon l'équation I.1-4.

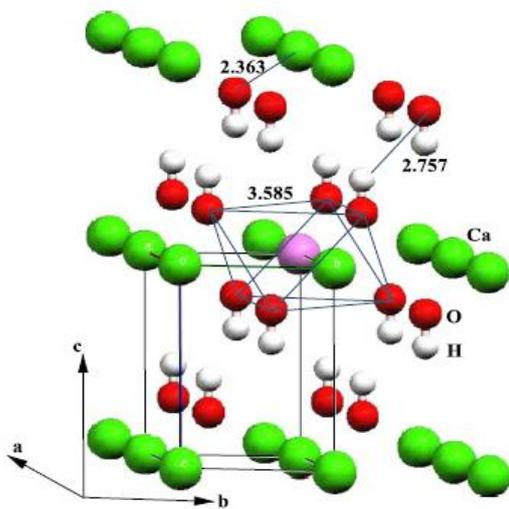


Figure I.1-8 : Structure de la Portlandite [Laugesen, 2005].

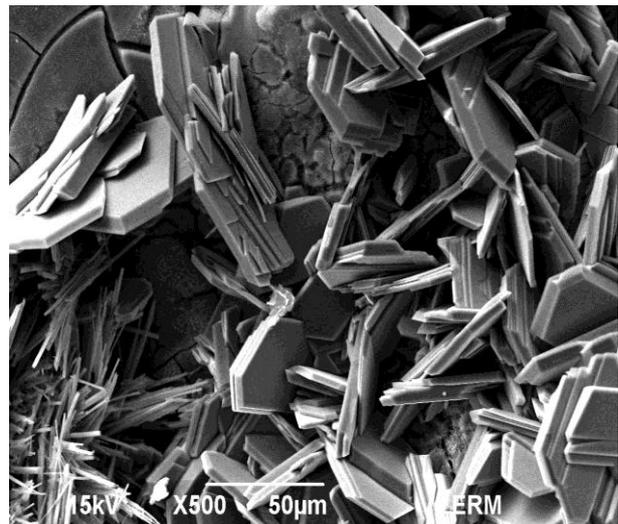


Figure I.1-9 : Image en microscopie électronique à balayage, au grossissement 500 de cristaux de Portlandite d'après les archives du LERM.

La Portlandite formée a une masse volumique de 2,24 g.cm<sup>-3</sup> et une masse molaire de 74 g.mol<sup>-1</sup>. Comme montré sur la Figure I.1-8, la Portlandite possède une structure triclinique et cristallise sous forme de cristaux hexagonaux (cf. Figure I.1-9). Elle se développe par agglomération des germes, formant ainsi des clusters répartis aléatoirement dans la matrice. Il semble que le gypse agisse comme nuclei pour la formation des clusters de Portlandite ou du moins favorise leur cristallisation [Costoya Fernandez, 2008].

Costoya a démontré que la précipitation de la Portlandite se déroule dès que la sursaturation du système est atteinte, c'est-à-dire après quelques minutes et non lorsque le degré d'hydratation atteint 7 % comme l'indique Mounanga [Costoya Fernandez, 2008, Mounanga, et al., 2004]. Il est à noter que plus les grains anhydres sont petits, plus la concentration de calcium en solution augmente vite. De ce fait, le nombre de germes de Portlandite formé est plus important, ce qui implique une diminution de la taille des clusters.

Etant donné la grande taille des cristaux de Portlandite, elle participe à l'augmentation des résistances mécaniques au jeune âge.

### I.1.2.1.2.3 Ettringite et famille des AFt

Les produits d'hydratation formés suite à l'hydratation des aluminates de calcium contribuent peu aux résistances mécaniques du ciment formé.

Le trisulfoaluminate ou ettringite appartient à la famille des AFt qui a pour formule générale  $[\text{Ca}_3(\text{Al,Fe})(\text{OH})_6 \cdot 12\text{H}_2\text{O}] \cdot \text{X}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  avec  $\text{X} = \text{HO}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  ou  $\text{CO}_3^{2-}$ . L'ettringite a pour formule  $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12} \cdot 26\text{H}_2\text{O}$ . Sa structure est composée de colonnes  $[\text{Ca}_6[\text{Al}(\text{OH})_6]_2 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]^{6+}$  et de canaux  $[(\text{SO}_4)_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]^{6+}$ . Les groupements dans lesquels sont situés l'aluminium ou le fer sont coordonnés par 6 groupements  $\text{OH}^-$ , qui sont eux-mêmes coordonnés à 6 atomes de calcium. Chaque atome de calcium, de degré de coordination 8, est également lié à 4 molécules d'eau. Sur la Figure I.1-10, les colonnes cationiques sont représentées en bleu, les groupements sulfates en jaune et les oxygènes en rouges [Van Rompaey, 2006].

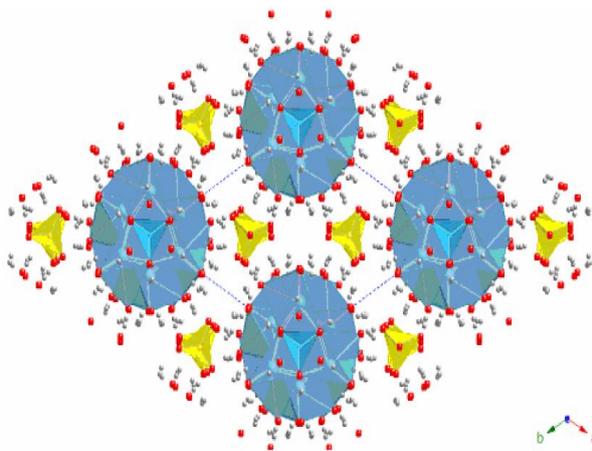


Figure I.1-10 : Structure de l'ettringite.

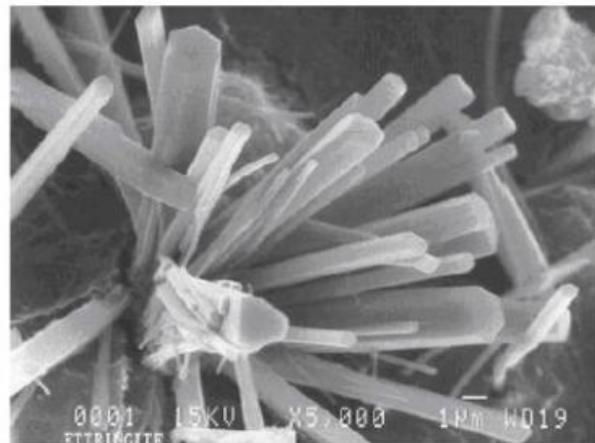


Figure I.1-11 : Image en microscopie électronique à balayage de cristaux d'ettringite [Nonat, 2008].

L'ettringite primaire, formée avant le durcissement de la pâte ou dans la porosité du matériau, cristallise sous forme de bâtonnets aciculaires ou de cristaux prismatiques hexagonaux cf. Figure I.1-11. Ces différentes formes d'ettringite s'expliquent par des conditions changeantes, telle qu'une augmentation de la concentration en ions alcalins dans la solution interstitielle [Talero, 2002]. C'est elle qui permet la cohésion de la pâte de ciment au jeune âge [Carde, 2007]. Une fois tous les sulfates libres en solution consommés, ce sont les sulfates adsorbés sur les particules de C-S-H qui vont être consommés. Enfin, lorsque plus aucun ion sulfate n'est disponible, l'ettringite est transformée en monosulfoaluminate.

Certaines pathologies peuvent également former de l'ettringite. Après durcissement du ciment, et suite à des mouvements d'eau et des apports internes ou externes de sulfates, il est possible de former de l'ettringite secondaire dans la porosité, pouvant entraîner ou non des gonflements.

Enfin, un troisième type d'ettringite existe : l'ettringite différée. La solubilité de l'ettringite augmente avec la température [Ghorab and Kishar, 1985]. Ainsi lorsque la température dans le ciment lors de l'hydratation dépasse les 65 °C, l'ettringite primaire ne peut pas se former. Ce n'est qu'après prise du ciment, lorsque la température diminue dans la pièce massive, que l'ettringite précipite de manière lente. Étant donné la structure rigide du matériau durci, la précipitation de cette ettringite différée finit par provoquer des gonflements et des fissurations, diminuant ainsi les caractéristiques mécaniques.

De plus, en présence de calcite, l'ettringite peut former du monocarboaluminate de calcium hydraté  $C_3A(C\check{C})_x$  ou de l'hémicarboaluminate de calcium hydraté  $C_3A(C\check{C})_{0,5}H_x$  à la place du monosulfoaluminate [Scrivener and Wieker, 1992].

#### I.1.2.1.2.4 Monosulfoaluminate et famille des AFm

Le monosulfoaluminate appartient à la famille des AFm qui a pour formule générale  $[Ca_2(Al,Fe)(OH)_6] \cdot X \cdot xH_2O$  avec  $X = HO^-, SO_4^{2-}$  ou  $CO_3^{2-}$ .

Les phases AFm se présentent sous la forme de plaquettes hexagonales, avec une structure en feuillets, proche de celle de la Portlandite, où certains ions du plan cationique sont remplacés par des cations  $Al^{3+}$  ou  $Fe^{3+}$ . Il en résulte donc un excès de charges positives et la création d'un interfeuillelet d'anions venant rétablir l'équilibre de charge.

Les feuillets principaux sont composés de calcium, d'aluminium et/ou de fer en coordinance 6 avec des hydroxydes situés de part et d'autre du plan cationique. Le calcium peut augmenter sa coordination à 7 en se liant à une molécule d'eau interfoliaire. La composition de ces feuillets est donc  $[Ca^{2+}(Al,Fe)(OH)_6 \cdot 2H_2O]^+$ . Ceci est une caractéristique invariante des phases AFm. L'empilement de ces feuillets génère des cavités octaédriques dans l'interfeuillelet, dans lesquelles se placent des anions qui rééquilibrent la charge cf. Figure I.1-12. La distance interfoliaire est donc fonction des anions présents et du nombre de molécules d'eau liée [Taylor, 1997]. D'autres types d'AFm peuvent exister selon l'environnement.

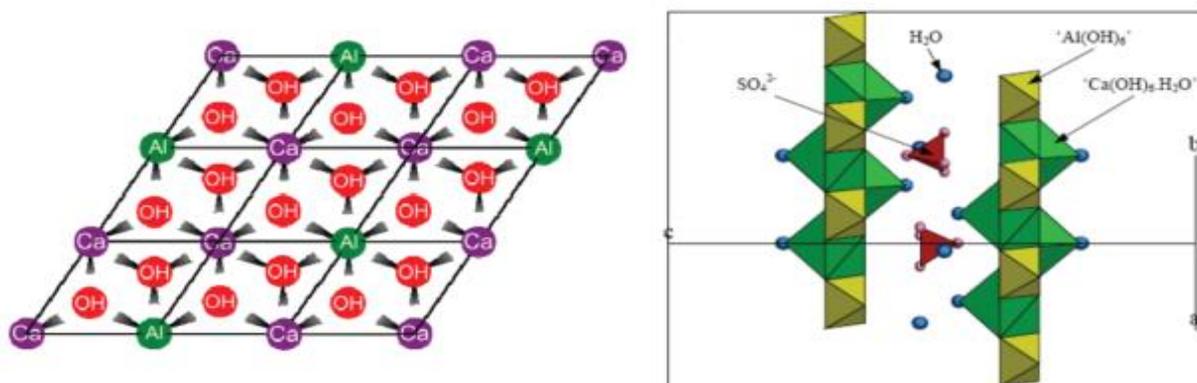


Figure I.1-12 : Représentation schématique de la structure du monosulfoaluminate de calcium [Renaudin, 1998].

### I.1.2.2. Ciment pouzzolanique – laitier, cendres volantes et fumée de silice

#### I.1.2.2.1. Ciment au laitier

En plus du clinker habituellement utilisé dans le ciment, il est possible d'utiliser d'autres matériaux. La norme NF EN 15167-1 stipule qu'il est possible d'utiliser des laitiers de haut fourneau pour remplacer une partie du clinker utilisé dans le ciment si le rapport massique  $(CaO + MgO)/SiO_2$  est supérieur à 1,0 [AFNOR, 2006].

##### I.1.2.2.1.1 Composition et structure d'un laitier

Le laitier de haut fourneau est un résidu de l'industrie sidérurgique, issu du refroidissement rapide des scories provenant de la fusion du minerai de fer. Par rapport au clinker utilisé pour le ciment Portland, le rapport Ca/Si est plus faible et de l'ordre de 1,0 – 1,1 et avec un Blaine moyen de  $4200 \text{ cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ . Le

laitier est un composé principalement vitreux contenant les oxydes CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et MgO. Le diagramme ternaire CaO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pour MgO = 10 % de la Figure I.1-13 reprend la composition chimique des laitiers, avec les différentes phases obtenues [Hewlett, 1998].

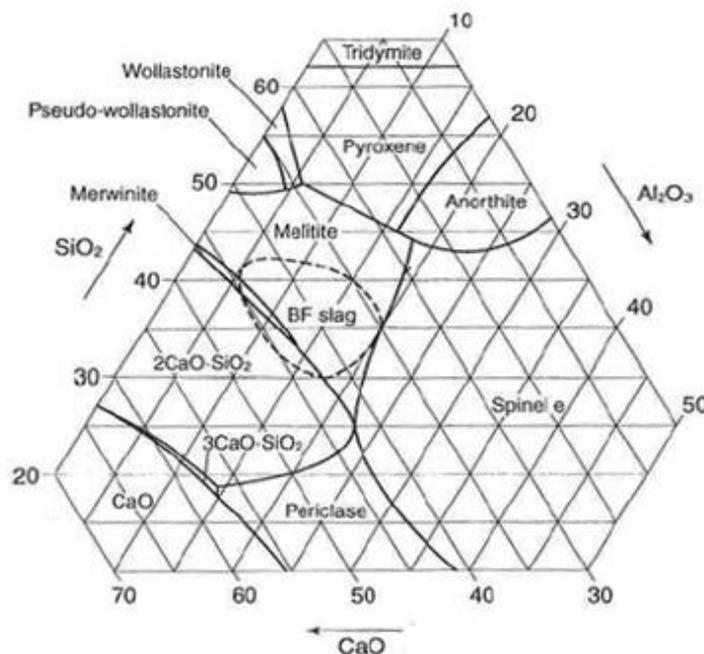


Figure I.1-13 : Composition chimique des laitiers de haut fourneau dans le diagramme ternaire CaO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pour MgO = 10 % [Hewlett, 1998].

La fraction cristalline (5 à 10 % du matériau) est majoritairement constituée de melilite (solution solide d'akermanite Ca<sub>2</sub>MgSi<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, de gehlénite Ca<sub>2</sub>Al(AlSi)O<sub>7</sub>) et de merwinite (Ca<sub>3</sub>MgSi<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) [Fredericci, et al., 2000].

#### I.1.2.2.1.2 Réactivité du laitier

C'est l'état vitreux, qui confère au laitier des propriétés hydrauliques latentes, ce qui signifie qu'il doit être activé pour devenir réactif vis-à-vis de l'eau [AFNOR, 2012, Taylor, 1997]. Cette réactivité dépend de la composition chimique, de la structure et de la finesse du laitier. En effet, étant donné la structure non cristalline du laitier, l'énergie interne de celui-ci est supérieure à celle d'un matériau cristallisé ce qui le rend ainsi très réactif. Par ailleurs, la présence d'éléments étrangers tels que Ca<sup>2+</sup>, Al<sup>3+</sup> et Mg<sup>2+</sup> modifie la stabilité du verre en se liant faiblement aux atomes d'oxygène, permettant ainsi de libérer rapidement en solution ces ions lors de l'hydratation.

Van Rompaey démontre l'influence de plusieurs paramètres sur la réactivité du laitier comme la composition et la structure du verre, la présence de phases cristallisées, la présence de défauts à la surface du laitier, la température et la teneur en ions alcalins du milieu réactionnel, la morphologie et la microstructure des hydrates formés [Van Rompaey, 2006].

Les laitiers contenant 20 % de merwinite développent de bonnes résistances mécaniques grâce à l'augmentation de leur activité par la cristallisation d'une phase hydratée Ca<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O (C2SH). Cette phase augmente l'adhésion des autres produits d'hydratation à la surface du laitier anhydre. Malgré tout, les phases cristallines ne doivent pas être présentes en trop grande quantité dans le laitier. En effet, le verre résiduel obtenu est acide et donc moins réactif.

La présence de défauts à la surface des laitiers influe également sur la réactivité de ceux-ci. La dissolution de la matrice vitreuse semble débuter par ces défauts et ainsi augmenter la réactivité du laitier.

Par ailleurs, plus la température est basse, plus les cinétiques de réactions d'hydratation et de formation des hydrates sont ralenties. En effet, le laitier a besoin d'être activé soit par un activateur, soit par l'hydratation efficace du clinker. Si la température diminue, l'hydratation du clinker étant plus lente, l'hydratation du laitier est alors ralentie.

D'après Berodier, au jeune âge, le laitier a plus un rôle de filler que de particules réactives [Berodier, 2015] cf. Figure I.1-14. En effet, le laitier comme les cendres volantes a une faible réactivité au très jeune âge<sup>1</sup> d'où leur rôle de filler à cette période.

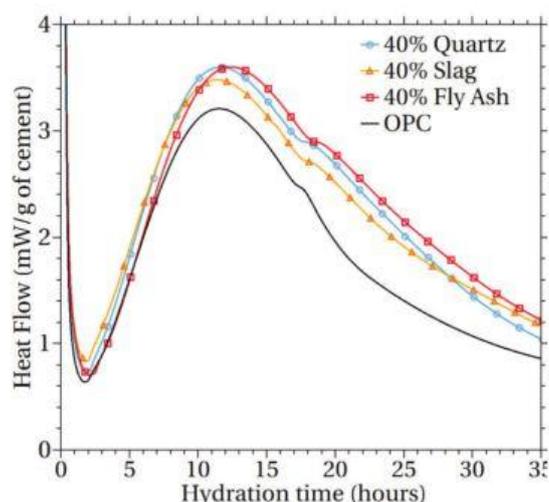


Figure I.1-14 : Vitesse de dégagement de chaleur par g de clinker pour du ciment Portland et pour des ciments contenant 40 % de quartz, laitier ou cendres volantes [Berodier, 2015].

#### I.1.2.2.1.3 Activation et hydratation du laitier

Contrairement aux composants du ciment Portland, le laitier ne subit pas d'attaque hydrolytique ( $H_2O$ ), mais une attaque hydroxylique ( $HO^-$ ) entraînant la dissolution du verre. Pour cela, un activateur est nécessaire pour augmenter le pH de la solution et ainsi permettre de dissoudre la silice. Van Rompaey indique que l'hydratation du laitier débute lorsque l'ettringite se forme sur le grain de laitier anhydre [Van Rompaey, 2006].

En effet, au contact de l'eau, le laitier subit une première réaction chimique conduisant à la formation d'un gel d'alumine  $Al(OH)_3$  sur la surface du laitier. Ce gel, formé pour un pH compris entre 4 et 8,5-10 (Figure I.1-15), empêche la poursuite de la dissolution et donc de l'hydratation du laitier. Un activateur est donc utilisé pour augmenter le pH de la solution, permettre la dissolution du gel et ainsi poursuivre l'hydratation.

<sup>1</sup> A noter qu'au Japon, avec des laitiers broyés de manière très fine – 8000 de Blaine, une plus grande réactivité au jeune âge peut être obtenue [JCI, 2008].

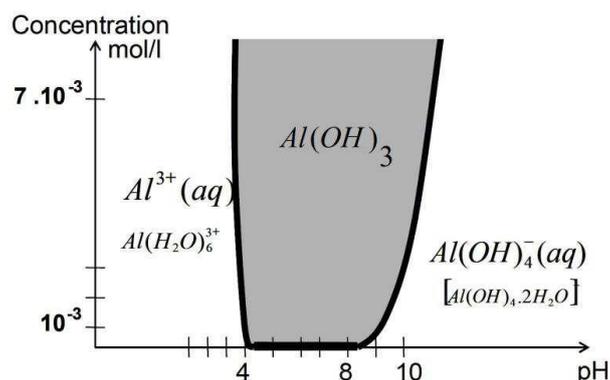


Figure I.1-15 : Domaine de stabilité du gel d'alumine.

Il existe différents types d'activateurs qui peuvent jouer le rôle de catalyseur (en activant la réaction de dissolution/précipitation) ou de réactif (en activant la réaction de dissolution/précipitation et en entrant dans la structure de l'hydrate) [AFNOR, 2009]. Il existe trois modes d'activation : l'activation alcaline par la soude ou la chaux, l'activation sulfatique par les sulfates, ou l'activation sulfato-calcique (ou sodosulfatique) qui est une combinaison des deux premières activations. Les activateurs les plus connus sont : le clinker Portland, les hydroxydes de calcium, les sulfates de calcium, les sulfates alcalins, la soude, les silicates et carbonates de soude et les chlorures de calcium. La soude agit comme un catalyseur tandis que la chaux et les sulfates agissent comme des réactifs. L'augmentation du pH par ces activateurs permet la dissolution du gel d'alumine et le passage en solution de la silice et de la chaux, entraînant ainsi la formation d'hydrates : les C-S-H (moins denses que ceux formés lors de l'hydratation d'un ciment Portland), l'aluminat tétracalcique hydratée (C4AH13) et la gehlénite hydratée (C2ASH8) [Houzé, 2013]. Comme il est possible de le voir sur la Figure I.1-16, et comme pour le ciment Portland, les hydrates peuvent être internes (directement en contact avec le grain anhydre) ou externes (dans les espaces occupés par l'eau) [Hewlett, 1998].

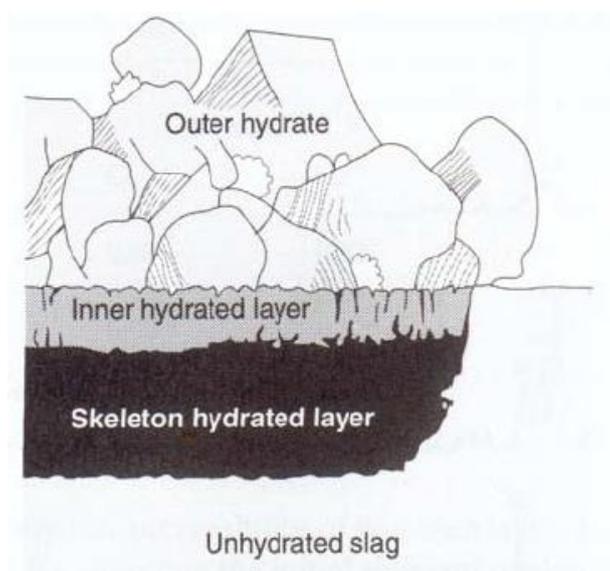


Figure I.1-16 : Caractérisation des différentes couches d'hydratation à la surface d'un grain de laitier [Hewlett, 1998].

Afin d'accélérer l'hydratation du laitier, il est possible d'utiliser des nitrates, nitrites, formates, thiosulfates, thiocyanates et halogénures - dont l'activité dépend du cation accompagnateur, de

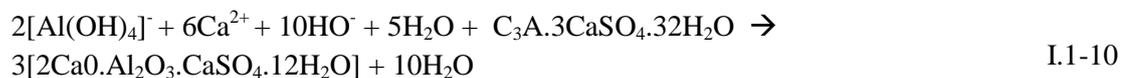
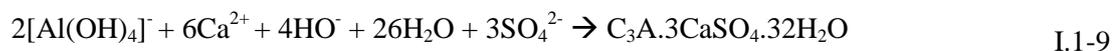
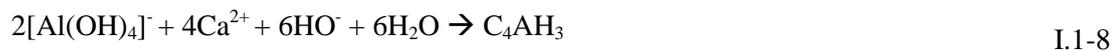
l'hydroxyde de calcium  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , du carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$  et du chlorure de calcium  $\text{CaCl}_2$ . Cependant, dans cette étude, aucun n'ajout n'a été utilisé pour activer l'hydratation du laitier.

#### I.1.2.2.1.4 Hydratation d'un ciment avec du laitier

L'hydratation d'un ciment au laitier conduit à la formation d'hydrates avec principalement des C-S-H mais peu de Portlandite étant donné sa participation à l'activation du laitier. En effet, au contact de l'eau et de par son hydraulité latente, le laitier ne va pas s'hydrater tout de suite. Il faut passer une barrière énergétique pour que celle-ci débute.

Lorsque le laitier est mélangé avec le clinker, l'hydratation du clinker peut entraîner l'hydratation du laitier par la mise en solution de chaux. La présence de gypse ou d'anhydrite dans le ciment peut également jouer un rôle.

Une fois le pH de la solution devenu basique, le laitier commence à se dissoudre. Ce sont en priorité les liaisons les plus faibles type Ca – O qui se rompent par rapport aux liaisons Si – O et Al – O. Il y a donc plus d'ions  $\text{Ca}^{2+}$  que  $\text{H}_2\text{SiO}_4^{2-}$  et  $\text{H}_4\text{AlO}_4^-$  en solution, ce qui entraîne la formation d'une couche d'hydrates sur les grains anhydres du laitier, ralentissant les réactions d'hydratation. Les équations I.1-7 à I.1-10 présentent la formation des hydrates à partir du laitier dissout.



L'hydratation du ciment au laitier se divise en plusieurs étapes [Regourd, et al., 1980] :

- formation d'une très fine couche d'hydrates sur la surface du laitier durant les premières heures de son hydratation,
- accélération de l'hydratation du laitier de 12 heures à 3 jours suite à la consommation de la chaux libérée par l'hydratation du clinker,
- précipitation de la Portlandite suite à une quantité libérée par le clinker supérieure à celle consommée par l'hydratation du laitier, entraînant ainsi un ralentissement de l'hydratation du laitier entre 3 et 28 jours,
- diminution de la teneur en chaux jusqu'à 60 et 90 jours suite à la consommation massive de la Portlandite accumulée, provoquant ainsi une accélération de l'hydratation du laitier,
- formation d'une couche épaisse d'hydrates sur les grains de laitier anhydres provoquant ainsi un ralentissement de son hydratation dû à la diffusion lente de l'eau à travers cette couche.

Il est à noter que ces étapes peuvent être plus ou moins décalées dans le temps selon la finesse du ciment, du laitier et le rapport E/C et la porosité de la pâte obtenue.

Par ailleurs, l'hydratation du C3S est peu modifiée par le laitier alors que celle du C2S est retardée dès que le pourcentage de laitier est supérieur à 40 % [Kocaba, 2009]. La présence du laitier influe aussi sur la reprise de la dissolution du C3A après l'épuisement du gypse. Ceci est principalement dû à l'effet de filler du laitier plutôt qu'à sa réactivité car il fournit une surface de précipitation supplémentaire.

Les C-S-H formés proviennent de la consommation du laitier et de la portlandite, mais ils ont une composition différente de ceux formés dans le ciment Portland.

D'après d'Aloia, l'énergie d'activation apparente du laitier (environ  $56 \text{ kJ.mol}^{-1}$ ) est plus grande que celle du ciment Portland ( $40 - 45 \text{ kJ.mol}^{-1}$ ). Cette valeur d'énergie d'activation plus élevée a un effet bénéfique sur l'activation thermique pour les ciments au laitier [D'Aloia and Chanvillard, 2002]. Cependant, l'affinité chimique est aussi à prendre en compte, et la réactivité du laitier est plus lente que celle d'un ciment Portland. Le suivi de la chaleur dégagée au cours de l'hydratation par microcalorimétrie isotherme donne une image des vitesses de réactions. Sur la Figure I.1-17, la chaleur d'hydratation dégagée est séparée en deux pics, l'un pour l'hydratation du clinker et l'autre pour l'hydratation du laitier. De plus, comme pour l'hydratation du clinker, l'hydratation du laitier est ralentie lorsque les réactions sont contrôlées par la diffusion de l'eau au travers de la couche d'hydrates [Van Rompaey, 2006]. Enfin, on remarque que le pic caractéristique de l'hydratation du laitier apparaît plus tôt lorsque le pourcentage de laitier augmente.

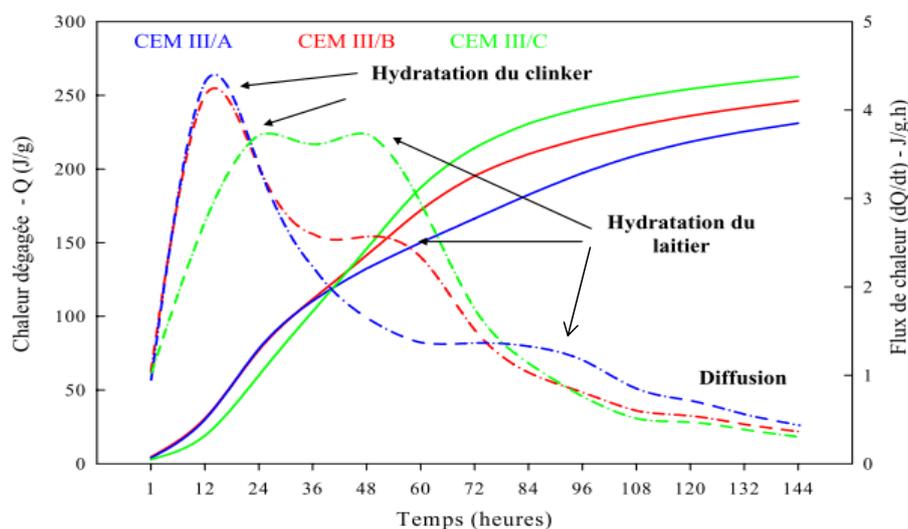


Figure I.1-17 : Courbes calorimétriques de l'hydratation de trois ciments au laitier, à 20 °C et à E/C = 0,5 [Van Rompaey, 2006].

Cette interprétation est confirmée par les résultats de de Schutter. En effet, comme il est possible de le voir sur la Figure I.1-18, suite à des mesures d'échauffement et en traçant les rapports de chaleur équivalents de l'affinité chimique comme définie dans l'équation I.1-11, en fonction du degré d'hydratation pour un CEM III, deux pics sont visibles : l'un correspondant à l'hydratation du Portland et l'un correspondant à l'hydratation du laitier.

$$A(\xi(t)) = \frac{\dot{Q}}{Q_{\infty} \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right)} \quad \text{I.1-11}$$

Avec :  $A(\xi(t))$  l'affinité chimique ( $s^{-1}$ )

$\dot{Q}$  la dérivée par rapport au temps de la chaleur d'hydratation ( $J.g^{-1}.s^{-1}$ )

$Q_{\infty}$  la chaleur d'hydratation ( $J.g^{-1}$ )

$E_a$  l'énergie d'activation du mélange ( $J.mol^{-1}$ )

$R$  la constant des gaz parfaits ( $8,3144621 J.mol^{-1}.K^{-1}$ )

$T$  la température (K)

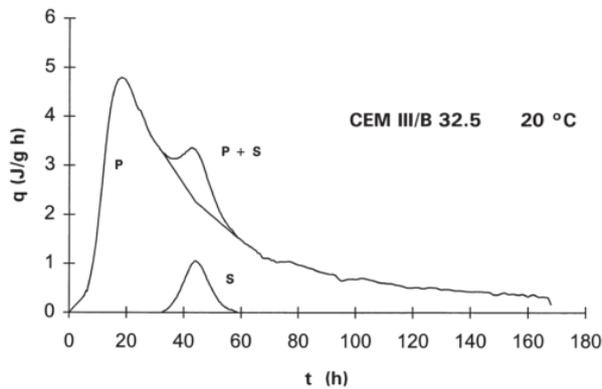


Figure I.1-18 : Superposition des courbes correspondant à l'effet du ciment Portland et du laitier dans un CEM III/B 32,5 à 20 °C [De Schutter, 1999].

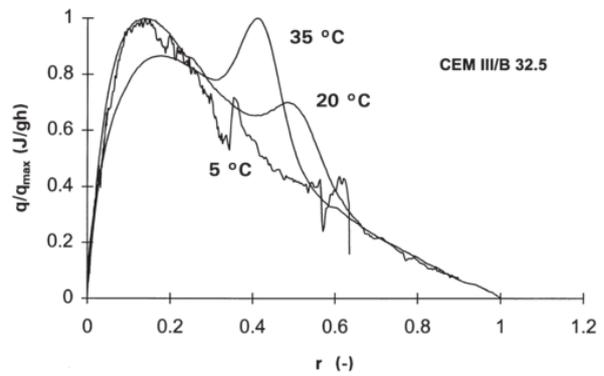


Figure I.1-19 : Effet de la température sur l'évolution normalisée de la chaleur en fonction du degré d'hydratation pour un CEM III/B [De Schutter, 1999].

A noter l'effet de la température sur la rapidité d'hydratation du ciment Portland et du laitier étant donné la visibilité plus ou moins accrue de ces pics sur la Figure I.1-19 [De Schutter, 1999].

#### I.1.2.2.1.5 Propriétés des ciments au laitier

Au jeune âge, les résistances d'un ciment au laitier sont inférieures à celles d'un ciment Portland, mais à un âge avancé (90 jours), ces résistances peuvent être équivalentes, voire plus élevées, dans certains cas selon le taux de remplacement. Par ailleurs, le ralentissement des réactions d'hydratation entraîne une diminution de la chaleur dégagée au jeune âge ce qui est bénéfique vis-à-vis du risque de la fissuration au jeune âge. Enfin, étant donné que la porosité du matériau au laitier est plus fine que celle d'un ciment Portland, celui-ci résiste mieux aux agents agressifs chimiques tels que les sulfates, les chlorures, les carbonates et les alcalis, mais la pénétration du  $CO_2$  se fait plus rapidement du fait qu'il y a moins de portlandite [Taylor, 1997]. De plus, le retrait endogène est en général plus élevé [Bamforth, 2007].

#### I.1.2.2.2. Ciment avec cendres volantes

La norme NF EN 197-1 indique qu'il est possible d'ajouter des cendres volantes dans le ciment et dans le béton selon la norme NF EN 450-1 tant que celles-ci proviennent de centrales thermiques à charbon pulvérisé [AFNOR, 2012, AFNOR, 2012].

##### I.1.2.2.2.1 Composition et structure des cendres volantes

Les cendres volantes proviennent des centrales thermiques à charbon pulvérisé lors de la combustion de combustible entre 1200 et 1400 °C. C'est le refroidissement des gaz de fumée dus à la combustion

contenant des poussières fines qui permet l'obtention de cendres volantes. Etant donné leur mode de fabrication, les cendres volantes sont des particules sphériques, et parfois creuses pouvant contenir d'autres particules plus petites. Leur taille varie de 1  $\mu\text{m}$  à plusieurs centaines de microns et avec une surface spécifique Blaine comprise entre 2500 et 3800  $\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ .

Leur composition est assez variable selon la composition du combustible brûlé. Il existe principalement deux types de cendres volantes : les cendres silico-calciques dont la quantité de chaux est supérieure à 10 % ce qui leur confère ainsi une réactivité hydraulique et pouzzolanique et les cendres silico-alumineuses composées principalement de silice et d'alumine et moins de 10 % de chaux, avec seulement une réactivité pouzzolanique. Dans le Tableau I.1-2 sont présentées les compositions générales obtenues pour les deux types de cendres volantes.

Oxydes (wt%)	SiO <sub>2</sub>	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	Perte au feu
Silico-calcique	38 - 52	2 - 10	20 - 40	1 - 3,5	6 - 16	1 - 2	2 - 5	0,3 - 2,5	3 - 20
Silico-alumineuse	30 - 50	20 - 30	15 - 25	1 - 7	5 - 17	1 - 2		1,5 - 8	0,3 - 1

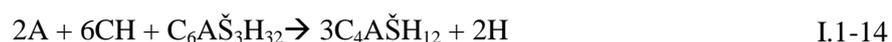
Tableau I.1-2 : Composition chimique des deux types de cendres volantes [Cyr and Divet, 2014].

Seules les cendres volantes contenant plus de 7 % d'imbrûlés doivent subir un traitement avant utilisation comme composant du ciment selon la norme NF EN 197-1.

Les cendres volantes silico-alumineuses sont constituées d'une phase amorphe contenant principalement du silicium et de l'aluminium et de plusieurs phases cristallines telles que le quartz (SiO<sub>2</sub>), la mullite (Al<sub>6</sub>SiO<sub>13</sub>), l'hématite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) et de la magnétite (Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>). Lorsqu'il s'agit de cendres volantes silico-calciques, il est possible de détecter également de l'anhydrite (CaSO<sub>4</sub>), de la chaux vive (CaO), de la périclase (MgO) et du C2S.

#### I.1.2.2.2 Hydratation d'un ciment avec cendres volantes

La réactivité principale des cendres volantes repose sur la partie amorphe de celle-ci. Cependant, comme pour le laitier, les cendres volantes nécessitent une activation qui se fait par l'attaque de la phase amorphe par des ions hydroxydes. Une fois en milieu aqueux, deux réactions ont lieu : l'une entre la silice et la chaux selon l'équation I.1-12, et l'autre entre l'alumine et la chaux selon les équations I.1-13 et I.1-14 [Waller, 1999].



#### I.1.2.2.3 Propriétés des ciments avec cendres volantes

L'utilisation de cendres volantes dans le ciment mais aussi dans le béton a trois effets notoires :

- La diminution du rapport E/C grâce à sa surface sphérique. En effet, contrairement à une surface rugueuse (telle que celle du laitier par exemple), moins d'eau est absorbée

en surface des grains ce qui permet de diminuer le rapport E/C tout en conservant une maniabilité et des performances mécaniques.

- La diminution de l'élévation de la température au cours de l'hydratation du matériau. Massazza et Diamon indiquent que la présence de cendres volantes dans le ciment a pour effet de diminuer la cinétique de réaction d'hydratation du ciment [Massazza and Diamon, 1992]. Cette réactivité plus lente entraîne cependant des résistances mécaniques à court terme plus faibles qu'un ciment ne contenant pas de cendres volantes. A long terme, des résistances équivalentes au ciment non substitué sont par ailleurs atteintes.
- De par sa nature pouzzolanique, les cendres volantes améliorent également la durabilité du matériau surtout par rapport aux attaques sulfatiques.

### I.1.2.2.3. Ciment avec fumée de silice

La norme NF EN 197-1 laisse la possibilité d'ajouter de la fumée de silice dans le ciment et dans le béton selon la norme NF EN 13263-1 [AFNOR, 2009, AFNOR, 2012].

#### I.1.2.2.3.1 Composition et structure de la fumée de silice

La fumée de silice, matériau amorphe composé essentiellement de silice et très fin, provient de l'industrie métallurgique. Elle est obtenue suite à la réduction du quartz dans des fours à arc électrique en présence de source de carbone, avec des températures de l'ordre de 2000 °C. Les vapeurs de silice produites s'oxydent et se condensent à l'air pour former la fumée de silice. Sa finesse varie entre quelques nanomètres et quelques microns, avec un diamètre moyen de 100 à 200 nm et une surface spécifique BET de 15 à 25 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>. La composition moyenne d'une fumée de silice est détaillée dans le Tableau I.1-3.

Oxydes (wt%)	SiO <sub>2</sub>	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	Perte au feu
Si	87 - 98	0,08 – 0,3	0,1 – 0,6	0,2 – 0,9	0,02 – 0,6	0,02 – 0,4	0,2 – 0,7	0,8 – 4,4

Tableau I.1-3 : Composition chimique de la fumée de silice.

#### I.1.2.2.3.2 Hydratation d'un ciment avec fumée de silice

En plus d'un effet filler et de site de nucléation, la fumée de silice est particulièrement réactive en milieu basique. Après dissolution, la silice réagit en milieu aqueux avec la chaux pour former des C-S-H pouzzolaniques selon l'équation I.1-15.



#### I.1.2.2.3.3 Propriétés des ciments avec fumée de silice

La fumée de silice consomme une grande quantité d'eau, soit en absorption, soit en emprisonnement, soit en réactivité. Il est donc nécessaire de bien la disperser à l'aide d'adjuvant afin de limiter la quantité d'eau emprisonnée et donc non disponible. Cependant son utilisation dans le ciment ou le béton permet grâce à sa finesse de combler la porosité entre les grains de ciment.

Etant donné son prix (de l'ordre de 3 fois plus cher que le ciment), la fumée de silice est utilisée dans des matériaux cimentaires pour lesquels le rapport E/L est très faible (et permettant d'atteindre jusqu'à

200 MPa). Aussi, dès le jeune âge, ces matériaux développent des résistances mécaniques élevées et présentent des dégagements de chaleur importants.

Pour la même raison, la présence de fumée de silice améliore les propriétés de durabilité avec une meilleure résistance aux attaques des ions chlorures ou sulfates. Le risque de carbonatation des matériaux à base de fumée de silice est plus élevé étant donné la très faible quantité de Portlandite pouvant servir de tampon [Baroghel-Bouny, 2004], mais il est compensé par le fait que le rapport E/L et donc la porosité du béton sont faibles. A noter que le dosage en fumée de silice par rapport au ciment est de l'ordre de 10 %, à la fois pour des raisons de prix et pour limiter la consommation de Portlandite (et donc la baisse possible du pH).

D'après Justnes et al. et Waller, la présence de fumée de silice et de cendres volantes diminue le degré d'hydratation final du ciment à cause de la compétition pour la consommation d'eau [Justnes, et al., 1992, Waller, 1999]. Pour cela, Waller définit  $B(\infty)$ , le degré d'hydratation du ciment à un temps infini comme dans l'équation I.1-16 :

$$B(\infty) = \frac{Q(\infty)}{c \cdot q_c} = \alpha_c(\infty) + \frac{z}{c} \cdot \frac{q_z}{q_c} \cdot \alpha_z(\infty) \quad \text{I.1-16}$$

Avec :  $B(\infty)$  le degré d'hydratation du liant à t infini,  
 $Q(\infty)$  la chaleur à t infini du liant en J,  
 $c$  la quantité de liant en g,  
 $q_c$  la chaleur massique de réaction du liant en  $\text{J} \cdot \text{g}^{-1}$ ,  
 $\alpha_c(\infty)$  le degré d'hydratation à t infini du ciment,  
 $\frac{z}{c}$  le rapport de quantité de pouzzolane sur ciment,  
 $\frac{q_z}{q_c}$  le rapport de chaleur massique de pouzzolane sur ciment,  
 $\alpha_z(\infty)$  l'avancement de réaction à t infini de la pouzzolane.

Si la présence de matériaux pouzzolaniques n'avait pas d'effet sur l'hydratation du ciment, alors  $B(\infty)$  serait une fonction linéaire du rapport  $z/c$ . Or comme le montre la Figure I.1-20 pour des ciments (ca) contenant de la fumée de silice (fsa) et des cendres volantes (cva ou cvb), ce n'est pas le cas. Les courbes théoriques surestiment les valeurs expérimentales, ce qui confirme l'existence d'une diminution du degré d'hydratation du ciment en présence de pouzzolane par compétition entre la consommation d'eau par le ciment et par la fumée de silice ou les cendres volantes. En effet, malgré l'eau produite selon l'équation I.1-15, celle-ci est adsorbée par les particules et donc non disponible pour réagir immédiatement.

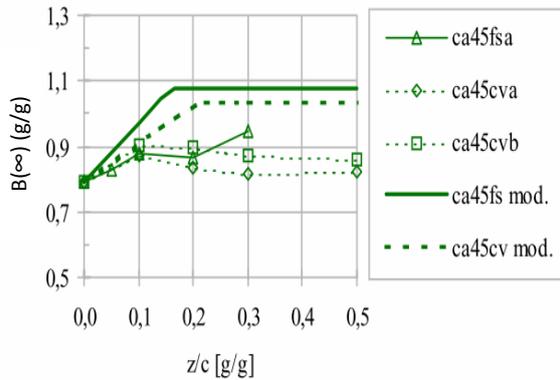


Figure I.1-20 : Valeurs de  $B(\infty)$  pour un rapport E/C de 0,45 [Waller, 1999].

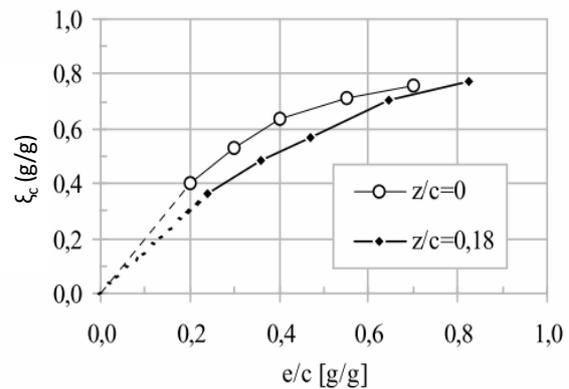


Figure I.1-21 : Degré d'hydratation du ciment en fonction du rapport E/C avec le rapport pouzzolane sur ciment  $z/c$  égal à 0,18-0,19 [Waller, 1999].

Sur la Figure I.1-21 est présentée l'évolution du degré d'hydratation pour des ciments contenant ou non de la fumée de silice pour différents rapport E/C. Il est possible de voir que l'écart entre les deux courbes augmente avec le rapport E/C jusqu'à un maximum proche de  $E/C = 0,4$ , puis diminue. Cette valeur de E/C correspond à la quantité pour laquelle la totalité de la fumée de silice réagit. En dessous de cette valeur, le degré d'hydratation ainsi que la quantité de chaux produite et donc la quantité de pouzzolane pouvant réagir et la quantité d'eau absorbée sont proportionnels au rapport E/C. La réduction du degré d'hydratation est donc proportionnelle au rapport E/C. Lorsque E/C est supérieur à 0,4, la quantité de pouzzolane pouvant réagir n'augmente plus, ce qui signifie que la quantité d'eau absorbée reste constante. La diminution du degré d'hydratation du ciment devient faible pour des rapports E/C élevés.

A partir de ses résultats expérimentaux, Waller en déduit une nouvelle formule I.1-17 pour la quantité d'eau absorbée par la pouzzolane réactive dans le ciment.

$$\delta = D_z \cdot \min \left[ \frac{z}{c}; \frac{x \cdot \alpha_c(\infty)}{x_z} \right] \cdot \exp \left( F \cdot \frac{e}{c} \right) \quad \text{I.1-17}$$

Avec :  $\delta$  la quantité d'eau absorbée par la pouzzolane réactive dans le ciment,

$D_z$  deux constantes selon le type de pouzzolane : fumée de silice  $D_{fs} = 0,6 \text{ g} \cdot \text{g}^{-1}$  de ciment et cendres volantes  $D_{cv} = 0,4 \text{ g} \cdot \text{g}^{-1}$  de ciment,

$\frac{z}{c}$  le rapport pouzzolane sur ciment,

$x$  la quantité de chaux produite lors de l'hydratation d'un gramme de ciment,

$$x = 0,42 \cdot \varphi_{C3S} + 0,13 \cdot \varphi_{C2S}$$

$\alpha_c(\infty)$  l'avancement de réaction du ciment à un temps infini,

$x_z$  la quantité de chaux nécessaire pour faire réagir un gramme de fumée de silice ou de cendres volantes :  $x_{fs} = 1,3 \text{ g}$  et  $x_{cv} = 1,0 \text{ g}$ ,

F un coefficient égal à 1,6,

$\frac{e}{c}$  le rapport E/C.

### **I.1.2.3. Ciment contenant une charge peu ou pas réactive – filler calcaire**

Il est possible d'ajouter d'autres éléments dans le béton tels que des additions calcaires provenant de roches calcaires ou dolomitiques, qui sont des matériaux minéraux finement divisés et quasiment inertes de type filler calcaire, comme l'indique la norme NF P18-508 [AFNOR, 2012].

#### **I.1.2.3.1. Qu'est-ce qu'un filler ?**

Un filler est un matériau très finement broyé à une finesse quasi identique à celle du ciment Portland, et qui a un effet bénéfique sur certaines propriétés du béton (maniabilité, masse volumique, perméabilité, capillarité, ressuage ou tendance à la fissuration). Généralement le filler est inerte, mais il peut présenter des propriétés hydrauliques, principalement lorsqu'il s'agit de filler calcaire  $\text{CaCO}_3$ .

Par ailleurs, tout comme avec les additions citées précédemment, l'ajout de filler dans le ciment induit une diminution de la quantité de ciment utilisé et donc une diminution de la quantité totale de  $\text{CO}_2$  émis.

#### **I.1.2.3.2. Influence du filler calcaire sur l'hydratation**

Utilisé dans le ciment, le filler calcaire a pour effet de combler les vides entre les grains de taille supérieure du ciment avec l'existence d'un pourcentage optimal : trop peu de filler ne comble pas assez les vides, et une quantité trop importante désorganise la structure [Joudi-Bahri, et al., 2012]. Il y a donc une optimisation possible du squelette granulaire, qui permet ainsi une diminution de la demande en eau du matériau [Diederich, 2010, Jones, et al., 2003].

La présence de filler calcaire améliore également l'hydratation du clinker (sans réaction avec ce dernier). Le pourcentage de filler ajouté ainsi que la finesse de celui-ci influe sur les cinétiques d'hydratation de par son effet filler. Ceci est dû à l'effet de dilution du ciment lors de l'ajout de filler. Il y a plus d'espace accessible pour le développement des hydrates [Lothenbach, et al., 2011].

Par ailleurs, la surface du filler joue également le rôle de site de nucléation pour les C-S-H, ce qui permet d'améliorer l'hydratation du clinker au jeune âge [Gutteridge and Dalziel, 1990, Kadri, et al., 2010]. Sur la Figure I.1-22, au bout d'une heure, toute la surface du filler calcaire est recouverte par des hydrates contrairement à celle du ciment [Berodier, 2015]. Ainsi, la nucléation des hydrates s'effectue préférentiellement sur le filler calcaire que sur les grains de clinker, avec une formation favorisée de Portlandite qui à son tour, jouera le rôle de site de nucléation pour les C-S-H. De par la formation plus rapide d'hydrates, cela permet également d'obtenir de meilleures résistances mécaniques au jeune âge.

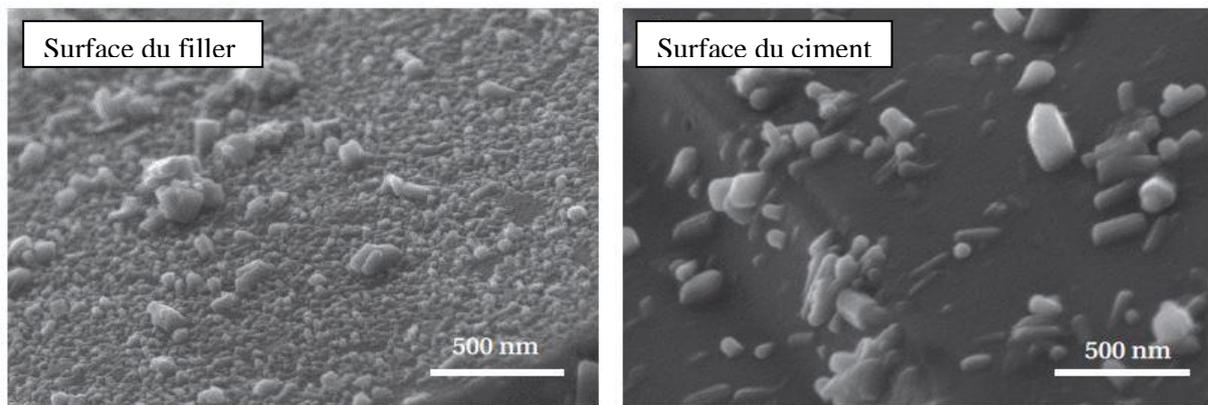


Figure I.1-22 : Images obtenues par microscope électronique à balayage d'un ciment Portland au filler calcaire : la surface de filler calcaire à gauche et du ciment à droite au bout d'une heure d'hydratation [Berodier, 2015].

Comme le montre Berodier sur la Figure I.1-23, l'accélération est plus importante et la période d'induction est raccourcie lorsque du filler calcaire est substitué au clinker par rapport à une substitution par un matériau inerte type quartz. Ceci peut être expliqué par la légère dissolution du filler calcaire et donc le relargage d'ions calcium, notable grâce à une augmentation de la concentration en ions  $\text{Ca}^{2+}$ , qui vont participer à l'obtention de la sursaturation de la solution [Berodier, 2015, Juilland, et al., 2010].

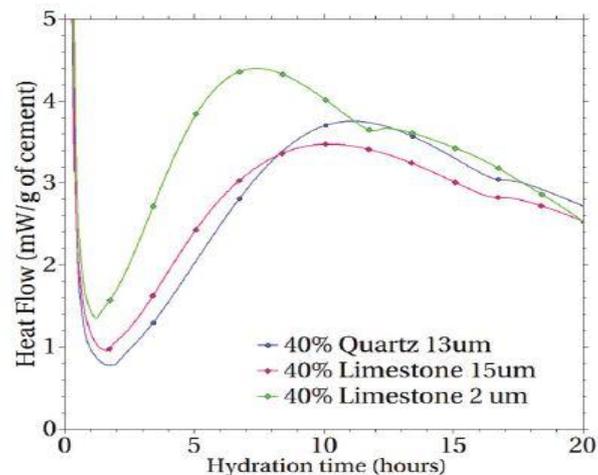


Figure I.1-23 : Courbes de flux de chaleur obtenues par microcalorimétrie isotherme pour des ciments contenant du filler calcaire ou du quartz [Berodier, 2015].

Enfin, Talero indique que l'utilisation de filler calcaire dans le ciment accélère les réactions d'hydratation en réagissant avec le C3A pour former des sulfoaluminates et des carboaluminates hydratés, ce qui peut avoir tendance à légèrement augmenter la demande en eau [Talero, et al., 2017].

### I.1.3. Evolution des propriétés thermomécaniques

Les propriétés thermiques et mécaniques évoluent très rapidement au jeune âge avec l'hydratation du matériau, que ce soit les chaleurs d'hydratation, les résistances mécaniques ou la rigidité.

### I.1.3.1. Chaleur d'hydratation

La chaleur d'hydratation varie selon le type de ciment. Ceci est dû à la différence de composition de ceux-ci. Ci-dessous sont regroupées les chaleurs d'hydratation des phases du clinker (Tableau I.1-4).

Composé	C3S	C2S	C3A	C4AF
Chaleur d'hydratation ( $J.g^{-1}$ )	502	260	867	419

Tableau I.1-4 : Chaleur d'hydratation pour les principales phases du ciment obtenue par la méthode de dissolution [Neville, 2000].

Etant donné que le C3S et le C3A sont les phases qui s'hydratent le plus vite, il est possible de diminuer la quantité de chaleur dégagée en réduisant la quantité de ces phases. Bogue et Lerch ont montré que plus il y a de C3A et de C3S, plus la chaleur dégagée est importante (Figure I.1-24 et Figure I.1-25) [Lerch and Bogue, 1934].

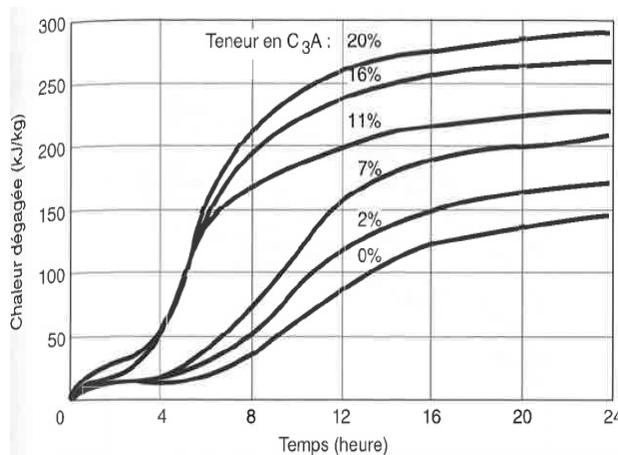


Figure I.1-24 : Influence de la teneur en C3A sur le dégagement de chaleur, à teneur en C3S à peu près constante [Lerch and Bogue, 1934].

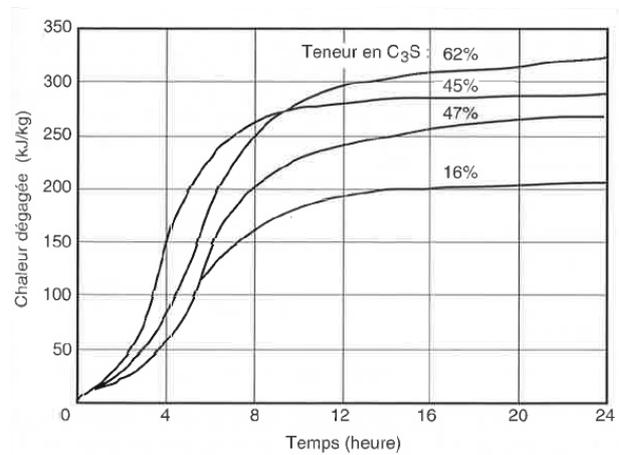


Figure I.1-25 : Influence de la teneur en C3S sur le dégagement de chaleur, à teneur en C3A à peu près constante [Lerch and Bogue, 1934].

A noter que lorsque la teneur en C3A augmente, la teneur en C4AF diminue et lorsque c'est la quantité de C3S qui augmente, c'est celle du C2S qui diminue et inversement.

### I.1.3.2. Résistances mécaniques

Au jeune âge, les résistances en compression et traction évoluent rapidement avec le temps. Les Figure I.1-26 et Figure I.1-27 montrent l'évolution de la résistance en compression en fonction du temps et du degré d'avancement de l'hydratation [Byfors, 1980].

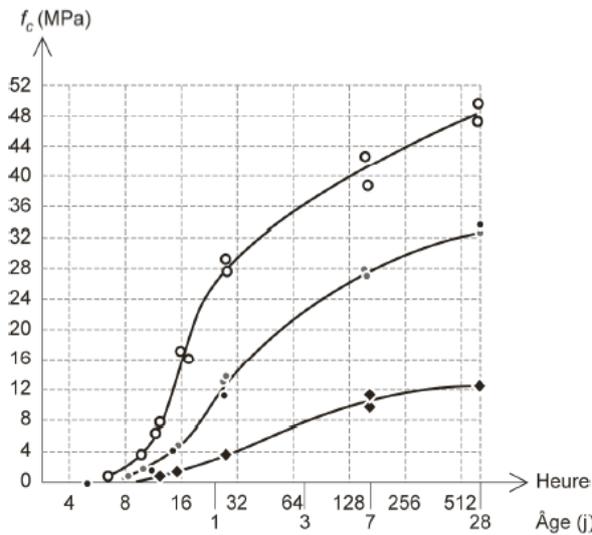


Figure I.1-26 : Evolution de la résistance en compression avec le temps à 20 °C.

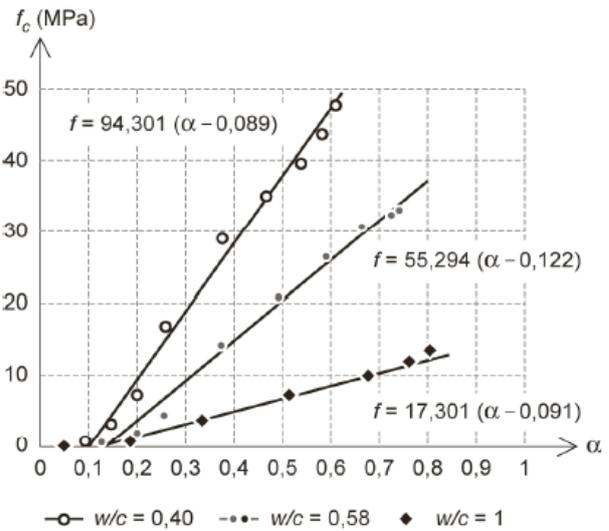


Figure I.1-27 : Evolution de la résistance en compression avec le degré d'avancement de l'hydratation.

A noter que plus la température dans le béton au cours de l'hydratation sera élevée, plus l'évolution des résistances en compression sera rapide au jeune âge mais aura tendance à atteindre une valeur inférieure à celle obtenue pour un béton curé à 20 °C comme il est possible de le voir sur la Figure I.1-28 [Klieger, 1958]. Ceci est dû à la création de porosité non comblée lors de l'hydratation rapide du matériau [Alexanderson, 1972]. Ces évolutions de températures peuvent aussi engendrer des variations dimensionnelles, qui seront détaillées dans la partie I.1.3.4 et III.1.3 du chapitre III.

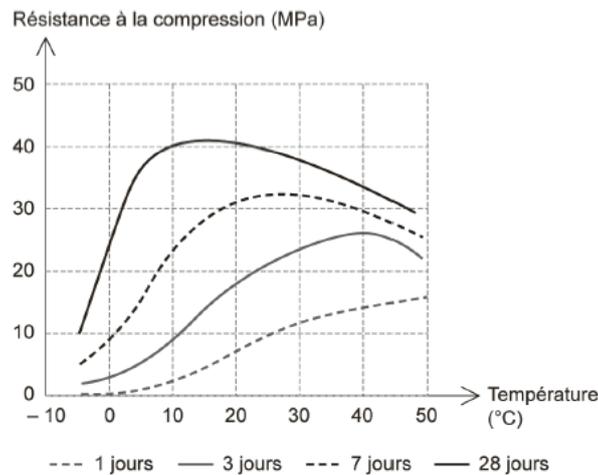


Figure I.1-28 : Influence de la température sur la résistance finale du béton [Klieger, 1958].

D'Aloia et Chanvillard proposent que l'estimation des résistances à long terme soit modifiée afin de prendre en compte l'effet de l'histoire des températures [D'Aloia and Chanvillard, 1997, D'Aloia and Chanvillard, 2002].

Si on ne tient pas compte de cet effet, il est possible de modéliser l'évolution des résistances en compression en condition isotherme en fonction du degré d'hydratation  $\xi(t)$  comme ci-dessous [De Schutter and Taerwe, 1996] :

$$f_c(t) = f_c(t = \infty) \cdot \left( \frac{\xi(t) - \xi_0}{\xi_\infty - \xi_0} \right)^\alpha \quad \text{I.1-18}$$

Avec :  $f_c$  la résistance en compression (MPa),  
 $\xi_0$  la valeur du degré d'hydratation minimal pour lequel le béton commence à être rigide,  
 $\alpha$  un paramètre d'ajustement.

Carette et Staquet indiquent que cette équation est vraie, même pour les ciments substitués avec du laitier ou du filler calcaire et que ce sont simplement les paramètres de l'équation qui sont modifiés. Pour la résistance en traction, Oluokun indique qu'il est possible de l'estimer à partir de celle mesurée en compression  $f_c$  [Oluokun, 1991] :

$$f_t = k_t \cdot f_c^n \quad \text{I.1-19}$$

Avec :  $n$  une puissance proche de 0,57 d'après de Larrard [de Larrard, 2000],  
 $k_t$  variable selon la nature du granulat (0,35 pour des granulats calcaires et 0,45 pour des granulats siliceux ou basaltiques).

### I.1.3.3. Module d'Young

La connaissance de l'évolution du module d'Young au cours du temps et plus particulièrement au jeune âge est importante pour la prédiction des contraintes et des risques de fissuration du béton, principalement indues par des variations dimensionnelles thermiques ou endogènes. Celui-ci évolue rapidement au jeune âge comme présenté sur la Figure I.1-29 [d'Aloia-Schwartzentruber and Torrenti, 2014].

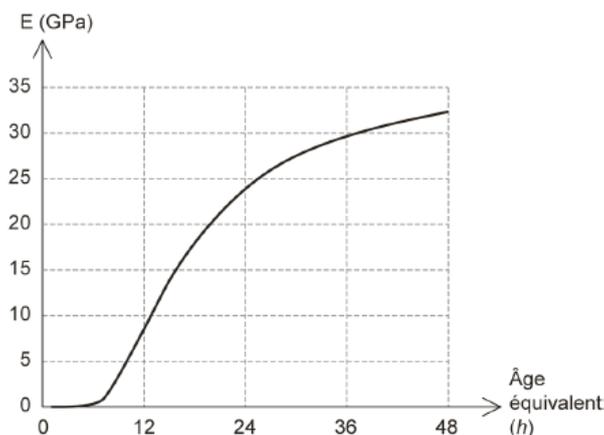


Figure I.1-29 : Evolution du module d'Young au cours du temps.

Plusieurs techniques de mesures existent, soit dynamique, soit statique, et elles sont présentées dans la partie III.1.1 du chapitre III. Lorsqu'il s'agit de la valeur du module d'Young statique, celle-ci est influencée par l'amplitude et la vitesse de chargement. Le chargement doit être appliqué le plus vite possible afin de limiter le fluage du matériau. La composition du matériau a aussi un effet sur la valeur du module mesuré, avec la présence de microfissures, vides capillaires et cristaux de Portlandite

souvent présents à l'interface liant-granulat. Sur la Figure I.1-30, Kumar Mehta et al. ont résumé les effets de différents paramètres sur le module d'Young [Kumar Mehta and Monteiro, 2006].

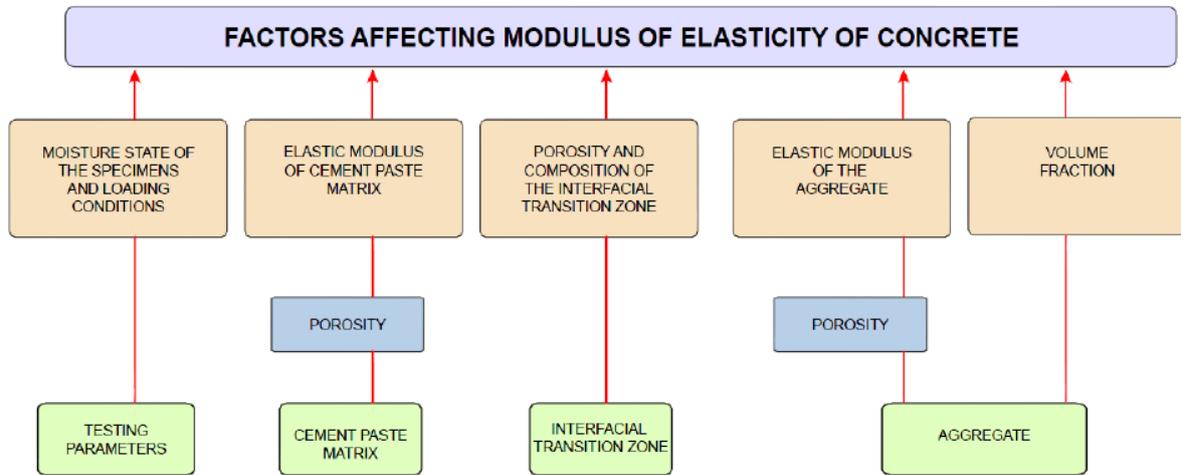


Figure I.1-30 : Différents paramètres influençant le module d'Young du béton [Kumar Mehta and Monteiro, 2006].

Atrushi et Bissonnette et al. ont montré que le module d'Young mesuré en compression est plus faible que celui mesuré en traction de l'ordre de 9 à 15 %, impliquant ainsi des effets sur les risques de fissuration du matériau [Atrushi, 2003, Bissonnette, et al., 2007]. D'après Yoshitake et al., le rapport E/C influence la valeur du module que ce soit en compression ou en traction [Yoshitake, et al., 2012].

Il existe différents modèles pour l'évolution du module d'Young, qui prennent en compte soit le temps équivalent (équations I.1-20, I.1-21 et I.1-22) [Atrushi, 2003, Goel, et al., 2006, Hauggaard, et al., 1999], soit l'avancement du degré de réaction (équation I.1-24) [De Schutter and Taerwe, 1996] ou du degré d'hydratation (équations I.1-23 et I.1-25) [Benboudjema and Torrenti, 2008].

$$E_c(t) = E_{28} \cdot \left\{ \exp \left[ s \left( 1 - \sqrt{\frac{28}{t - t_0}} \right) \right] \right\}^n \quad \text{I.1-20}$$

Avec :  $E_c(t)$  le module d'Young à l'instant  $t$ ,  
 $E_{28}$  le module d'Young à 28 jours,  
 $t$  le temps équivalent,  
 $t_0$  le temps de prise,  
 $s$  une constante liée au type de ciment,  
 $n$  un paramètre d'ajustement.

$$E_c(t) = 0,04326 \cdot \sqrt{\rho^3 f_{cm} \left( \frac{t}{a + b \cdot t} \right)} \quad \text{I.1-21}$$

Avec :  $a, b$  deux constantes reliées au type de ciment et aux conditions de cure,

$\rho$  la densité du matériau,  
 $f_{cm}$  la résistance moyenne du matériau mesurée sur cylindre.

$$E_c(t) = a \cdot e^{-\left(\frac{b}{t}\right)^c} \quad \text{I.1-22}$$

Avec : a, b, c trois paramètres d'ajustement.

$$E_c(\xi) = E_\infty \cdot \left( \frac{\xi(t) - \xi_0}{\xi_\infty - \xi_0} \right)^a \quad \text{I.1-23}$$

Avec :  $\xi(t)$  le degré d'hydratation à l'instant t,  
 $a$  un paramètre d'ajustement,  
 $\xi_\infty$  le degré d'hydratation à l'infini,  
 $\xi_0$  le degré d'hydratation au moment de la prise.

Si l'on pose le degré d'avancement de la réaction  $\alpha(t)$  comme étant le rapport de  $\xi(t)/\xi_\infty$ , alors on obtient l'équation I.1-24 :

$$E_c(\alpha) = E_\infty \cdot \left( \frac{\alpha(t) - \alpha_0}{1 - \alpha_0} \right)^a \quad \text{I.1-24}$$

Avec :  $E_\infty$  le module d'Young à la fin de l'hydratation,  
 $a$  un paramètre d'ajustement,  
 $\alpha(t)$  le degré d'avancement de la réaction à l'instant t,  
 $\alpha_0$  le degré d'avancement de la réaction au moment de la prise égal à  $\xi_0/\xi_\infty$ .

$$E_c(\xi) = E_\infty \cdot \frac{1 + 1,37 \cdot f_{c,\infty}^{2,204}}{1 + (f_c(\xi))^{2,204}} \cdot \left( \frac{f_c(\xi)}{f_{c,\infty}} \right) \quad \text{I.1-25}$$

Avec :  $\xi$  le degré d'hydratation.

Le risque de fissuration au jeune âge est dû en partie au développement des propriétés mécaniques à cette période. En effet, la vitesse de développement du module d'Young est supérieure à celles des résistances en traction et flexion, et c'est cette rapide évolution du module d'Young et le développement d'un retrait gêné qui engendrent la formation de contraintes dans le matériau [Stefan, et al., 2010]. Ainsi la prédiction des propriétés élastiques au jeune âge des matériaux cimentaires est essentielle. La combinaison des modèles homogènes [Kolani, 2012, Stefan, et al., 2010] avec les calculs des éléments finis 3D sont comparés avec les résultats expérimentaux trouvés dans la littérature cf. Figure I.1-31. Pour les rapports E/C élevés, il est possible de voir une concordance des valeurs expérimentales et modélisées. Mais pour les faibles rapports E/C, les valeurs obtenues expérimentalement sont plus faibles que celles modélisées.

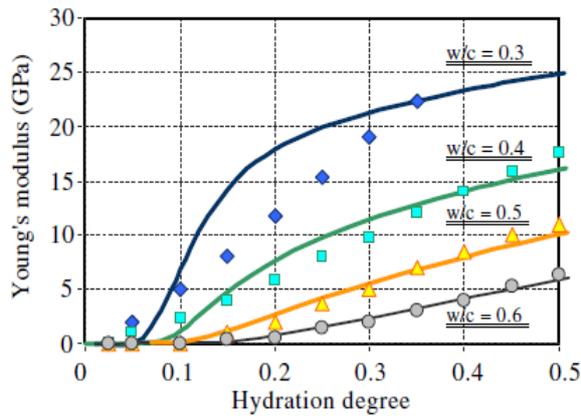


Figure I.1-31 : Evolution du module d'Young en fonction du degré d'hydratation au jeune âge pour des valeurs expérimentales (points) et les calculs effectués par la méthode des éléments finis (lignes continues) [Stefan, et al., 2010].

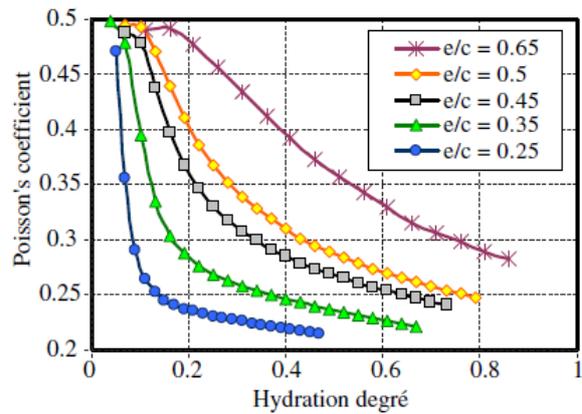


Figure I.1-32 : Evolution du coefficient de Poisson selon le degré d'hydratation obtenue d'après le modèle auto-cohérent, pour différents rapports E/C [Stefan, et al., 2010].

Le modèle auto-cohérent est utilisée pour un matériau dont la microstructure est assimilable à un enchevêtrement de ses différents constituants et dont il est difficile de faire la différence entre la matrice et les inclusions [Stefan, et al., 2010]. A partir de ce modèle, il est possible de voir que le coefficient de Poisson diminue au cours de l'hydratation Figure I.1-32. Ceci est d'autant plus flagrant que le rapport E/C est faible. Au début, les particules de ciment anhydres sont en suspension dans l'eau et la valeur du coefficient de Poisson est proche de 0,5. Puis, au cours de l'hydratation, l'eau est consommée et progressivement remplacée par des hydrates solides, ce qui entraîne une diminution du coefficient de Poisson vers 0,25-0,15, valeurs courantes pour les ciments durcis [Delsaute, 2017, Stefan, et al., 2010].

#### I.1.3.4. Variations dimensionnelles

Il est habituel de considérer deux types de déformations différées qui sont soit libres soit d'origine mécanique : le retrait qui apparaît sans chargement extérieur et le fluage qui, au contraire est provoqué par un chargement. Les déformations visqueuses sous l'effet de contraintes d'origines hydrique (retrait) ou mécanique (fluage) sont localisées dans la matrice cimentaire. Les granulats contenus dans le béton s'opposent aux déformations visqueuses de la pâte, ce qui peut, réduire considérablement le retrait, selon le volume et la rigidité des granulats [Neville, 1996].

Lorsque le béton n'est pas soumis à des contraintes mécaniques, seules ont lieu des variations dimensionnelles libres qui sont les déformations thermiques  $\epsilon_{th}$ , les déformations dues à l'hydratation du matériau (chimique et endogène) et les déformations dues au séchage.

Lorsque des contraintes mécaniques sont appliquées sur le matériau, les déformations sont divisées en déformations élastiques (module d'Young), fluage propre, fluage de dessiccation (dû au séchage).

Tous ces phénomènes sont résumés sur la Figure I.1-33.

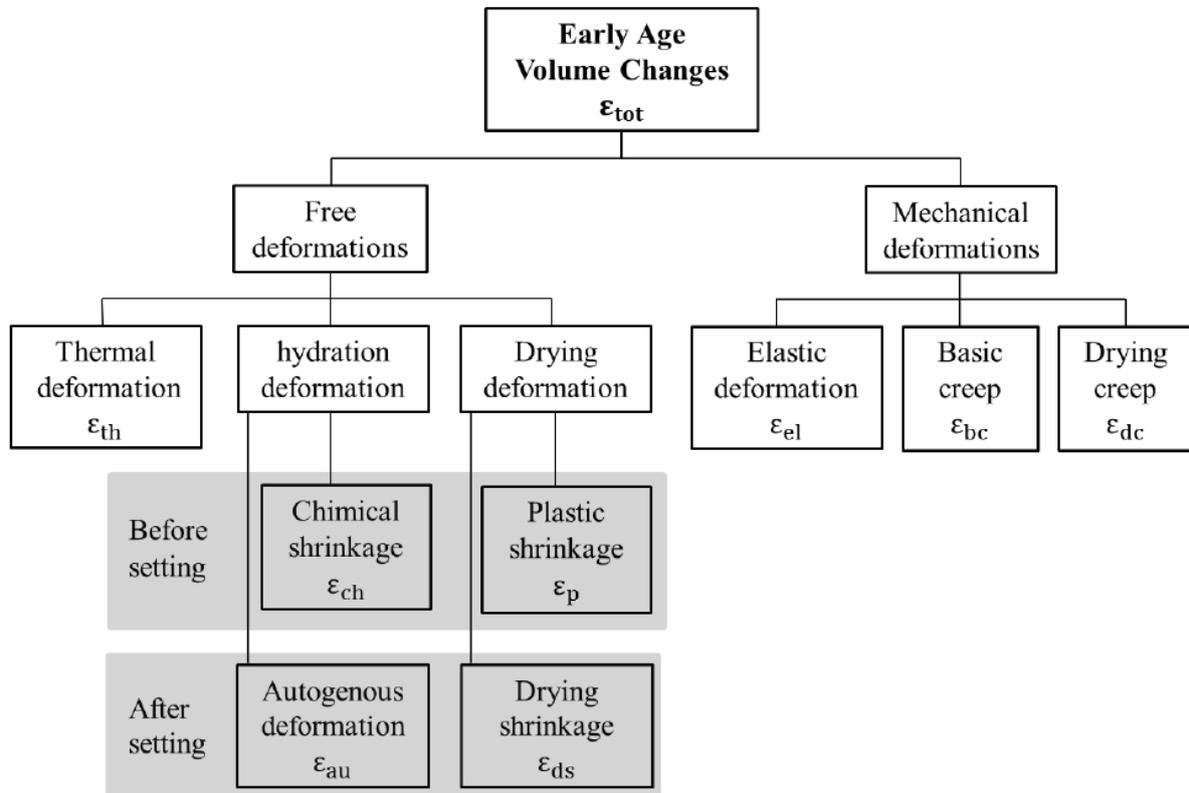


Figure I.1-33 : Schéma général des variations dimensionnelles [Delsaute, 2017].

Dans le cas du jeune âge, si on s'intéresse à des pièces massives et qu'on néglige l'effet du séchage, les déformations totales  $\varepsilon_{tot}$  peuvent être décomposées en la somme des déformations élastiques  $\varepsilon_{el}$ , du fluage propre  $\varepsilon_{bc}$ , du retrait endogène  $\varepsilon_{au}$  et des déformations thermiques  $\varepsilon_{th}$  (équation I.1-26).

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{bc} + \varepsilon_{au} + \varepsilon_{th} \quad \text{I.1-26}$$

#### I.1.3.4.1. Déformations libres

Au cours de l'hydratation du ciment, plusieurs types de retraits sont détectables comme détaillé sur la Figure I.1-35 [Briffaut, 2010, Dreux and Festa, 2002] :

- avant prise, le retrait plastique, dû à la perte d'eau par évaporation provoquée par une différence d'hygrométrie entre le cœur de la pièce et l'environnement. Ce retrait peut entraîner la formation de fissures et de crevasses en surface du matériau. Pour éviter cela, il est conseillé de protéger le béton d'une dessiccation précoce (cure),
- le retrait chimique (contraction de Le Chatelier), dû à la formation des hydrates qui ont un volume moins important que les anhydres et l'eau (10 % plus faible en moyenne). Il est à l'origine de la formation d'une porosité à l'intérieur du matériau une fois le squelette formé,
- après prise, le retrait endogène ou l'auto-dessiccation, due à la formation des hydrates qui consomment l'eau, ce qui entraîne une diminution de l'humidité relative du milieu et donc une contraction du matériau sans qu'il y ait échange d'eau avec l'extérieur. Le

retrait endogène est la conséquence de la contraction de Le Châtelier. Il est dû au développement des tensions capillaires lié à l'autodessiccation de la pâte de ciment suite à son hydratation. Le retrait endogène n'apparaît donc que lorsque l'hygrométrie est inférieure à 100 %. Le rapport E/C pilote donc le retrait endogène : il augmente inversement au rapport E/C. En effet, comme l'ont montré Yssorche et Ollivier sur la Figure I.1-34, plus ce rapport est faible, plus l'autodessiccation est intense et plus le retrait qui en résulte l'est également [Yssorche Cubaynes and Ollivier, 1999].

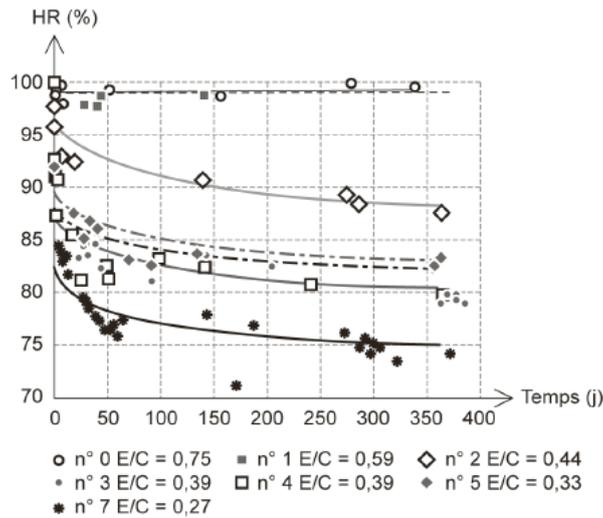


Figure I.1-34 : Mise en évidence de l'autodessiccation du béton [Yssorche Cubaynes and Ollivier, 1999].

A noter que le retrait endogène peut être compensé par le gonflement lors de la formation de certains produits d'hydratation comme l'ettringite ou la Portlandite,

- la déformation thermique, de durée relativement courte, qui est conséquence de l'hydratation qui va entraîner un gonflement pendant la phase de montée en température puis une contraction lors du refroidissement. D'après plusieurs auteurs, le coefficient de dilatation (CDT)  $\alpha_c$  est rapidement constant avec le temps. En effet, avant la prise le matériau possède un CDT proche de celui d'un liquide ( $100-200 \mu\text{m}\cdot\text{m}^{-1}\cdot^\circ\text{C}^{-1}$ ) puis, en quelques heures, celui-ci se stabilise autour de  $10 \mu\text{m}\cdot\text{m}^{-1}\cdot^\circ\text{C}^{-1}$  [Delsaute, 2017, Laplante and Boulay, 1994] alors on obtient l'équation I.1-27 [Briffaut, et al., 2012] :

$$\dot{\epsilon}_{th} = \alpha_c \cdot \dot{T} \quad \text{I.1-27}$$

- le retrait de dessiccation, dû au séchage naturel du matériau, qui ne sera pas pris en compte dans notre étude.

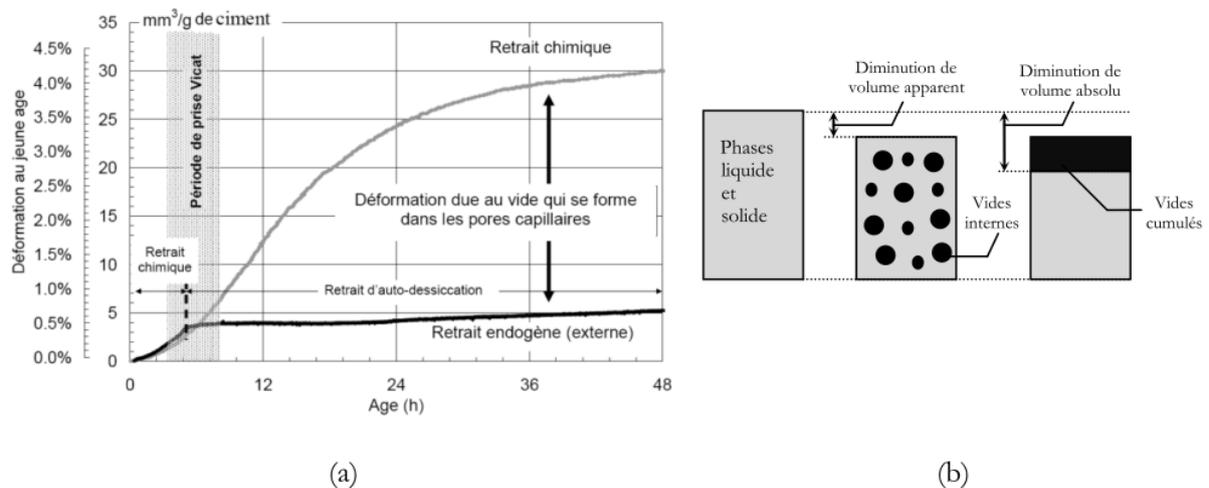


Figure I.1-35 : Schémas récapitulatifs des différents types de retrait (a) et des volumes apparent et absolu (b) [Briffaut, 2010].

Les déformations dues au retrait peuvent induire des risques de fissuration (selon les conditions aux limites des pièces, retrait gêné par exemple). L'augmentation de la résistance du béton en traction est vaine pour limiter les risques de fissuration, car pour cela, le rapport E/C est diminué et donc le retrait endogène ainsi que ses effets croissent encore plus vite [d'Aloia-Schwartzentruber and Torrenti, 2014].

La technique de mesure du retrait endogène est détaillée dans la partie III.1.3.2 du chapitre III.

#### I.1.3.4.2. Déformations d'origine mécanique

Lorsque le matériau est soumis à un chargement, celui-ci subit des déformations différées appelées fluage. Il existe deux types de fluage [Pons and Torrenti, 2008] :

- le fluage propre ou fluage endogène : c'est la part supplémentaire de déformation du béton sous charge lorsqu'il n'échange pas d'eau avec l'extérieur. Les origines physiques du fluage sont toujours discutées : on citera par exemple à court terme un fluage dû à la redistribution par diffusion de l'eau libre et physisorbée dans l'espace capillaire et à plus long terme un fluage qui serait dû à la structure des hydrates (glissements de feuillets par microdiffusion de l'eau, réarrangements du solide, dissolutions puis reformations des hydrates). Plusieurs résultats expérimentaux montrent que le fluage propre peut être modélisé, y compris au jeune âge, par une relation du type cf. équation I.1-28 [Delsaute, 2017, Torrenti and Le Roy, 2017] :

$$\varepsilon_{bc} = \frac{\sigma}{C} \log \left( 1 + \frac{t - t_0}{\tau(t_0)} \right) \quad \text{I.1-28}$$

Avec :  $\sigma$  la contrainte appliquée à l'instant  $t_0$ ,

$t_0$  l'âge de chargement,

C une constante indépendante de  $t_0$ ,

$\tau$  un temps caractéristique dépendant de  $t_0$ .

- le fluage de dessiccation, qui n'existe que lorsque le matériau sèche sous charge : c'est le complément par rapport au fluage propre de la part de déformation due au chargement. Il n'est pas accessible directement par un essai unique, mais s'obtient par la relation reliant la déformation différée totale avec le retrait dessiccation, le retrait endogène et le fluage propre. Ce fluage pourrait correspondre à un couplage entre l'effet des pressions capillaires et la contrainte appliquée [Aili, 2017, Sellier, et al., 2016].

A noter que le fluage est proportionnel à la contrainte permanente appliquée tant que la contrainte reste inférieure à 30 à 40 % de la résistance du béton (fluage linéaire). En outre, plus le matériau vieillit, plus la déformation diminue. Les matériaux cimentaires sont donc des matériaux viscoélastiques linéaires vieillissants cf. Figure I.1-36 [Pons and Torrenti, 2008].

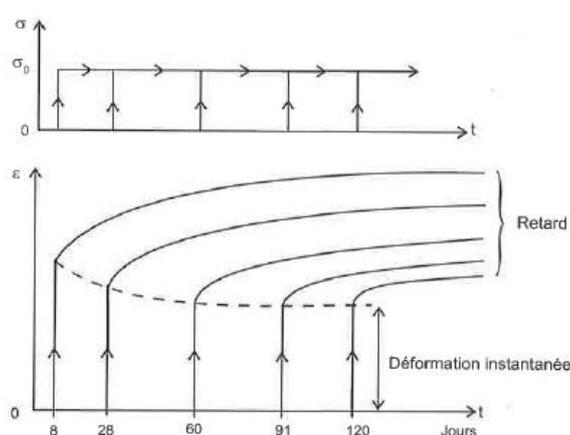


Figure I.1-36 : Echelons de contrainte de même intensité appliqués sur un même béton à des âges croissants [Pons and Torrenti, 2008].

Comme pour l'évolution du module d'Young, il est possible de relever des différences si l'essai de fluage est fait en compression ou en traction. Ceci peut être expliqué par :

- un couplage fissuration – fluage qui induit des fissures parallèles au chargement dans le cas de la compression et perpendiculaires dans le cas de la traction,
- une autodessiccation induite par cette fissuration,
- un retrait plus fort dans la direction du chargement en traction qu'en compression à cause de l'isotropie de l'endommagement dû à la fissuration [Atrushi, 2003, Rossi, et al., 2012].

Pour un chargement uniaxial à l'instant  $t_0$ , les déformations mécaniques uniaxiales sont exprimées en fonction de la complaisance  $J(t, t_0)$  du matériau selon l'équation I.1-29.

$$\varepsilon_{el}(t_0) + \varepsilon_{bc}(t, t_0) = \sigma \cdot J(t, t_0) = \sigma \cdot \left( \frac{1}{E(t_0)} + \frac{1}{C} \log \left( 1 + \frac{t - t_0}{\tau(t_0)} \right) \right) \quad \text{I.1-29}$$

Avec :  $J(t, t_0)$  la complaisance,  
 $t_0$  l'âge de chargement,  
 $E(t_0)$  le module d'Young du matériau.

Le fluage du béton peut aussi être modélisé à l'aide de modèles rhéologiques (combinaison de ressorts et d'amortisseurs). Afin de prendre en compte l'évolution du fluage au cours du temps, il est nécessaire de faire évoluer les constantes de ces ressorts et amortisseurs. Ainsi, de Schutter modélise le fluage par une chaîne Kelvin-Voigt où les coefficients du ressort et l'amortisseur évoluent selon le degré d'hydratation du béton [De Schutter, 2004]. Cependant l'utilisation de ce modèle est limitée au jeune âge. Benboudjema et Torrenti ont généralisé ce modèle avec la mise en série de plusieurs chaînes de Kelvin-Voigt, où les caractéristiques des ressorts et amortisseurs évoluent en fonction du degré d'hydratation [Benboudjema and Torrenti, 2008]. Enfin, Delsaute a développé un autre modèle où plusieurs chaînes Kelvin-Voigt sont placées en série [Delsaute, 2017].

Briffaut retient une modélisation prenant en compte plusieurs chaînes de Kelvin-Voigt vieillissantes en série selon l'équation I.1-30 [Briffaut, 2010] :

$$\tau_{bc}^i \dot{\varepsilon}_{bc}^i + \left( \tau_{bc}^i \frac{k_{bc}^i(\xi)}{k_{bc}^i(\xi)} + 1 \right) \varepsilon_{bc}^i = \frac{\dot{\sigma}}{k_{bc}^i(\xi)} \quad \text{I.1-30}$$

Avec :  $\tau_{bc}^i = \frac{\eta_{bc}^i}{k_{bc}^i}$  le temps caractéristique constant (s),  
 $k_{bc}^i(\xi)$  la rigidité du ressort  $i$ , croissante en fonction du degré d'hydratation ( $\text{N.m}^{-1}$ ),  
 $\eta_{bc}^i(\xi)$  la viscosité de l'amortisseur  $i$  ( $\text{N.m}^{-1}.\text{s}$ ),  
 $\dot{\sigma}$  la contrainte appliquée ( $\text{N.mm}^{-2}$ ),  
 $\varepsilon_{bc}^i$  la déformation de fluage ( $\mu\text{m.m}^{-1}$ ).

Reprenant l'idée proposée par de Schutter [De Schutter, 2004], on fait généralement l'hypothèse que la rigidité de la chaîne Kelvin-Voigt et la viscosité de l'amortisseur évoluent de la même manière, i.e. que les temps caractéristiques  $\tau_{bc}^i$  sont constants [Benboudjema and Torrenti, 2008, Briffaut, 2010], par exemple avec une relation du type :

$$k_{bc}^i(\xi) = k_{bc,\infty}^i \frac{0,473}{2,081 - 1,608\bar{\xi}} \bar{\xi}^{0,62} \quad \text{I.1-31}$$

Avec :  $k_{bc,\infty}^i$  la rigidité atteinte à la fin de l'hydratation,  
 $\bar{\xi} = \left\langle \frac{\xi - \xi_0}{\xi_\infty - \xi_0} \right\rangle_+$

## I.1.4. Degré d'hydratation et paramètres influents

### I.1.4.1. Evolution du degré d'hydratation

Comme l'ont montré les paragraphes précédents (I.1.2.1.1), l'hydratation du ciment se fait selon plusieurs réactions. La considération d'une seule réaction à travers le degré d'hydratation permet de simplifier les choses. En effet, celui-ci permet à la fois de caractériser l'évolution de la réaction d'hydratation et du matériau au cours du temps. Il peut être défini comme le rapport massique à un instant  $t$  du ciment hydraté sur le ciment initialement anhydre. Il existe plusieurs techniques indirectes pour suivre l'évolution du degré d'hydratation du ciment, soit par mesure du flux de chaleur dégagé (calorimètre de Langavant, calorimètre QAB, microcalorimétrie), soit par suivi de la consommation d'eau (DSC, ATG) soit par suivi des propriétés mécaniques [Briffaut, 2010]. Ici ne seront détaillés que les calculs du degré d'hydratation à partir de la mesure de chaleur d'hydratation, de résistance mécanique en compression et du degré d'hydratation final.

#### I.1.4.1.1. Evolution du degré d'hydratation à partir du flux de chaleur dégagé

Etant donné que la quantité de chaleur dégagée correspond à l'hydratation du ciment, il est possible de calculer le degré d'hydratation  $\xi(t)$  selon le rapport quantité de chaleur au temps  $t$   $Q(t)$  et chaleur totale à la fin de la réaction  $Q_\infty$  et le degré d'hydratation à la fin de la réaction  $\xi_\infty$  selon l'équation I.1-32 :

$$\xi(t) = \xi_\infty \cdot \frac{Q(t)}{Q_\infty} \quad \text{I.1-32}$$

Même si  $Q_\infty$  est en général surestimée par extrapolation de la courbe de dégagement de chaleur, la mesure de la quantité de chaleur dégagée au cours de la réaction peut aussi être suivie par calorimètre de Langavant, calorimètre QAB, ou microcalorimétrie.

On peut estimer la chaleur à l'infini selon l'équation I.1-33 :

$$Q = Q_\infty \cdot \exp\left(-\left(\frac{t}{\tau}\right)^\beta\right) \quad \text{I.1-33}$$

Avec :  $Q_\infty$  la chaleur d'hydratation à l'infini ( $\text{J.kg}^{-1}$ ),  
 $\tau$  le temps caractéristique (h),  
 $\beta$  une puissance.

La chaleur totale peut être estimée à partir des chaleurs massiques de chaque phase selon l'équation I.1-34 [Briffaut, 2010] :

$$Q_c = \sum_{i=\text{phases}} (\varphi_i q_i) \quad \text{I.1-34}$$

Avec :  $Q_c$  la chaleur massique d'hydratation du ciment ( $\text{J.kg}^{-1}$ ),  
 $\varphi$  le pourcentage massique de chacune des phases,  
 $q_i$  la chaleur massique de la phase  $i$ .

Les valeurs des chaleurs massiques des phases du ciment obtenues par mesures directes sont données dans le Tableau I.1-4.

#### **I.1.4.1.2. Evolution du degré d'hydratation à partir de la résistance en compression ou du module d'Young**

De Schutter propose une relation entre le degré d'hydratation et la résistance en compression du béton en considérant un seuil de percolation mécanique en deçà duquel la résistance est nulle cf. équation I.1-18 dans la partie I.1.3.2 [De Schutter and Taerwe, 1996]. A noter qu'il existe une relation similaire pour l'évolution du module d'Young cf. équation I.1-23 dans la partie I.1.3.3.

#### **I.1.4.1.3. Le degré d'hydratation final**

Pour un temps théorique infini et un rapport E/C supérieur à 0,43 [Powers and Brownyard, 1946-1947], le degré d'hydratation du ciment est censé être égal à 1, mais étant donné qu'il se forme une couche d'hydrates sur les grains anhydres, les réactifs ont de plus en plus de mal à passer à travers elle, ce qui limite la poursuite de l'hydratation. D'après Waller, il est possible d'estimer le degré d'hydratation final selon l'équation empirique I.1-35 [Waller, 1999] :

$$\xi_{\infty} = 1 - e^{-3,3e/c} \quad \text{I.1-35}$$

#### **I.1.4.2. Paramètres influant sur la réactivité du ciment**

##### **I.1.4.2.1. Influence de la température**

L'hydratation du ciment est un phénomène exothermique et thermo-activé. L'élévation de la température au cours de l'hydratation accélère la prise du ciment. Il est possible de relier le degré d'hydratation à la température grâce à une loi d'Arrhenius selon l'équation I.1-36 [Arrhénius, 1915, Verbeck, 1960] :

$$\dot{\xi} = \tilde{A}(\xi) \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad \text{I.1-36}$$

Avec :  $\dot{\xi}$  la dérivée du degré d'hydratation ( $s^{-1}$ ),  
 $\xi$  le degré d'hydratation,  
 $\tilde{A}(\xi)$  l'affinité chimique  
 $E_a$  l'énergie d'activation ( $J.mol^{-1}$ ),  
 $R$  la constante des gaz parfaits ( $8,314 J.mol^{-1}.K^{-1}$ ),  
 $T$  la température (K).

Selon la phase du clinker ou le type d'addition ajoutée, la température a plus ou moins d'effet sur l'évolution du degré d'hydratation, i.e. une énergie d'activation unique est certainement une simplification.

A partir de l'équation I.1-36, il est possible de définir un temps équivalent avec l'équation I.1-37 :

$$t_{eq}(t) = \int_{s=0}^{s=t} \exp \left[ \frac{E_a}{R} \left( \frac{1}{T(20)} - \frac{1}{T(s)} \right) \right] ds \quad \text{I.1-37}$$

Ce temps équivalent représente la maturité que le béton aurait eu s'il avait été conservé à la température référence T(20) égale à 293 K en général.

#### I.1.4.2.2. Valeurs d'énergie d'activation

Plusieurs auteurs se sont penchés sur le calcul de l'énergie d'activation à partir de plusieurs historiques thermiques différents.

Freiesleben-Hansen et Pedersen ont montré que pour une température supérieure à 20 °C, l'énergie d'activation est constante et qu'en dessous de cette température, il y existe une relation linéaire entre l'énergie d'activation et la température selon l'équation I.1-38 [Freiesleben-Hansen and Pedersen, 1977] :

$$E(\theta) = 33,5 \text{ kJ.mol}^{-1} \quad \text{I.1-38}$$

$$E_a(\theta) = 33,5 + 1,47(20 - \theta) \text{ kJ.mol}^{-1}$$

Van Breugel quant à lui, indique que pour des essais réalisés sur des ciments type CEM I à CEM IV, l'énergie d'activation varie selon la composition du ciment – teneur en C3S, de la température et du degré d'hydratation selon l'équation I.1-39 [Van Breugel, 1991] :

$$E_a(\theta, \xi, \%C3S) = 76. \xi. \exp \left( - \left( 2,52.10^{-11}. \%C3S^{6,15} + 0,025. \theta^3 \right) \right) \quad \text{I.1-39}$$

Jonasson propose l'équation I.1-40 pour calculer l'énergie d'activation du ciment selon la température [Jonasson, 1994].

$$E_a = 47,4. \left( \frac{30}{\theta + 10} \right)^{0,54} \quad \text{I.1-40}$$

Pour Kjellsen et al., les valeurs de l'énergie d'activation sont à peu près constantes de l'ordre de 47 kJ.mol<sup>-1</sup> pour  $\xi$  compris entre 0,2 et 0,3, et ensuite elles décroissent jusqu'à atteindre 10 kJ.mol<sup>-1</sup> pour  $\xi = 0,7$  [Kjellsen and Detwiler, 1992]. Ils l'expliquent par la variation du processus d'hydratation : nucléation et germination jusqu'à  $\xi = 0,3$ , puis diffusion à travers la couche d'hydrates.

#### I.1.4.2.3. Influence des phases

Kishi et Maekawa ont proposé différentes valeurs d'énergie d'activation pour les quatre phases majoritaires du ciment cf. Tableau I.1-5, ce qui, en connaissant la composition rend possible de remonter à l'énergie d'activation globale du matériau [Kishi and Maekawa, 1994].

Phase	C3S	C2S	C3A	C4AF
$E_a/R$ (K)	6000	3000	6500	3000

Tableau I.1-5 : Valeur des énergies d'activation des constituants du ciment [Kishi and Maekawa, 1994].

Schindler a procédé à un plan d'expériences très complet. Grâce à ses résultats, l'énergie d'activation peut être calculée de manière empirique à partir de l'équation I.1-41 [Riding, et al., 2011] :

$$\begin{aligned}
E_a = & 39200 + 1069000[(C3A) \cdot p_{ciment} \cdot (CaSO_4 \cdot xH_2O + K_2SO_4) \cdot p_{ciment}] \\
& - 12,2 \cdot Blaine + 12400 \cdot p_{FlyAsh} \cdot p_{CaO-FlyAsh} \\
& + 12000 \cdot p_{GGBFS} - 53300 \cdot p_{SF} - 3020000 \cdot WRRET \\
& - 343000 \cdot ACCL
\end{aligned}
\tag{I.1-41}$$

Avec :  $p_{ciment}$  le pourcentage total de ciment contenu dans le matériau,  
 $p_{FlyAsh}$  le pourcentage total de cendres volantes contenu dans le matériau,  
 $p_{CaO-FlyAsh}$  le pourcentage total de chaux libre contenu dans le matériau,  
 $p_{GGBFS}$  le pourcentage total de laitier contenu dans le matériau,  
 $p_{SF}$  le pourcentage total de fumée de silice contenu dans le matériau,  
Blaine la surface spécifique du ciment ( $m^2 \cdot g^{-1}$ ),  
C3A le pourcentage d'aluminates dans le ciment,  
 $CaSO_4 \cdot xH_2O$  la somme des pourcentages massiques de gypse, hemihydrate, et anhydrite  
contenus dans le matériau,  
 $K_2SO_4$  le pourcentage massique d'arcanite contenu dans le matériau,  
WRRET le pourcentage de réducteur d'eau/retardateur type A et D dans le matériau ASTM,  
ACCL le pourcentage d'accélérateur de prise calcium-nitrate type C dans le matériau ASTM.

Enfin, Maage indique que la présence de pouzzolanes dans le ciment augmente l'énergie d'activation de celui-ci jusqu'à atteindre  $84 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$  [Maage, 1986].

Il faut enfin noter que l'on détermine l'affinité chimique  $A(\xi)$  à partir d'une énergie d'activation  $E_a$  donnée. Une variation de celle-ci n'entraîne pas d'erreurs importantes sur la prévision de la chaleur dégagée si  $A(\xi)$  est ajustée par rapport à cette variation [Briffaut, et al., 2012].

#### I.1.4.2.4. Couplage entre les phases

Au contact de l'eau, toutes les phases anhydres ne sont pas aussi réactives les unes que les autres : les sulfates alcalins sont les plus solubles puis le C3A réagit plus vite que le C3S et le C2S. Le C2S et le C4AF ont des réactivités similaires. De plus la présence d'ions dans le réseau cristallin de ces phases peut influencer sur la réactivité du ciment.

Les aluminates présents dans le ciment sont très réactifs lors de la mise en contact avec l'eau ce qui peut entraîner une prise rapide liée à la précipitation des hydroaluminates de calcium. Cela provoque un raidissement de la pâte et des résistances mécaniques faibles. Pour éviter cela, il est nécessaire d'ajouter du sulfate de calcium sous forme de gypse, hémihydrate ou anhydrite, ce qui permet de former de l'ettringite plutôt que les hydroaluminates de calcium. Généralement, il n'est ajouté que 5% massique par rapport au clinker pour que l'ettringite ne se forme qu'à partir du C3A.

Byfors indique que la vitesse d'hydratation du ciment augmente avec la quantité de C3S, C3A, gypse et alcalins, avec un optimum pour le gypse [Byfors, 1980].

D'après Minard, lors de l'hydratation d'un ciment Portland, le mélange des phases C3S-C2S-C3A-C4AF influe sur la réactivité totale. Plus la concentration en hydroxyde de calcium est grande dans la solution, plus l'hydratation du C3S démarre lentement mais le taux de réaction à partir duquel la réaction ralentit est plus élevé [Minard, 2003]. Contrairement au C3S, la réactivité du C3A ne varie

pas avec la concentration en Portlandite. C'est plutôt la vitesse de dissolution du C3A qui va limiter sa réactivité. Lors de la dissolution du C3A, des AFm en très faible quantité et mal cristallisés se forment en premier lieu et ne semblent pas disparaître malgré la formation d'ettringite par la suite. Ils consomment environ 30 % de C3A et la quantité précipitée ne varie pas avec le pourcentage de sulfates présents mais la taille des cristaux de C3A. De plus, la présence de C3A aurait des effets différents sur l'hydratation du C3S selon la quantité introduite. Ainsi et comme il est possible de le voir sur la Figure I.1-37, pour des faibles quantités de C3A, l'hydratation de l'alite est ralentie (95% C3S – 5% C3A), alors que pour des quantités plus importantes de C3A ajoutées, le degré d'hydratation de l'alite à une échéance donnée augmente avec le pourcentage de C3A [Minard, 2003].

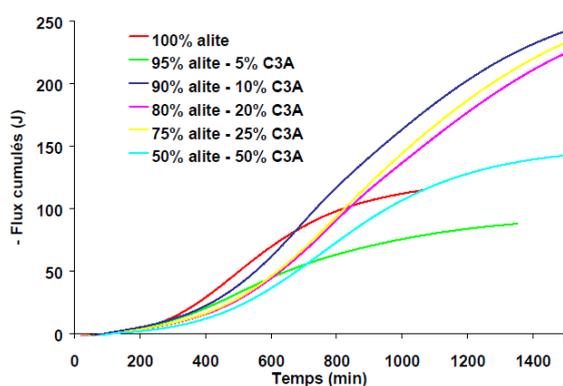


Figure I.1-37 : Quantités de chaleur dégagées lors de l'hydratation de mélanges (C3S-C3A) de différents pourcentages massiques dans l'eau auxquelles la contribution initiale due à l'hydratation du C3A a été retirée, L/S = 0,5, 25 °C. Les quantités de chaleur sont exprimées pour 1 gramme d'alite.

D'après Minard, la présence d'ions sulfate et d'hydrates issus de l'hydratation du C3S – principalement la Portlandite – ralentit la vitesse d'hydratation du C3A. Cependant, une fois l'hydratation du C3A débutée, les AFt formés offrent une surface de croissance supplémentaire qui favorise le développement des C-S-H formés lors de l'hydratation du C3S.

#### I.1.4.2.5. Influence de la finesse des anhydres

Plus la surface spécifique des particules est élevée plus celles-ci sont réactives, c'est-à-dire que plus les particules d'anhydres sont petites, plus la dissolution est rapide et la sursaturation de la solution atteinte rapidement. De ce fait, les hydrates sont formés plus vite suite aux réactions d'hydratation avec de petites particules [Costoya Fernandez, 2008]. Ainsi, le degré d'hydratation est plus avancé pour une granulométrie fine et le temps de prise est raccourci par rapport à celui d'un ciment à granulométrie grossière, développant donc plus précocement une montée des résistances mécaniques et un ralentissement des réactions suite à la domination plus rapide des réactions par la diffusion des espèces [Bentz, et al., 1999, Costoya Fernandez, 2008]. La distribution granulaire du matériau joue aussi un rôle sur sa réactivité et ses propriétés à l'état frais ainsi que lors du durcissement [Bentz, 2010, Bentz, et al., 1999]. La distribution granulaire du ciment n'est pas la seule à prendre en considération : celle des ajouts affecte aussi la réactivité avec un effet filler et un effet réactif [Lothenbach, et al., 2011, Schöler, et al., 2017]. Villagran-Zaccardi et al. indiquent que la distribution granulaire des SCMs influence particulièrement la réactivité des aluminates de calcium par effet filler [Villagran-Zaccardi, et al., 2016].

Il est à noter qu'avec une granulométrie plus fine des anhydres, et donc une surface spécifique plus grande, il faudra ajouter plus d'eau pour que toutes les surfaces soient mouillées et puissent réagir [Hewlett, 1998]. Pour combler la porosité d'un ciment grossier, le degré d'hydratation doit être plus avancé. Ce comblement de la porosité capillaire implique un dessèchement des pores et donc une contraction volumique du ciment durci [Bentz, et al., 1999]. Il est donc possible de conclure qu'étant donné que la porosité capillaire est comblée moins rapidement pour un ciment grossier, l'humidité relative et la contraction volumique de ce ciment seront moins importantes à un temps donné, mais équivalentes pour un même degré d'hydratation. De plus, pour un même degré d'hydratation, plus les grains anhydres sont gros, plus la couche d'hydrates formée sera épaisse. En effet, la surface disponible pour la précipitation des hydrates étant plus faible, les germes de C-S-H auront tendance à se déposer les uns sur les autres, perpendiculairement à la surface et non parallèlement.

Par ailleurs, étant donné que les réactions de dissolution/précipitation sont plus rapides avec les petites particules, la chaleur d'hydratation commence à être dégagée plus tôt et sur un temps plus court qu'avec de grosses particules (Figure I.1-38 et Figure I.1-39). Ainsi, même si les réactions sont moins avancées, le faible dégagement de chaleur des ciments grossiers peut être vu comme un avantage pour tous les problèmes liés à l'échauffement des structures [Costoya Fernandez, 2008].

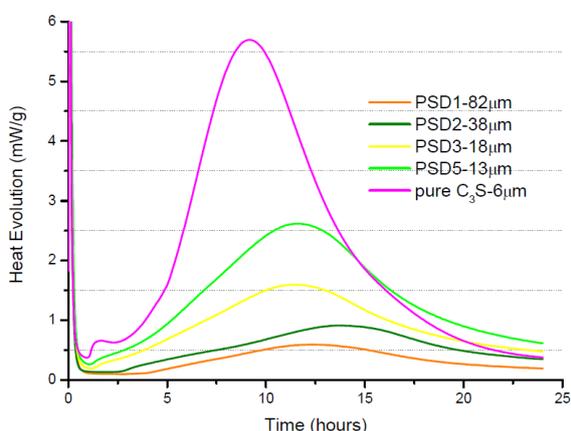


Figure I.1-38 : Courbes microcalorimétriques du flux de chaleur de pâtes d'alite de différentes tailles, hydratées avec E/C=0,4 [Costoya Fernandez, 2008].

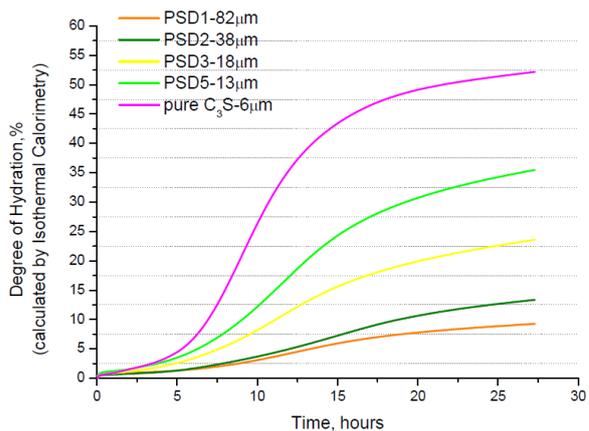


Figure I.1-39 : Evolution du degré d'hydratation calculé par microcalorimétrie de pâtes d'alite de différentes tailles, hydratées avec E/C=0,4 [Costoya Fernandez, 2008].

L'évolution du flux de chaleur selon la surface spécifique des particules anhydres est quasi linéaire, avec un niveau initial à atteindre avant que la période dormante ne prenne fin, relié à la taille des particules [Costoya Fernandez, 2008] (Figure I.1-40 et Figure I.1-41). De plus, la période d'induction est plus longue avec de grosses particules anhydres. Ceci peut être expliqué par le fait qu'il faut atteindre une certaine valeur de sursaturation de la solution et de germes de C-S-H précipités pour que la période d'induction prenne fin et que l'hydratation s'accélère [Bentz and Garboczi, 1991].

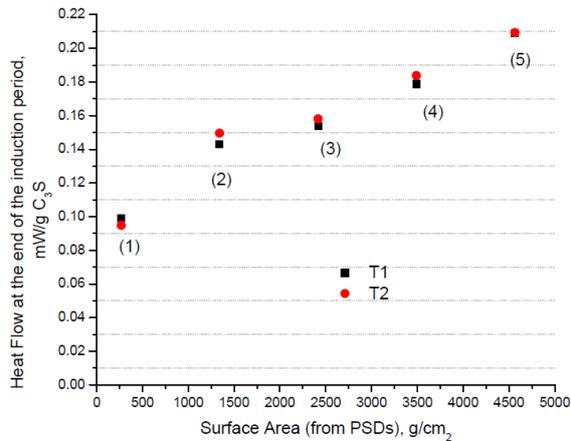


Figure I.1-40 : Flux de chaleur à la fin de la période d'induction en fonction de la surface spécifique pour les mélanges 100 % PSD-82  $\mu$  (1) ; 75 % PSD-82  $\mu$  + 25 % PSD-13  $\mu$  (2) ; 50 % PSD-82  $\mu$  + 50 % PSD-13  $\mu$  (3) ; 25 % PSD-82  $\mu$  + 75 % PSD-13  $\mu$  (4) ; 100 % PSD-13  $\mu$  [Costoya Fernandez, 2008].

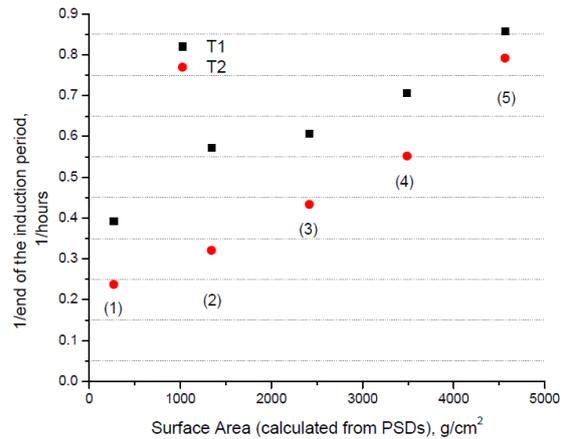


Figure I.1-41 : Fin de la période d'induction pour différentes tailles de particules en fonction de la surface spécifique pour les mélanges 100 % PSD-82  $\mu$  (1) ; 75 % PSD-82  $\mu$  + 25 % PSD-13  $\mu$  (2) ; 50 % PSD-82  $\mu$  + 50 % PSD-13  $\mu$  (3) ; 25 % PSD-82  $\mu$  + 75 % PSD-13  $\mu$  (4) ; 100 % PSD-13  $\mu$  [Costoya Fernandez, 2008].

La fin de la période d'induction correspond à la précipitation massive des hydrates suite à l'atteinte de la sursaturation de la solution par rapport à la Portlandite.

#### I.1.4.2.6. Influence du rapport E/C

Lorsque le rapport E/C diminue, les réactions d'hydratation sont plus rapides. En effet, les grains anhydres étant moins dilués en solution, il faut moins de temps pour atteindre le degré de sursaturation dans la solution interstitielle par rapport aux hydrosilicates de calcium suite à la dissolution de ces grains [Hu, et al., 2014].

Cette réactivité plus faible à fort rapport E/C implique un dégagement de chaleur un peu moins important au jeune âge et légèrement plus étalé dans le temps par rapport à un faible E/C (Figure I.1-42).

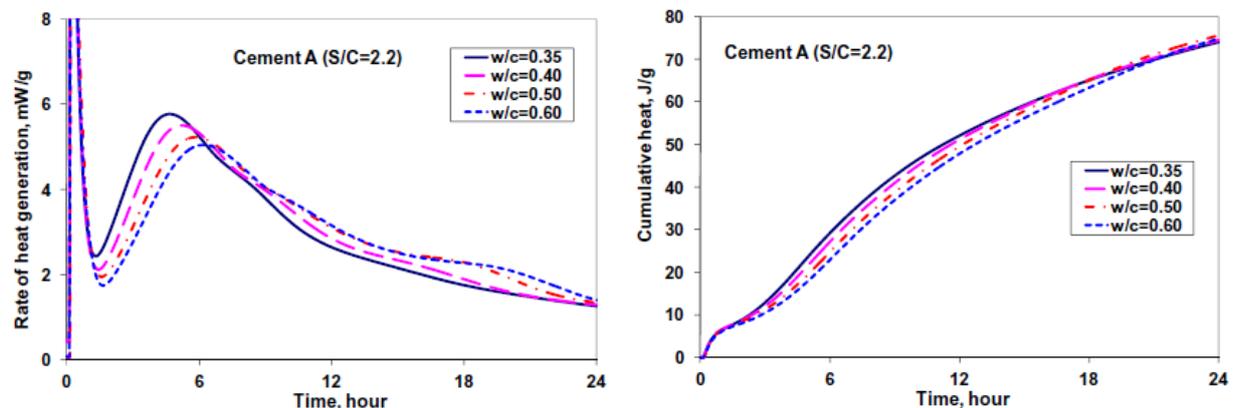


Figure I.1-42 : Evolution du flux de chaleur et de la chaleur cumulée d'un ciment en fonction du temps [Hu, et al., 2014].

De plus, si le rapport E/C est limité, alors la valeur de  $\xi_{\infty}$  diminue, et donc  $Q_{\infty}$  également.

### I.1.4.2.7. Influence des ajouts

#### I.1.4.2.7.1 Ajout de laitier

Berodier démontre que plus le pourcentage de laitier augmente, plus la quantité de chaleur totale par gramme de ciment dégagée augmente cf. **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** Il est possible de remarquer que la quantité de chaleur dégagée tend à stagner malgré le pourcentage croissant de laitier. Ceci s'explique par la diminution de la quantité de ciment lorsque la quantité de laitier croît. Ainsi, moins de Portlandite est disponible pour activer le laitier.

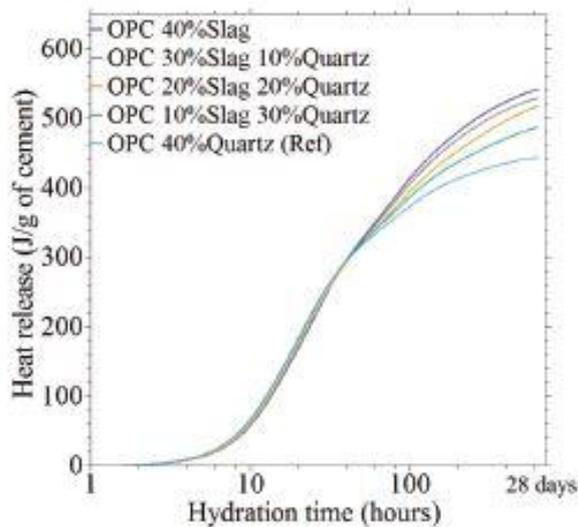


Figure I.1-43 : Courbes de chaleur totale dégagée lors de l'hydratation d'un ciment contenant des pourcentages croissants de laitier [Berodier, 2015].

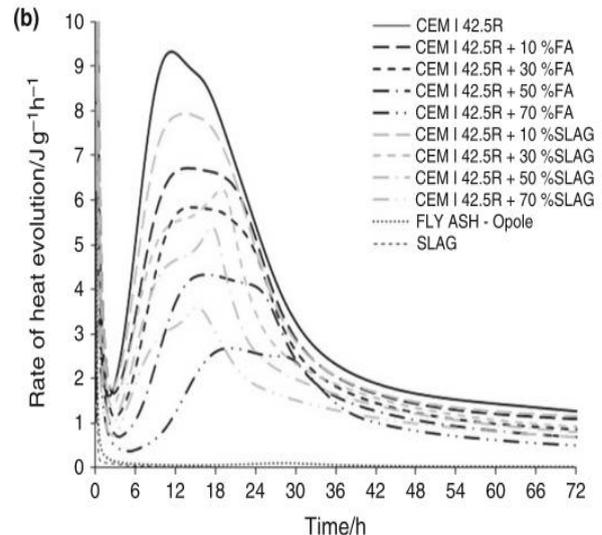


Figure I.1-44 : Evolution du flux de chaleur mesuré par microcalorimétrie isotherme à 20 °C pour différents ciments contenant du laitier ou des cendres volantes [Klemczak and Batog, 2016].

Pour Han et al. et Klemczak et Batog, l'augmentation de la quantité de laitier accroît la durée de la période dormante et diminue l'exothermie du pic principal d'hydratation à cause de l'adsorption des ions de calcium à sa surface et de sa plus faible réactivité par rapport au clinker [Han, et al., 2017, Klemczak and Batog, 2016].

#### I.1.4.2.7.2 Ajout de cendres volantes

Han et al. indiquent que la présence de cendres volantes dans le ciment retarde le début d'hydratation de celui-ci avec l'adsorption d'ions calcium à la surface des grains de cendres volantes : la période dormante est donc plus longue comparée à un ciment contenant moins de cendres volantes ou du quartz cf. Figure I.1-45. Ils montrent également que la quantité totale de chaleur dégagée diminue avec l'augmentation de la quantité de cendres volantes ce qui s'explique par la plus lente réactivité des cendres par rapport au clinker cf. Figure I.1-46 : plus la quantité de clinker diminue, moins il y a de Portlandite formée nécessaire pour activer les cendres volantes.

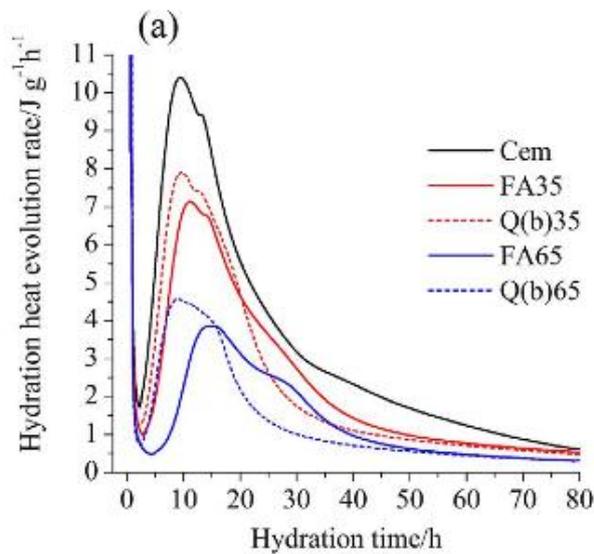


Figure I.1-45 : Flux de chaleur mesuré lors de l'hydratation de ciment contenant deux pourcentages de cendres volantes ou de quartz [Han, et al., 2017].

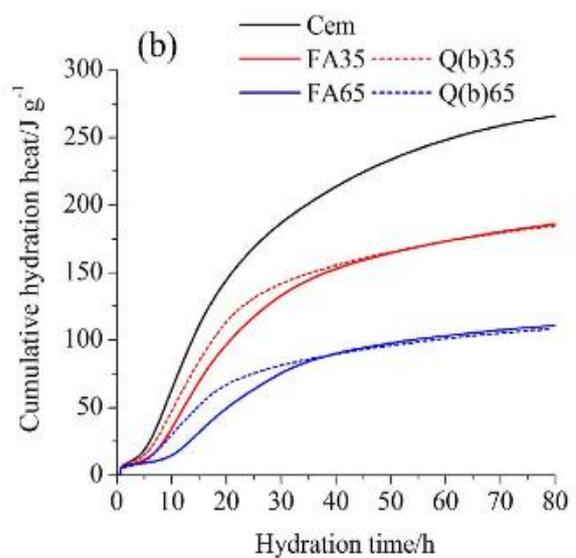


Figure I.1-46 : Chaleur totale mesurée lors de l'hydratation de ciment contenant deux pourcentages de cendres volantes ou de quartz [Han, et al., 2017].

#### I.1.4.2.7.3 Ajout de fumée de silice

Kadri et Duval montrent que l'utilisation de fumée de silice dans le ciment accélère de 10 % les réactions d'hydratation, en raccourcissant la période dormante cf. Figure I.1-47. De plus, la quantité totale de chaleur dégagée est croissante avec le rapport eau sur liant total et présente un optimum selon le pourcentage de fumée de silice utilisé. En effet, après une certaine quantité de fumée de silice ajoutée, le clinker est dilué et moins de Portlandite nécessaire à l'hydratation de la fumée de silice est formée [Kadri and Duval, 2009].

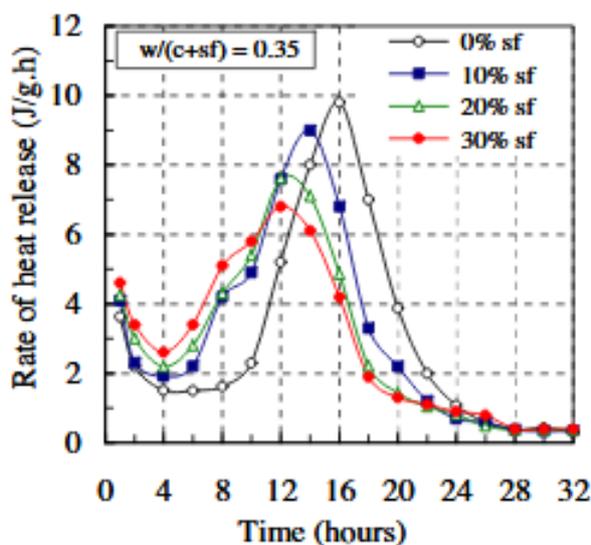


Figure I.1-47 : Evolution du flux de chaleur pour différents pourcentages de fumée de silice contenus dans le ciment [Kadri and Duval, 2009].

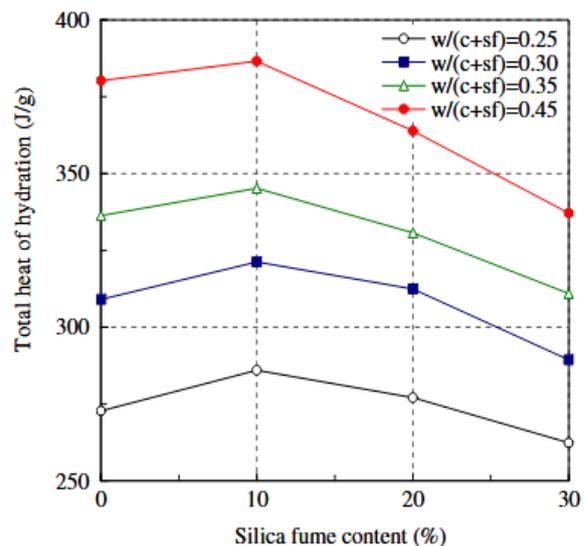


Figure I.1-48 : Evolution de la chaleur totale dégagée après 10 jours pour différents pourcentages de fumée de silice dans le ciment [Kadri and Duval, 2009].

#### I.1.4.2.7.4 Ajout de filler

En plus de fournir une surface de nucléation supplémentaire aux hydrates, l'ajout de particules non réactives permet de diminuer la distance interparticulaire, ce qui accélère l'hydratation. Ceci peut être expliqué par une plus petite distance à parcourir lors de la diffusion des espèces à travers la solution interstitielle ou mécaniquement par une percolation plus rapide du système [Berodier and Scrivener, 2014].

#### I.1.4.2.8. Influence du régulateur de prise

Il faut un minimum de sulfates dans le ciment pour éviter le phénomène de prise éclair dû à la formation des AFm [Hewlett, 1998].

Généralement, il est réalisé pour chaque ciment un optimum de sulfatage. Celui-ci correspond à une échéance donnée, au passage par un maximum des résistances en compression selon le taux de sulfates. La présence de cet optimum est dû à un effet cinétique [Lerch, 1946].

L'hypothèse cinétique suppose qu'il y a un optimum de sulfatage lorsqu'il y a une simultanéité entre le pic d'accélération d'hydratation des silicates et le pic de dissolution des aluminates/précipitation des AFm suite à la consommation des sulfates.

D'après Kocaba, plus le pourcentage de gypse augmente dans un ciment au laitier, plus le pic caractéristique de l'hydratation du C3A relevé par microcalorimétrie isotherme est décalé dans le temps cf. Figure I.1-49 [Kocaba, 2009]. Ceci est expliqué par l'effet du gypse sur le ciment et non sur le laitier.

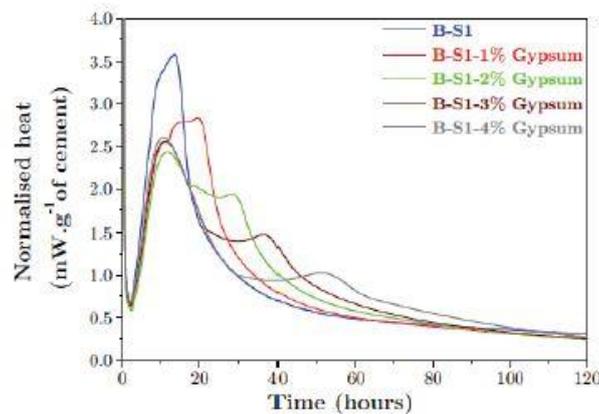


Figure I.1-49 : Effet du pourcentage croissant de gypse dans un ciment contenant 40% de laitier, sur le pic de C3A [Kocaba, 2009].

## I.1.5. Modélisation de l'hydratation

### I.1.5.1. Modélisation isotherme de l'hydratation

#### I.1.5.1.1. Modèles microscopiques

Il existe des modèles 3D à l'échelle microscopique pour décrire l'hydratation du ciment et la formation de la microstructure au cours du temps. Les plus connus sont celui de Maekawa et al. (DUCOM)[Maekawa, et al., 1999], de Van Breugel (HYDROSTRUC) [Van Breugel, 1997], de l'EPFL ( $\mu$ IC) [Bishnoi and Scrivener, 2009] ou du NIST (CEMHYD3D) développé par Bentz [Bentz, 2000] et basé sur le modèle de Knudsen [Knudsen, 1984].

Ces modèles sont capables de prédire correctement certaines propriétés physico-chimiques et mécaniques mais ils demandent un grand potentiel informatique disponible pour diminuer au maximum les temps de calculs déjà longs, même pour des pâtes de ciments.

#### I.1.5.1.2. Modèles macroscopiques

Il existe des modèles empiriques qui décrivent le degré d'hydratation en fonction du temps. Etant donné le caractère isotherme du modèle, la thermo-activation des phénomènes d'hydratation du ciment n'est pas prise en compte [Gutteridge and Dalziel, 1990, Gutteridge and Dalziel, 1990].

Le degré d'hydratation de la phase  $i$  peut être calculé selon l'équation isotherme d'Avrami I.1-42 [Avrami, 1939] :

$$\alpha_i = 1 - \exp(-a_i(t - b_i)^{c_i}) \quad \text{I.1-42}$$

Ces modèles sont simples et rapides mais ils ne prennent pas en compte la finesse du ciment, les interactions entre les différentes phases ou l'effet de la température.

### I.1.5.2. Modélisation avec une température variable

Il est possible de prendre en compte l'effet de la température sur les réactions d'hydratation, grâce à la loi d'Arrhénius.

#### I.1.5.2.1. Modèles thermo-chimiques et affinité chimique

A partir de la loi d'Arrhénius cf. équation I.1-36, on définit l'affinité chimique comme dans l'équation I.1-43 [Torrenti and Benboudjema, 2005] :

$$\tilde{A}(\xi) = \frac{d\xi}{dt} \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad \text{I.1-43}$$

Avec :  $\tilde{A}(\xi)$  l'affinité chimique normalisée,  
 $\xi$  le degré d'hydratation,  
 $E_a$  l'énergie d'activation ( $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$ ),  
 $R$  la constante des gaz parfaits ( $8,314 \text{ J}\cdot(\text{mol}\cdot\text{K})^{-1}$ ),  
 $T$  la température (K).

A noter que cette relation est établie empiriquement à partir de systèmes homogènes ne comprenant qu'une seule réaction. Pour les matériaux cimentaires, il faut donc considérer une énergie d'activation globale pour le matériau.

Il existe différentes méthodes pour obtenir l'affinité chimique selon le degré d'hydratation : soit à partir de mesure de calorimètre adiabatique ou semi-adiabatique, soit à partir des mesures de résistance en compression comme l'ont montré Ulm et Coussy [Ulm and Coussy, 1998].

L'équation de conservation de la chaleur se simplifie en condition adiabatique et devient :

$$C \frac{\partial T_{ad}}{\partial t} = \dot{Q} \text{ avec } \dot{Q} = Q_{\infty} \tilde{A}(t) \exp\left(-\frac{E_a}{RT_{ad}}\right) \quad \text{I.1-44}$$

Avec :  $Q$  la quantité de chaleur ( $\text{J.m}^{-3}$ ),  
 $C$  la capacité thermique volumique ( $\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ ),  
 $Q_{\infty}$  la chaleur totale dégagée en fin de réaction ( $Q_{\infty} = Q(t = \infty)$ ) ( $\text{J.m}^{-3}$ ),  
 $\xi$  le degré d'hydratation,  
 $\tilde{A}(\xi)$  l'affinité chimique normalisée,  
 $E_a$  l'énergie d'activation ( $\text{J.mol}^{-1}$ ),  
 $R$  la constante des gaz parfaits ( $8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ),  
 $T_{ad}$  la température adiabatique (K).

L'affinité chimique s'écrit donc sous la forme I.1-46 et avec l'équation I.1-46, il est possible d'en déduire  $\tilde{A}(\xi)$  :

$$\tilde{A}(t) = \frac{\rho C}{Q_{\infty}} \frac{\partial T_{ad}}{\partial t} \exp\left(-\frac{E_a}{RT_{ad}}\right) \quad \text{I.1-45}$$

$$\xi(t) = \frac{Q(t)}{Q_{\infty}} \cdot \xi_{\infty} \quad \text{I.1-46}$$

### I.1.5.2.2. Application des modèles aux liants composés

Waller et de Schutter ont mis au point des modèles permettant de prendre en compte l'ajout d'autres réactifs en plus du ciment Portland [Waller, 1999] [De Schutter, 2004].

Le modèle développé par Buffo-Laccarière est plus complet car il prend en compte la multiplicité des phases en conditions environnementales réelles à partir du suivi de la quantité de chaux dans le milieu [Buffo-Laccarière, 2007]. En effet, la cinétique de réaction des additions est liée à la fois à la quantité de chaux dans le milieu et à la consommation d'eau par chaque réaction ce qui permet la prise en compte du couplage des réactions. La variation de la teneur en eau induit une prise en considération du retrait de séchage et endogène lors des réactions, ce qui permet de prédire le comportement physico-chimique au jeune âge des structures en conditions réelles. Le degré d'hydratation, le teneur en eau et la température obtenus grâce au modèle d'hydratation sont ensuite injectés dans le modèle mécanique dans le but de prédire les déformations et les contraintes. Les déformations d'origine hydrique sont

ensuite calculées à partir de la contrainte générée par la dépression capillaire due à la variation de la teneur en eau. Un modèle rhéologique est utilisé pour le comportement non linéaire du béton et le risque de fissuration est évalué avec un modèle d'endommagement anisotrope.

### **I.1.6. Conclusion**

Dans cette partie, un passage en revue des réactions d'hydratation mises en jeu dans les ciments type Portland ou contenant des ajouts inertes ou réactifs ont été détaillées. L'effet des phases du ciment et des ajouts dans le ciment, ainsi que de certains paramètres tels que la température, la finesse du ciment et le rapport E/C a été abordé. Enfin, l'évolution des propriétés mécaniques et thermiques et les différents modèles existants ont été détaillés.

Cette revue bibliographique a mis en évidence l'effet de la composition du ciment – clinker et ajout sur l'hydratation et les propriétés du matériau obtenu. La quantité croissante de C2S et de C3A au détriment du C3S et C4AF dans le ciment augmente la chaleur dégagée. Cependant, le C3A affecte l'état frais du ciment et le développement des propriétés mécaniques de celui-ci au jeune âge. La substitution du clinker par un ajout affecte aussi le dégagement de chaleur et les résistances mécaniques : l'utilisation de laitier ou de cendres volantes diminue la quantité de chaleur émise et ralentit le développement des résistances mécaniques étant donné leur réactivité lente alors que la fumée de silice, en plus de son effet filler, accélère les réactions d'hydratation ce qui a pour effet d'accroître la chaleur totale dégagée et les résistances mécaniques. Ces ajouts affectent aussi l'état frais du matériau selon leurs finesses et surface de grains. On constate aussi un effet de la finesse sur la réactivité du ciment. En effet, plus les grains sont petits, plus la dissolution de ceux-ci est rapide et le dégagement de chaleur important ce qui entraîne une prise et un développement des résistances mécaniques plus rapides. A signaler que la finesse des phases anhydres a aussi pour effet de modifier la structure des hydrates formés, même si ce point ne sera pas étudié par la suite. Afin d'éviter le phénomène de fausse prise du ciment, il est usuel d'utiliser un régulateur de prise pour lequel il existe un optimum par rapport à l'évolution des résistances mécaniques. Cela a également un effet sur le flux thermique émis au cours de l'hydratation. L'augmentation du rapport E/C implique une dilution de la pâte, ce qui affecte le temps de prise du matériau et ses caractéristiques au jeune âge. Enfin, le changement de la température de cure touche la cinétique de réaction du matériau à travers l'énergie d'activation des matériaux utilisés.

Cependant, un certain nombre de points reste sans réponse tels que l'interaction entre les phases du clinker et l'ajout, l'effet du régulateur de prise sur les différentes phases du clinker et de l'ajout lors de l'hydratation avec le développement ou non de nouvelles phases minéralogiques, et à quel moment de l'hydratation ces phases apparaissent. La distribution granulométrique est également peu prise en considération par rapport au diamètre médian et son effet sur les propriétés du ciment de l'état frais au durcissement. Il serait intéressant de pouvoir prédire les caractéristiques du matériau à partir de sa composition initiale.

Par rapport à la problématique de l'augmentation de la température lors de l'hydratation du ciment, pouvant entraîner des risques de réaction sulfatique interne, il est décidé de fabriquer et caractériser des ciments à échelle industrielle afin d'étudier l'influence de la finesse et la composition cimentaire, avec les différentes phases du clinker, le type et la quantité d'ajout et la quantité de régulateur de prise.

De manière à travailler dans les mêmes conditions, l'effet du rapport E/C ne sera pas étudié. L'effet de la température de cure ne sera testé que pour certains ciments.

## **I.2. Fabrication et caractérisation des ciments à l'étude**

Suite au manque de connaissances mis en évidence dans le paragraphe précédent, il est décidé d'orienter cette première partie de l'étude vers l'influence de la finesse du ciment, de la quantité d'anhydrite et du type et pourcentage d'ajout sur la thermomécanique du ciment au jeune âge.

Afin d'étudier le maximum de paramètres qui influencent la chaleur d'hydratation - la composition du clinker, la composition et le pourcentage d'ajout, le pourcentage de régulateur de prise, la finesse ainsi que la distribution granulométrique, ou la température - il est décidé d'utiliser la méthode des plans d'expériences qui permet de limiter le nombre d'essais.

De ce fait, dans un même clinker, un ajout « non réactif » de type filler calcaire et un ajout « réactif » de type laitier seront utilisés afin de comparer leurs effets sur la chaleur dégagée ainsi que les propriétés mécaniques obtenues. Par ailleurs, afin d'étudier l'influence du C3A qui est la phase la plus exothermique du clinker et qui affecte le jeune âge du matériau, deux types de clinker avec différents pourcentages de C3A, fabriqués dans des usines Vicat, seront utilisés avec les ajouts : le clinker de Xeuilley contenant 7 % de C3A et un clinker de St-Égrève contenant 0 % de C3A. Les deux clinkers sont des clinkers fabriqués de manière industrielle en cimenterie.

Cette partie se divise en deux : la démarche de formulation à partir des plans d'expériences puis la fabrication des ciments.

### **I.2.1. Méthode des plans d'expériences**

#### **I.2.1.1. Introduction**

En effet, la méthodologie des plans d'expériences regroupe des méthodes et des outils statistiques qui permettent ainsi de :

- choisir une stratégie expérimentale, avec une organisation optimale des expériences, afin d'atteindre les objectifs fixés, tout en limitant le nombre d'essais total à réaliser ainsi que ceux faits au hasard et donc les coûts financiers,
- interpréter les informations obtenues en leur associant un niveau de confiance quant aux conclusions dégagées,
- réutiliser les expériences réalisées ultérieurement dans l'expérimentation, permettant ainsi une acquisition séquentielle des savoirs.

Ainsi, cela permettra en un minimum de temps et d'argent, d'étudier l'influence de manière systématique de différents paramètres sur les caractéristiques physico-chimiques du ciment.

## I.2.1.2. Construction d'une stratégie expérimentale

### I.2.1.2.1. Définition des objectifs

Selon l'avancement de l'étude, les objectifs varient depuis :

- le criblage, pour identifier et hiérarchiser les facteurs qui influent sur un phénomène inconnu,
- l'étude des effets et interactions, pour évaluer l'effet des facteurs et souligner les interactions possibles,
- l'étude des surfaces de réponses, pour établir un modèle prévisionnel afin de décrire le phénomène étudié selon le niveau des facteurs sur l'ensemble du domaine expérimental,
- jusqu'à l'optimisation multi-critères, sur le domaine d'étude un ensemble de réponses caractérisant le phénomène étudié.

### I.2.1.2.2. Définition des facteurs, du domaine expérimental et des réponses

Comme le montre la Figure I.2-1, le but de l'étude est de trouver une relation de cause à effet c'est-à-dire le modèle entre certains paramètres qui influent sur le comportement du système i.e. les facteurs et d'autres paramètres qui caractérisent le résultat obtenu i.e. les réponses [Cau Dit Coumes, 2007].

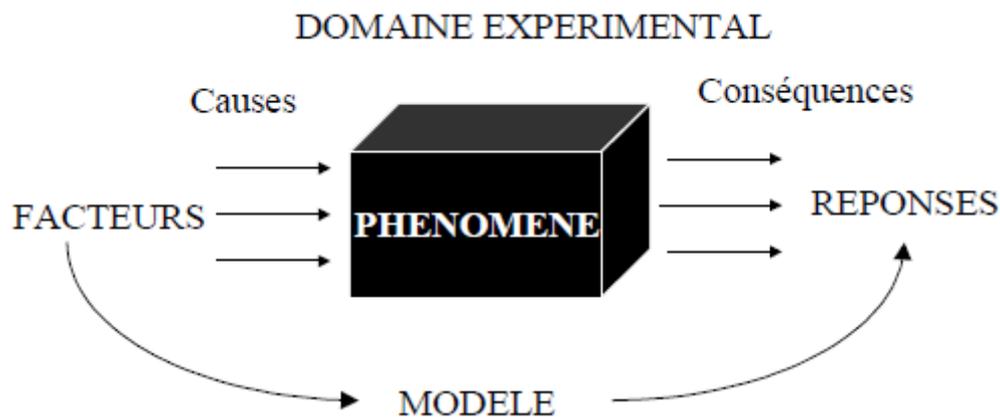


Figure I.2-1 : Définition des facteurs, du domaine expérimental et des réponses [Cau Dit Coumes, 2007].

Il existe différentes catégories selon lesquelles peuvent être classés les facteurs :

- les facteurs dont l'influence est étudiée et qui varient dans le domaine défini,
- les facteurs dont le niveau est constant tout au long des essais i.e. le lot de clinker, l'opérateur...
- les facteurs de bruit contrôlables i.e. le changement de lot de clinker ou d'opérateur dont l'effet de ces facteurs pourra être minimisé selon une organisation favorable des expériences,
- les facteurs de bruits non contrôlables qui participeront à l'erreur expérimentale.

La variable réelle ou facteur peut prendre plusieurs valeurs ou niveaux dans le domaine d'étude restreint, continu ou discontinu. C'est l'union de tous ces domaines qui donne le domaine expérimental d'intérêt.

Les réponses expérimentales, généralement continues, peuvent être à la fois le résultat d'expériences et de simulations numériques.

### I.2.1.2.3. Choix d'un modèle

Les modèles reliant la réponse  $\eta$  et les niveaux  $x_i$  des facteurs  $X_i$  sont généralement des polynômes étant donné leur simplicité et la possibilité d'augmenter rapidement leur degré cf. Tableau I.2-1.

Objectif	Modèle possible
Criblage	$\eta = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i$
Etude des effets et interactions d'ordre 1	$\eta = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k \beta_{ij} x_i x_j$
Etude des effets et interactions d'ordre 1 et 2	$\eta = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^{k-2} \sum_{j=i+1}^{k-1} \sum_{l=j+1}^k \beta_{ijl} x_i x_j x_l$
Etude des surfaces de réponses	$\eta = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2$

Tableau I.2-1 : Sélection du modèle selon les objectifs de l'étude [Cau Dit Coumes, 2007].

A noter que ces modèles doivent fournir une estimation de qualité pour chaque point du domaine lorsqu'il s'agit d'étude des surfaces de réponse.

### I.2.1.2.4. Choix de la matrice d'expérience

Afin d'estimer les coefficients du modèle, il est nécessaire de réaliser des essais, dont la localisation dans le domaine d'étude doit être réfléchi avec précision. En effet, cela a une importance sur la prédiction du modèle, et ce principalement pour une étude de surface de réponse.

Sous forme matricielle, pour N expériences, p coefficients estimés dans le modèle et k facteurs étudiés, le modèle s'écrit selon l'équation I.2-1 :

$$\eta = X \cdot \beta \tag{I.2-1}$$

Avec :  $\eta$  le vecteur colonne (Nx1) des réponses vraies,  
 $X$  la matrice (Nxp) du modèle,  
 $\beta$  le vecteur colonne (px1) des coefficients du modèle à estimer.

Or, expérimentalement, la mesure des réponses vraies  $\eta_i$  comprend une erreur  $\varepsilon_i$ . Cette erreur correspond à la différence entre la valeur mesurée expérimentalement et celle obtenue par la modélisation. De ce fait, on note le vecteur Y (Nx1) des réponses mesurées expérimentalement comme étant la somme du vecteur  $\eta$  et du vecteur colonne  $\varepsilon$  (Nx1) des résidus, qui donne l'équation I.2-2 :

$$Y = X \cdot \beta + \varepsilon \quad \text{I.2-2}$$

Il est supposé que l'erreur  $\varepsilon_i$  est une variable aléatoire distribuée selon une loi normale centrée autour de zéro et de variance  $\sigma^2$ . De plus, l'espérance mathématique de la réponse mesurée  $y_i$  est  $\eta_i$ .

Le but est donc de calculer le vecteur  $\beta$ , avec la plus faible erreur de modélisation. Le critère des moindres carrés se traduit donc par l'équation I.2-3.

$$\|\varepsilon\|^2 = \|Y - X \cdot \beta\|^2 \quad \text{I.2-3}$$

Pour cela, on cherche à trouver  $\varepsilon$  tel que l'équation I.2-4 :

$$\frac{\partial \varepsilon' \varepsilon}{\partial \beta} = 0 \quad \text{I.2-4}$$

Il est donc possible d'en déduire l'expression connue de B, par la méthode des moindres carrés (pseudo-inverse de Moore-Penrose) selon l'équation I.2-5 lorsque le nombre d'expériences N est supérieur au nombre de coefficients p à estimer, et que la matrice  $(X'X)$  est inversible :

$$B = (X'X)^{-1}X'Y \quad \text{I.2-5}$$

Avec : B un estimateur non biaisé de  $\beta$ ,  
 $X'X$  la matrice d'information,  
 $(X'X)^{-1}$  la matrice de dispersion.

La matrice de variance ou covariance de B est donc définie comme suit par l'équation I.2-6 :

$$\text{Var } B = (X'X)^{-1}\sigma^2 \quad \text{I.2-6}$$

Il est possible de remarquer que la variance d'un estimateur ne dépend pas des résultats des expériences mais seulement :

- de la variance de l'erreur expérimentale  $\sigma^2$ ,
- des éléments de la matrice de dispersion  $(X'X)^{-1}$ , et donc de la structure de la matrice d'expérience et de la forme analytique du modèle.

Pour un modèle prévisionnel, la réponse calculée au point A de coordonnées  $\{x_{A1}, x_{A2}, \dots, x_{Ak}\}$  vérifie l'équation I.2-7 :

$$\hat{y} = x_A \cdot B \quad \text{I.2-7}$$

Avec :  $x_A$  le vecteur (1xp) du modèle au point A.

La variance de prévision au point A dépend en plus des paramètres déjà cités précédemment des coordonnées du point A.

La qualité de la prévision est donc indépendante de la valeur des coefficients du modèle et donc du résultat des expériences.

### **I.2.1.3. Réalisation des expériences**

Les expériences à réaliser, obtenues à partir de la matrice d'expérience, sont préférablement réalisées de façon aléatoire, c'est-à-dire sans suivre la variation croissante d'un paramètre, afin d'éviter la génération de facteurs de bruits.

### **I.2.1.4. Calcul des coefficients du modèle et validation de ce dernier**

C'est grâce à une régression multilinéaire que sont estimés les coefficients du modèle à partir des valeurs de réponses mesurées. Il faut ensuite valider le modèle, étape essentielle lorsqu'il s'agit d'une étude de surfaces de réponses. Deux choix sont possibles : soit le nombre d'expériences est égal ou voisin du nombre de coefficients à estimer dans le modèle et dans ce cas il faut réaliser des points tests pour validation. Soit, le nombre d'expériences est supérieur au nombre de coefficients à estimer et dans ce cas, il suffit de faire une analyse de variance pour valider le modèle.

### **I.2.1.5. Interprétation des résultats**

Pour interpréter de façon correcte les résultats, il y a plusieurs choses à regarder telles que :

- la significativité des estimations des coefficients du modèle dans le cas d'un criblage ou d'une étude des effets et interactions,
- l'évolution de la réponse calculée avec le modèle sur l'ensemble du domaine expérimental dans le cas d'une étude des surfaces de réponses.

Cau dit Coumes a synthétisé dans le Tableau I.2-2 les différents outils à utiliser pour analyser les résultats selon l'objectif de départ [Cau Dit Coumes, 2007].

Objectif	Outils utilisés
Criblage	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Approche de Lenth : recherche des facteurs actifs par comparaison des estimations <math>b_i</math> à un pseudo écart-type</li> <li>- Diagramme de Pareto : évaluation de la contribution de chacun des facteurs à la variation de la réponse</li> </ul>
Criblage, étude des effets et interactions	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Test de Student : calcul de la probabilité que le coefficient <math>\beta_i</math> ou <math>\beta_{ij}</math> soit nul (nécessite de disposer de points répétés)</li> <li>- Diagramme des effets et interactions : visualisation graphique, pour chaque coefficient, du résultat du test d'hypothèse <math>E(b_i)=\beta_i=0</math> au niveau de confiance de 95 %</li> <li>- Tracé de la droite de Henry : mise en évidence graphique des coefficients dont la distribution de probabilités s'écarte d'une loi centrée autour de zéro</li> <li>- Analyse bayésienne : utilisation bayésienne pour évaluer la probabilité que <math>E(b_i)=\beta_i \neq 0</math></li> </ul>
Etude des effets et interactions	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Diagramme d'interactions : étude de l'influence de deux facteurs en interaction sur la réponse</li> </ul>
Etude des surfaces de réponses	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Graphe des résidus : recherche d'éventuels points aberrants</li> <li>- Test de Student : calcul de la probabilité que le coefficient <math>\beta_i</math>, <math>\beta_{ij}</math> ou <math>\beta_{ii}</math> soit nul</li> <li>- Tracé des projections des surfaces de réponses dans l'espace défini par les facteurs <math>X_i</math>, <math>X_j</math> et la réponse <math>Y</math></li> <li>- Tracé des courbes iso-réponse dans le plan défini par les facteurs <math>X_i</math> et <math>X_j</math></li> <li>- Analyse canonique : simplification de l'équation du modèle polynomial du 2<sup>ème</sup> degré par changement de repère pour en faciliter l'interprétation</li> <li>- Etude du chemin optimal : recherche de l'évolution de la réponse maximale (ou minimale) prévisionnelle en fonction de la distance <math>R</math> du centre du domaine, et de celle des coordonnées du point optimal de cette même distance <math>R</math></li> </ul>

Tableau I.2-2 : Outils d'aide à l'interprétation [Cau Dit Coumes, 2007].

### I.2.1.6. Sélection des paramètres à l'étude

Pour limiter le nombre d'expériences à réaliser tout en permettant une étude du système assez détaillée, il est choisi de faire varier 3 paramètres sur 3 niveaux par rapport aux manques mis en évidence dans l'état de l'art. Les paramètres sont la quantité d'ajout – filler calcaire ou laitier, la quantité d'anhydrite et la finesse du mélange clinker-anhydrite – diamètre médian égale à 9, 12 ou 15  $\mu\text{m}$ , avec différents clinkers préalablement choisis – avec ou sans C3A. Ces paramètres ont été choisis par rapport à leurs sens et effets physiques sur les propriétés des ciments.

#### I.2.1.6.1. Choix des clinkers

Le but principal de cette étude est de connaître l'influence de différents paramètres sur la chaleur d'hydratation et les risques de fissuration au jeune âge. Pour cela, il est décidé de prendre en compte l'influence du type de clinker. Les clinkers sont donc choisis au préalable selon leur concentration en C3A et  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ , leur utilisation dans les ouvrages d'art en béton et le risque potentiel de développement de RSI. Les valeurs n'étant pas continues, un plan d'expériences est réalisé pour chaque clinker choisi.

Le premier type de clinker choisi est le clinker de Xeuilley qui a un pourcentage relativement élevé de C3A (7 %) et des paramètres modérés par rapport aux alcalins et au taux de sulfates ( $0,7\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  et  $0,7\text{SO}_3$ ). Ce clinker sera noté C3A-7.

Le deuxième type de clinker sélectionné est le clinker C3A-0 Ultimat qui ne contient pas de C3A. Etant donné l'absence de C3A, ce clinker est sensé dégager moins de chaleur car il ne contient que du C4AF qui réagit plus lentement normalement. Ce clinker atypique est donc intéressant de par sa composition et son effet sur la chaleur d'hydratation et le comportement au jeune âge mais aussi pour mieux comprendre l'hydratation du C4AF.

#### **I.2.1.6.2. Choix des ajouts**

Il est décidé d'étudier l'influence de deux ajouts différents dans le ciment : soit un laitier de haut fourneau, soit un filler calcaire.

Les bornes des ajouts sont délimitées par celles contenues dans la norme NF EN 197-1 sur les ciments Portland CEM I, ciments Portland au laitier CEM II/A ou B-S, ciments Portland au calcaire CEM II/A ou B-L ou LL et ciments de haut fourneau CEM III/A ou B [AFNOR, 2012]. Ainsi, les valeurs de laitier varient entre 5 et 80 % et celles du filler entre 5 et 35 %.

A noter que le laitier sera ajouté dans les deux types de clinker alors que le filler ne sera ajouté que dans le clinker contenant 7 % de C3A. En effet, il est choisi de conserver le côté « noble » du clinker sans C3A et donc de ne pas « dégrader » ses propriétés en ajoutant un matériau non réactif tel que le filler calcaire.

Par ailleurs, la concentration en sulfates dans le ciment semble modifier la cinétique de prise du ciment. De ce fait, il est décidé de faire varier la quantité de sulfates présents, par ajout d'anhydrite, entre 3,85 et 7,85 %, et ce quel que soit le type de clinker utilisé. En effet, habituellement, il n'y a pas d'ajout de sulfates dans le ciment sans C3A. Cependant, afin d'avoir les mêmes bornes de variation du facteur anhydrite et d'étudier l'effet de l'anhydrite sur la réactivité du C4AF, il a été décidé d'ajouter de l'anhydrite pour les deux clinkers C3A-7 et C3A-0. L'utilisation de l'anhydrite plutôt que du gypse est un choix industriel, même si l'on sait qu'il existe des différences de comportement pour les ciments composés avec ces deux minéraux et ce, de manière plus accrue en présence de superplastifiant [Mardani-Aghabaglou, et al., 2016].

#### **I.2.1.6.3. Choix des finesses**

Comme on l'a vu dans l'analyse bibliographique, la finesse des particules de ciment influe sur la réactivité de celui-ci : plus les particules sont fines, plus la surface spécifique du ciment est importante et plus les réactions d'hydratation sont rapides et la chaleur dégagée au jeune âge est importante.

Il est donc décidé d'étudier l'influence de la finesse du ciment sur la chaleur totale dégagée durant l'hydratation du ciment. Cette finesse, entre 3000 et 5500  $\text{cm}^2\cdot\text{g}^{-1}$  au Blaine, est obtenue par co-broyage du clinker et des ajouts.

### **I.2.1.7. Définition du plan d'expériences**

Dans notre cas, et après étude des différents paramètres, il est décidé de réaliser trois plans d'expériences – un plan pour chaque couple clinker/ajout. Le pourcentage d'ajout, le pourcentage d'anhydrite et le diamètre médian du co-broyage clinker-anhydrite sont les 3 paramètres sélectionnés et varient sur 3 niveaux. La réalisation d'un plan fractionnaire de type carré latin est tout de suite écartée. En effet, notre but étant d'avoir des surfaces de réponses, ce type de plan fractionnaire a certes l'avantage de n'impliquer la fabrication que de 9 ciments ( $3^{3-1}$ ), mais son analyse ne permet d'avoir que les effets moyens des facteurs. Deux autres choix s'offrent à nous : réaliser un plan d'expériences complet -  $3^3$  donc 27 compositions de ciments – ou réaliser un plan d'expériences avec un nombre d'essais plus faible, mais permettant toujours l'obtention de surfaces de réponses comme les plans d'expériences type Box-Benhken (13), Hoke (14) ou composite (15). Le plan complet n'ayant pas été retenu dans un souci de gain de temps, notre choix s'est porté sur la matrice composite centrée car celle-ci a l'avantage de permettre l'estimation de 10 inconnues par équation avec seulement 15 ciments réalisés et d'avoir une fonction variance inférieure à un sur tout le domaine d'étude, même au sommet du cube ce qui induit une bonne qualité de prévision. De plus, elle est plus robuste aux potentiels points aberrants. Ainsi, la réalisation de 3 plans composites correspondant aux 3 familles de ciments (C3A-7\_LL ; C3A-7\_S et C3A-0\_S) conduit à la fabrication de plus de 45 ciments (3 fois 15 ciments plus les points de répétitions), produits en deux étapes : un co-broyage du clinker et de l'anhydrite sur broyeur pilote suivi d'un mélange avec l'ajout.

### **I.2.1.8. Nomenclature**

Afin de faciliter la lecture du mémoire et éviter de confondre les résultats, une nomenclature est adoptée. Elle reprend les trois paramètres sélectionnés dans les plans d'expériences et le type de clinker utilisé. Chaque échantillon portera un nom comme suit :

CK\_%ajout\_%A\_finesse

Cette nomenclature se divise comme suit :

- CK correspond au type de clinker utilisé et sera donc remplacé par C3A-7 pour le clinker avec 7 % de C3A et C3A-0 pour le clinker sans C3A,
- %ajout correspond au pourcentage de l'ajout et sera donc remplacé par le pourcentage ajouté suivi de la lettre S pour laitier ou LL pour filler calcaire,
- %A correspond au pourcentage d'anhydrite et sera donc remplacé par le pourcentage de l'anhydrite ajouté,
- finesse correspond au  $D_{50}$  cible du co-broyage clinker - anhydrite ( $\mu\text{m}$ ).

### **I.2.1.9. Compositions obtenues**

Suite à la sélection des bornes de travail pour les différents matériaux utilisés et au logiciel d'analyse des plans d'expériences JMP, les compositions obtenues sont référencées dans les tableaux ci-dessous. Les bornes de travail de l'anhydrite étaient fixées à 3,85 ; 5,85 et 7,85 % ce qui correspond en  $\text{SO}_3$  à des valeurs de 2,26 ; 3,44 et 4,62 %. Ces valeurs ont été choisies par rapport aux teneurs classiques de  $\text{SO}_3$  dans les ciments.

Les compositions sont détaillées dans le Tableau I.2-3 pour le filler calcaire comme ajout et le Tableau I.2-4 pour le laitier comme ajout. Comme indiqué précédemment, les compositions à réaliser avec le laitier sont communes aux deux types de clinker (C3A-7 et C3A-0) d'où la présence de CK au lieu de C3A-7 ou C3A-0 dans la dénomination. Dans les deux tableaux, la ligne colorée correspond au point de répétabilité fabriqué 4 fois. 600 kg de chaque ciment a été fabriqué à chaque fois.

Nom de l'échantillon	D <sub>50</sub> Clinker + CaSO <sub>4</sub> (µm)	Filler (%)	CaSO <sub>4</sub> (%)	Clinker (%)
C3A-7_5LL_3,85A_15	15,00	5,00	3,85	91,15
C3A-7_5LL_3,85A_9	9,00	5,00	3,85	91,15
C3A-7_20LL_3,85A_12	12,00	20,00	3,85	76,15
C3A-7_35LL_3,85A_15	15,00	35,00	3,85	61,15
C3A-7_35LL_3,85A_9	9,00	35,00	3,85	61,15
C3A-7_5LL_5,85A_12	12,00	5,00	5,85	89,15
C3A-7_20LL_5,85A_15	15,00	20,00	5,85	74,15
C3A-7_20LL_5,85A_12	12,00	20,00	5,85	74,15
C3A-7_20LL_5,85A_9	9,00	20,00	5,85	74,15
C3A-7_35LL_5,85A_12	12,00	35,00	5,85	59,15
C3A-7_5LL_7,85A_9	9,00	5,00	7,85	87,15
C3A-7_5LL_7,85A_15	15,00	5,00	7,85	87,15
C3A-7_20LL_7,85A_12	12,00	20,00	7,85	72,15
C3A-7_35LL_7,85A_9	9,00	35,00	7,85	57,15
C3A-7_35LL_7,85A_15	15,00	35,00	7,85	57,15

Tableau I.2-3 : Composition des mélanges à réaliser pour le plan d'expériences avec le filler calcaire comme ajout et le clinker C3A-7.

Nom de l'échantillon	D50 clinker + CaSO <sub>4</sub> (µm)	Laitier (%)	CaSO <sub>4</sub> (%)	Clinker (%)
CK_5S_3,85A_15	15,00	5,00	3,85	91,15
CK_5S_3,85A_9	9,00	5,00	3,85	91,15
CK_42,5S_3,85A_12	12,00	42,50	3,85	53,65
CK_80S_3,85A_15	15,00	80,00	3,85	16,15
CK_80S_3,85A_9	9,00	80,00	3,85	16,15
CK_5S_5,85A_12	12,00	5,00	5,85	89,15
CK_42,5S_5,85A_15	15,00	42,50	5,85	51,65
CK_42,5S_5,85A_12	12,00	42,50	5,85	51,65
CK_42,5S_5,85A_9	9,00	42,50	5,85	51,65
CK_80S_5,85A_12	12,00	80,00	5,85	14,15
CK_5S_7,85A_9	9,00	5,00	7,85	87,15
CK_5S_7,85A_15	15,00	5,00	7,85	87,15
CK_42,5S_7,85A_12	12,00	42,50	7,85	49,65
CK_80S_7,85A_15	15,00	80,00	7,85	12,15
CK_80S_7,85A_9	9,00	80,00	7,85	12,15

Tableau I.2-4 : Composition des mélanges à réaliser pour le plan d'expériences avec le laitier comme ajout et le clinker C3A-7 ou C3A-0.

## **I.2.2. Fabrication des ciments**

Il a été décidé d'utiliser deux techniques pour fabriquer ces ciments : une étape de co-broyage du clinker et de l'anhydrite donnant le pré-mélange au  $D_{50}$  ciblé, suivi d'une étape de mélange de l'ajout et du pré-mélange de façon à obtenir le ciment désiré. Ce choix a été fait pour plusieurs raisons : le broyage de tous les matériaux en même temps – clinker, anhydrite et ajout compris – aurait pu entraîner une pollution du broyeur et donc la nécessité de « rincer » le broyeur entre chaque changement d'ajout par le broyage de clinker seul. Cela aurait augmenté la quantité de matériaux à utiliser et donc les coûts de l'étude. De plus, tous ces matériaux ont des broyabilités différentes ce qui aurait pu rendre plus difficile l'atteinte du  $D_{50}$  cible. Enfin, la fabrication d'un pré-mélange suivi d'une étape de mélange permet un gain de temps : en même temps que le broyeur fonctionne, il est possible de finir de fabriquer les ciments avec le mélange de l'ajout.

A noter cependant que l'utilisation de plusieurs techniques pour fabriquer les ciments cumule les incertitudes. Le calcul des incertitudes total suite à la fabrication des ciments est présenté dans la partie I.2.2.5.

### **I.2.2.1. Techniques de caractérisation sur poudre**

Une fois le ciment obtenu, celui-ci est caractérisé selon différentes techniques chimiques ou minéralogiques décrites ci-dessous.

#### **I.2.2.1.1. Analyses chimiques**

##### **I.2.2.1.1.1 Fluorescence X (FX)**

La fluorescence X référence Bruker D4 est une technique permettant l'analyse élémentaire des éléments chimiques présents dans un matériau et la détermination de leur quantité respective. En effet, lorsque l'on bombarde de la matière avec des rayons X, la matière réémet de l'énergie sous la forme, entre autres, de rayons X ; c'est la fluorescence X, ou émission secondaire de rayons X. Le spectre des rayons X émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon, en analysant ce spectre, on peut en déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les concentrations massiques en éléments.

##### **I.2.2.1.1.2 Perte au feu**

Une mesure de la perte au feu à 950 °C est réalisée afin de connaître la quantité d'eau et de dioxyde de carbone combinées contenues dans l'échantillon [AFNOR, 2013]. Une fois le résultat obtenu, la valeur de la perte au feu permet de totaliser à 100 % en fraction massique, l'analyse d'oxydes dans le ciment réalisée par fluorescence X.

##### **I.2.2.1.1.3 Masse volumique**

La masse volumique des particules solides (masse volumique absolue) a été déterminée à l'aide d'un pycnomètre à hélium. L'appareil peut mesurer le volume des grains solides à partir de changements de pression de l'hélium en appliquant la loi des gaz parfaits :  $PV = nRT$ . En connaissant la masse de l'échantillon, la masse volumique absolue est déterminée par le rapport entre la masse des grains solides et leur volume.

#### I.2.2.1.1.4 Blaine

La finesse du ciment est mesurée sous forme de surface spécifique en observant le temps mis pour une quantité définie d'air pour traverser une couche de ciment compacté de dimensions et de porosités connues. Dans des conditions normalisées, la surface spécifique du ciment est proportionnelle à  $\sqrt{t}$  où  $t$  est le temps nécessaire à une quantité d'air donnée pour traverser la couche de ciment compacté.

A noter que cette technique d'analyse est plus comparative qu'absolue d'où la nécessité d'utiliser un échantillon de référence. Cette analyse Blaine peut être complétée par une analyse granulométrique laser. Par ailleurs, une analyse par BET peut aussi donner la surface spécifique du ciment analysé.

#### I.2.2.1.1.5 Mesure de la quantité de soufre total

L'échantillon est brûlé dans une atmosphère d'oxygène à des températures jusqu'à 1550 °C. Les gaz de combustion (CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, SO<sub>2</sub>) provenant du four passent d'abord à travers un filtre à poussières, puis dans la cellule infrarouge chauffée H<sub>2</sub>O. Après, la vapeur d'eau est absorbée chimiquement, les gaz CO<sub>2</sub> et SO<sub>2</sub> séchés sont détectés dans les cellules infrarouges supplémentaires. Dans notre cas, nous n'avons mesuré que la quantité de soufre total dans l'échantillon.

#### I.2.2.1.1.6 Mesure de la quantité d'ions sulfates par gravimétrie

Les ions sulfates, produits par la décomposition du ciment par l'acide chlorhydrique, sont précipités à un pH compris entre 1,0 et 1,5 par une solution de chlorure de baryum. La précipitation du sulfate de baryum est réalisée au point d'ébullition.

Le dosage est effectué par la méthode gravimétrique et le sulfate est exprimé sous forme de SO<sub>3</sub> grâce à la formule suivante I.2-8 [AFNOR, 2013] :

$$\%SO_3 = 100.0,343. \frac{m_{\text{calciné}} - m_{\text{creuset}}}{m_{\text{initiale}}} \quad \text{I.2-8}$$

Avec :  $m_{\text{calciné}}$  la masse du creuset et de l'échantillon après calcination,  
 $m_{\text{creuset}}$  la masse du creuset vide avant calcination,  
 $m_{\text{initiale}}$  la masse de ciment utilisée au départ (g).

#### I.2.2.1.1.7 Mesure de la quantité des sulfures par voie humide

Le ciment est décomposé par l'acide chlorhydrique en milieu réducteur. Les sulfures sont transformés en sulfure d'hydrogène. Celui-ci est entraîné par un courant gazeux dans une solution ammoniacale de sulfate de zinc. La quantité de sulfure de zinc précipité est déterminée par iodométrie [AFNOR, 2013].

### I.2.2.1.2. Analyses minéralogiques

#### I.2.2.1.2.1 Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique consiste à mesurer la distribution en taille des particules. Celle-ci est réalisée avec un granulomètre laser Malvern Instrument. Placée dans un réceptacle contenant un liquide dispersant et traversé par un faisceau laser, les particules diffractent le laser. Plus les particules sont petites, plus l'angle de diffraction est grand et inversement. C'est cet angle de diffraction qui est mesuré et grâce à la théorie de Mie, il est possible d'en déduire la distribution des particules.

La théorie de Mie est généralement utilisée pour des particules de petite taille (<100 µm) et nécessite des propriétés optiques de la poudre analysée et du liquide dispersant. Pour les matériaux cimentaires, l'isopropanol est utilisé comme liquide dispersant, grâce à ses bonnes propriétés dispersantes et à la non hydratation du ciment à son contact.

En plus d'avoir les  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  et  $D_{90}$  des matériaux, un traitement selon la théorie de Rosin Rammler est réalisée dans le but de comparer plus facilement les granulométries des matériaux plutôt qu'en regardant toute la courbe granulométrique. L'équation de Rosin Rammler est présentée en I.2-9 [Vesilind, 1980].

$$Y = 1 - \exp \left( \left( \frac{-x}{x_0} \right)^n \right) \quad \text{I.2-9}$$

Avec : Y la fraction massique cumulée du matériau inférieure à la taille x,  
 $x_0$  la taille caractéristique du matériau pour laquelle 63,2 % des particules sont plus petites,  
n une constante décrivant l'uniformité du matériau, c'est-à-dire l'étendue de la distribution granulaire. Plus n est grand, plus l'étendue granulaire est resserrée et tend vers une courbe monomodale.

Dans la suite de l'étude les  $D_{10}$ ,  $D_{50}$ ,  $D_{90}$  et les paramètres de Rosin Rammler  $x_0$  et n seront analysés.

#### I.2.2.1.2.2 Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction de rayons X renseigne sur la nature des phases cristallisées. Le diffractomètre utilisé est de type Debye-Scherrer, équipé d'un détecteur courbe à localisation au centre duquel est placé l'échantillon. Le rayonnement monochromatique utilisé correspond à la longueur d'onde  $\lambda = 1,54059$  Å (raie  $K\alpha_1$  du cuivre). A l'issue de l'analyse par l'appareil, est obtenu un diffractogramme qui représente l'intensité diffractée en fonction de l'angle  $2\theta$  correspondant à la position du détecteur par rapport à l'échantillon [Broll, 2014].

#### I.2.2.1.2.3 Suivi de l'évolution minéralogique par arrêts d'hydratation

Le suivi de l'évolution minéralogique du ciment au cours de son hydratation se fait par arrêts d'hydratation à échéance fixe et analyses DRX après chaque arrêt. L'arrêt d'hydratation se fait par échange de solvant. Pour cela, à chaque échéance, l'échantillon est broyé au pilon mortier jusqu'à l'obtention d'une poudre. Cette poudre est ensuite conservée un jour dans l'acétone, filtrée, puis rincée et de nouveau filtrée à l'éther. L'échantillon est ensuite analysé et caractérisé par DRX.

Afin d'avoir des résultats comparables, tous les ciments étudiés de cette façon sont gâchés à E/C = 0,5 et conservés à l'abri de l'air.

### I.2.2.2. Matériaux utilisés

#### I.2.2.2.1. Clinker

##### I.2.2.2.1.1 C3A-7

Le clinker C3A-7, fabriqué de manière industrielle est reçu en granules. Pour les besoins de l'étude et pour des raisons de stockage limité sur site, 4 lots ont été reçus à des intervalles réguliers. Les

compositions chimiques et minéralogiques sont données dans le Tableau I.2-5 et Tableau I.2-6. Quels que soient les lots réceptionnés, les compositions sont très proches - si ce n'est la quantité de C3S dans le premier lot qui est 5 à 6 % inférieure aux autres arrivages - et les écarts observés ne sont pas significatifs. La quantité de C3A de l'ordre de 7,0 % massique est assez haute comparée à la plupart des ciments.

Phase	Pourcentage (% massique)					Ecart type
	Arrivage 1	Arrivage 2	Arrivage 3	Arrivage 4	Moyenne	
C3S	60,3	66,1	66,1	64,9	64,4	2,8
C2S	15,0	12,7	15,2	12,0	13,7	1,6
C3A	7,8	6,6	7,9	7,0	7,3	0,6
C4AF	13,3	10,2	12,9	13,0	12,3	1,4
Chaux + Portlandite	1,5	2,1	1,0	0,8	1,4	0,6
Arcanite	0,6	0,3	0,5	0,4	0,5	0,1
Aphtitalite	0,6	0,4	0,4	0,5	0,5	0,1
Périclase + Quartz + Mayenite	1,0	1,5	1,0	1,4	1,2	0,3

Tableau I.2-5 : Composition minéralogique des différents arrivages de clinker C3A-7 obtenues par DRX.

La composition chimique des différents arrivages de clinker utilisé pour les essais est détaillée dans le Tableau I.2-6. Ces mesures sont obtenues par Fluorescence X (FX). Les teneurs en SO<sub>3</sub> et Na<sub>2</sub>O<sub>eq</sub> sont toutes deux égales à 0,7 %.

Oxyde	Pourcentage (%)					Ecart type
	Arrivage 1	Arrivage 2	Arrivage 3	Arrivage 4	Moyenne	
SiO <sub>2</sub>	21,2	20,9	21,0	21,0	21,0	0,1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,6	5,7	5,9	5,5	5,7	0,2
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,2	3,4	3,3	3,2	3,3	0,1
CaO	65,9	64,4	64,9	65,3	65,1	0,6
MgO	1,7	1,7	1,7	1,9	1,7	0,1
SO <sub>3</sub>	0,5	0,7	0,6	1,0	0,7	0,2
K <sub>2</sub> O	0,7	0,8	0,7	0,7	0,7	0,1
Na <sub>2</sub> O	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,0
SrO	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0
TiO <sub>2</sub>	0,3	0,3	0,4	0,3	0,3	0,1
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,5	0,5	0,5	0,2	0,4	0,2
MnO	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0
Cl	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0,0
Perte au feu	0,2	1,0	0,6	0,7	0,6	0,3

Tableau I.2-6 : Composition chimique du clinker C3A-7 obtenue par FX.

### I.2.2.2.1.2 C3A-0

Le clinker C3A-0, fabriqué de manière industrielle est reçu en granules. Un seul lot a été nécessaire. L'absence de C3A est confirmée et la quantité de C4AF est de 17,6 % massique. Les teneurs en SO<sub>3</sub> et Na<sub>2</sub>O<sub>eq</sub> sont respectivement égales à 1,9 % et 0,5 %.

Phase	Pourcentage (% massique)
C3S	60,0
C2S	21,7
C4AF	17,6
Chaux	0,3
Arcanite	0,2
Gypse	0,2

Tableau I.2-7 : Composition minéralogique du clinker C3A-0 obtenue par DRX.

Oxyde	Pourcentage (%)
SiO <sub>2</sub>	21,1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,5
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,8
CaO	64,4
MgO	0,8
SO <sub>3</sub>	1,9
K <sub>2</sub> O	0,6
Na <sub>2</sub> O	0,1
SrO	0,1
TiO <sub>2</sub>	0,2
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,2
MnO	0,1
Cl	-
Perte au feu	0,4

Tableau I.2-8 : Composition chimique du clinker C3A-0 obtenue par FX.

### I.2.2.2.2. Anhydrite

L'anhydrite est reçue non broyée. L'analyse par DRX révèle une teneur en anhydrite de 87 %. cf. Figure I.2-2. La composition chimique obtenue par FX dans le Tableau I.2-9. La teneur en SO<sub>3</sub> s'élève à 52 % et la masse volumique est égale à 2,92 g.cm<sup>-3</sup>.

Phase	Pourcentage (% massique)
Quartz	1,2
Gypse	3,3
Anhydrite	86,6
Magnésite	4,0
Dolomite	5,0

Figure I.2-2 : Composition minéralogique de l'anhydrite obtenue par DRX.

Oxyde	Pourcentage (%)
SiO <sub>2</sub>	1,3
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,3
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,2
CaO	38,0
MgO	2,9
SO <sub>3</sub>	52,0
K <sub>2</sub> O	0,1
Na <sub>2</sub> O	0,1
SrO	0,2
TiO <sub>2</sub>	< 0,1
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	< 0,1
MnO	< 0,1
Cl	-
Perte au feu	4,9

Tableau I.2-9 : Composition chimique de l'anhydrite obtenue par FX.

### I.2.2.2.3. Ajouts

L'analyse par DRX confirme que le filler calcaire utilisé dans ce plan d'expérience est pur à 99,5 % et ne contient que 0,5 % d'impuretés quartziques. Afin de gagner du temps, mais aussi de ne pas polluer le broyeur pilote, il a été décidé d'utiliser un laitier déjà broyé en cimenterie. Le laitier contient 98 % de phases non diffractantes, de l'akermanite et de la merwinite cf. Tableau I.2-10. Il est possible de détecter 9,6 % de phases correspondant au clinker, qui est due au broyage du laitier dans des broyeurs clinker de cimenterie.

Phase	Pourcentage (% massique)	
	Filler calcaire	Laitier
C3S	-	5,4
C2S	-	1,9
C4AF	-	0,8
Gypse	-	0,1
Anhydrite	-	0,7
Quartz	0,5	-
Calcite	99,5	0,6
Akermanite	-	0,7
Merwinite	-	1,1
Yealemite	-	0,3

Tableau I.2-10 : Composition minéralogique du filler calcaire et du laitier obtenue par DRX.

Comme il est possible de le voir sur la Figure I.2-3 qui représente le pourcentage volumique seul et cumulé selon le logarithme de la taille des particules, la distribution granulaire (obtenue par

granulométrie laser) du filler est bimodale alors que celle du laitier est principalement monomodale cf. Figure I.2-4.

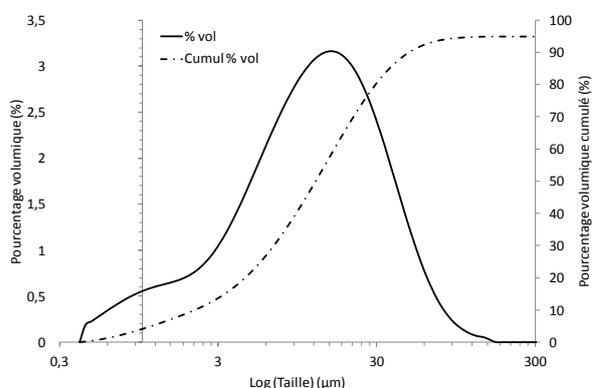
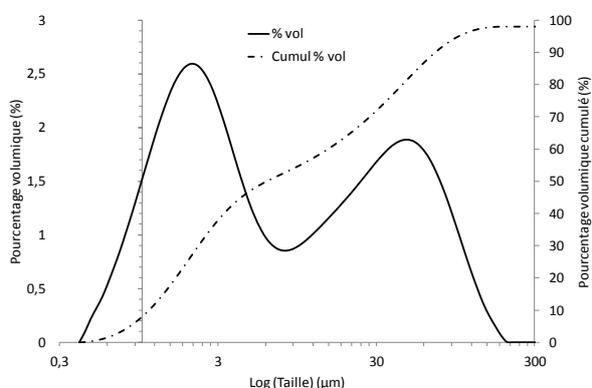


Figure I.2-3 : Distribution granulométrique du filler calcaire. Figure I.2-4 : Distribution granulométrique du laitier.

Les caractéristiques du filler calcaire et du laitier sont récapitulées dans le Tableau I.2-11 et leurs compositions chimiques obtenues par FX dans le Tableau I.2-12.

	D <sub>10</sub> (μm)	D <sub>50</sub> (μm)	D <sub>90</sub> (μm)	Blaine (cm <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	Masse volumique (g.cm <sup>-3</sup> )
Filler calcaire	1,1	6,1	70,7	8360	2,71
Laitier	2,1	12,2	46,6	4170	2,95

Tableau I.2-11 : Caractéristiques du filler calcaire et du laitier.

Oxyde	Pourcentage (%)	
	Filler calcaire	Laitier
SiO <sub>2</sub>	0,5	34,4
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,1	10,2
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,3	1,1
CaO	55,5	45,0
MgO	0,4	6,0
SO <sub>3</sub>	0,1	0,7
K <sub>2</sub> O	< 0,1	0,3
Na <sub>2</sub> O	0,1	0,2
SrO	< 0,1	0,1
TiO <sub>2</sub>	< 0,1	0,6
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	< 0,1	0,1
MnO	< 0,1	0,2
Cl	-	< 0,1
Sulfures	-	0,6
Perte au feu	43,4	-0,17

Tableau I.2-12 : Composition chimique du filler calcaire et du laitier obtenue par FX.

### I.2.2.3. Co-broyage

La première étape de la fabrication des ciments consiste à co-broyer le clinker avec l'anhydrite selon des proportions établies pour obtenir un pré-mélange avec une chimie et une granulométrie fixée.

Cette étape a eu lieu sur un broyeur pilote dont la capacité de production est de  $500 \text{ kg.h}^{-1}$ . Sur la Figure I.2-5 est schématisé le cycle de broyage.

Ce broyeur est un broyeur à boulets (10 à 60 mm de diamètre) avec deux chambres de broyage dont la vitesse de rotation est fixe ( $36 \text{ tr.min}^{-1}$ ). La température de broyage est fixée à  $70 \text{ °C}$  afin de se rapprocher au maximum des conditions optimales de broyabilité et des températures de broyeurs fonctionnant en usine. La surface spécifique des matériaux évolue de  $600 \text{ cm}^2.\text{g}^{-1}$  à l'entrée du broyeur,  $900 \text{ cm}^2.\text{g}^{-1}$  entre les deux chambres et au minimum  $3600 \text{ cm}^2.\text{g}^{-1}$  en sortie de broyeur.

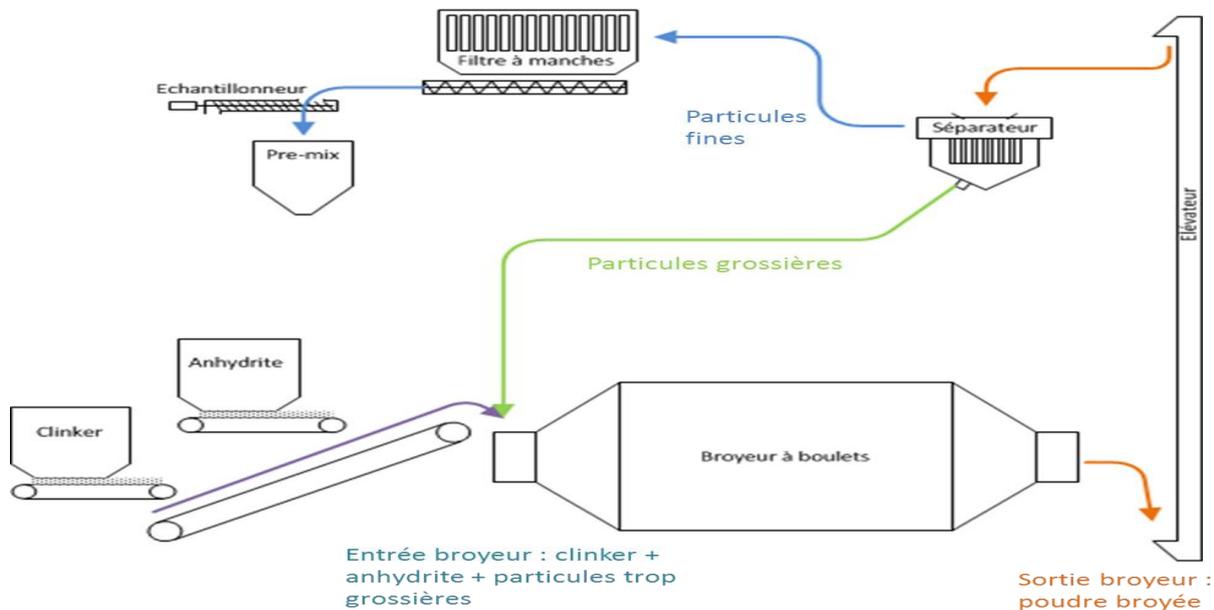


Figure I.2-5 : Schéma du broyeur pilote utilisé pour la fabrication des ciments.

Une fois les matériaux broyés, ils passent dans un séparateur, qui selon la finesse finale désirée, renverra ou non la poudre dans le broyeur. Plus le séparateur tourne vite – entre  $400$  et  $1000 \text{ tr.min}^{-1}$ , meilleure est la sélection des particules, c'est-à-dire que plus le séparateur tourne vite, plus les particules renvoyées au broyeur seront fines et donc plus le pré-mélange produit sera fin.

En sortie du séparateur est situé un échantillonneur qui permet d'effectuer des prélèvements réguliers pour contrôler la finesse et la chimie du pré-mélange obtenu. Si la finesse ou la chimie ne correspondent pas aux cibles visées, il faut recommencer le processus. Etant donné que le broyeur est ventilé, à la sortie du séparateur, il y a un débit d'air de  $4000 \text{ m}^3.\text{h}^{-1}$ , dans lequel est transporté le pré-mélange. Il y a donc un filtre à manche en sortie du séparateur pour traiter l'air, récupérer le pré-mélange fabriqué et libérer à l'atmosphère un air propre et sans poussière. Une fois, l'échantillon validé, le pré-mélange est stocké en big-bag dans l'attente de mélange avec l'ajout.

### I.2.2.4. Mélange

Après obtention du pré-mélange contenant le clinker et l'anhydrite broyés au  $D_{50}$  cible, le filler calcaire et le laitier sont ajoutés l'un à l'autre avec des doseurs et l'ensemble est homogénéisé grâce à

un mélangeur dont la vitesse de rotation est fixe cf. Figure I.2-6. Le temps optimal de mélange est de 5 à 10 minutes.

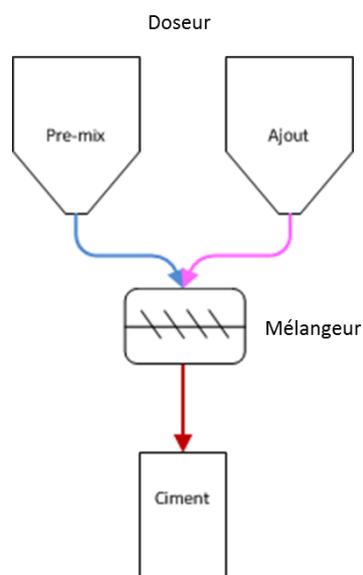


Figure I.2-6 : Schéma du mélangeur utilisé pour la fabrication des ciments.

En sortie de malaxeur, une analyse chimique est granulométrique est réalisée afin de valider ou non le ciment obtenu. A noter que tous les ciments obtenus ont des distributions granulométriques plus resserrées que les ciments industriels du marché. Ceci peut être expliqué par le séparateur du broyeur pilote utilisé pour fabriquer les ciments qui est plus performant qu'en industrie. Toutes les courbes sont présentées dans l'ANNEXE B.

### I.2.2.5. Calcul des incertitudes dues à la fabrication des ciments

Comme indiqué dans les parties précédentes, les ciments sont fabriqués en 2 étapes avec un co-broyage du clinker et de l'anhydrite donnant un pré-mélange, suivi d'un mélange de ce pré-mélange avec l'ajout – filler calcaire ou laitier. La Figure I.2-7 présente les différents cas d'incertitude pour la fabrication du pré-mélange et la Figure I.2-8, les différents cas d'incertitude pour la fabrication du ciment. Pour cela, l'incertitude initiale sur la chimie des matériaux (clinker C3A-7 et C3A-0, anhydrite, filler calcaire et laitier), l'incertitude sur les doseurs du broyeur (gros et petit), l'incertitude sur la chimie du pré-mélange, l'incertitude sur les doseurs du mélangeur et enfin l'incertitude sur la chimie finale du ciment obtenu sont prises en compte afin d'obtenir des gammes de variations de compositions chimiques théoriques pour chaque ciment et d'ensuite les comparer aux valeurs réelles obtenues. Dans les Tableau I.2-13 et Tableau I.2-14 sont présentées les incertitudes sur les mesures par FX pour chaque oxyde et sur les dosages de matériaux dans le broyeur et le mélangeur.

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	SrO	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MnO
Delta oxyde (%)	0,28	0,10	0,28	0,64	0,06	0,12	0,05	0,04	0,04	0,03	0,03	0,03

Tableau I.2-13 : Incertitude sur la mesure de chaque élément par FX.

	Doseur 1 broyeur (clinker)	Doseur 2 broyeur (anhydrite)	Doseur mélangeur
Delta débit (kg/h)	5,0	0,2	1,0

Tableau I.2-14 : Incertitude sur le dosage des matériaux dans les doseurs du broyeur et du mélangeur.

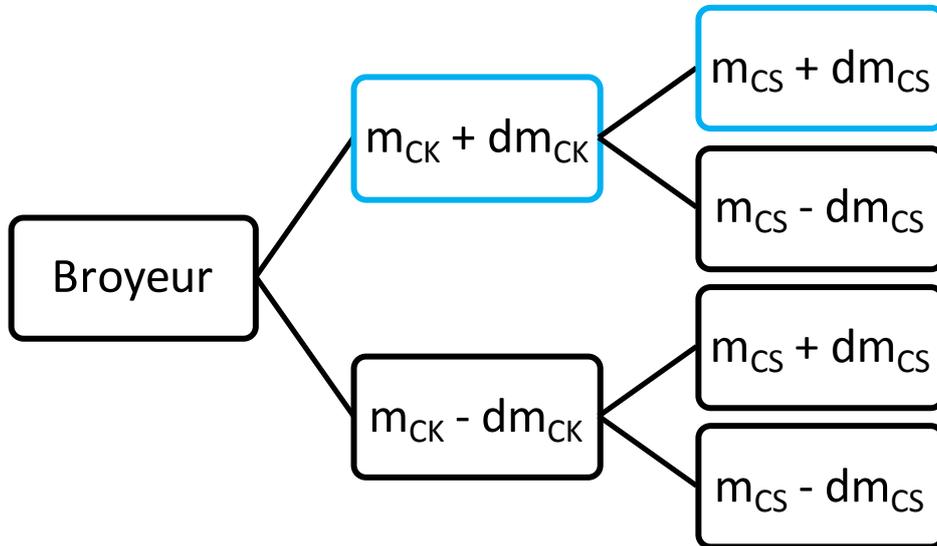


Figure I.2-7 : Schéma des cas de calcul d'incertitude sur le pré-mélange.

Afin de mieux comprendre le calcul, l'équation I.2-10 est donnée en exemple pour le calcul de l'incertitude sur l'élément  $X_i$  sur le pré-mélange dans le cas des incertitudes positives sur la chimie initiale du clinker et de l'anhydrite ainsi que des doseurs clinker et anhydrite cf. cases entourées en bleu sur la Figure I.2-7.

$$\begin{aligned}
 [X_i]_{PM}^{++} = & p_{i_{CK}}^+ \cdot [X_i]_{CK} \cdot \frac{m_{CK} + dm_{CK}}{m_{CK} + dm_{CK} + m_{CS} + dm_{CS}} \\
 & + p_{i_{CS}}^+ \cdot [X_i]_{CS} \cdot \frac{m_{CS} + dm_{CS}}{m_{CK} + dm_{CK} + m_{CS} + dm_{CS}}
 \end{aligned}
 \tag{I.2-10}$$

Avec :  $p_{i_{CK}}^+$  borne supérieure de l'incertitude sur la mesure initiale de l'élément  $X^i$  dans le clinker,

$[X_i]_{CK}$  la quantité initiale de l'élément  $X^i$  dans le clinker,

$\frac{m_{CK} + dm_{CK}}{m_{CK} + dm_{CK} + m_{CS} + dm_{CS}}$  borne supérieure de l'incertitude sur le dosage du clinker dans le broyeur,

$p_{i_{CS}}^+$  borne supérieure de l'incertitude sur la mesure initiale de l'élément  $X^i$  dans l'anhydrite,

$[X_i]_{CS}$  la quantité initiale de l'élément  $X^i$  dans l'anhydrite,

$\frac{m_{CS} + dm_{CS}}{m_{CK} + dm_{CK} + m_{CS} + dm_{CS}}$  borne supérieure de l'incertitude sur le dosage de l'anhydrite dans le broyeur.

A la suite de cette première étape, une recherche des valeurs minimales et maximales des 16 cas obtenus pour chaque pré-mélange est réalisée dans le but de se servir de ces nouvelles valeurs pour poursuivre le calcul sur le mélangeur. Le calcul suivant est donc réalisé avec 4 valeurs chimiques possibles du pré-mélange : supérieure et inférieure pour la chimie minimale et supérieure et inférieure pour la chimie maximale, notées  $k_{min}^+$ ,  $k_{min}^-$ ,  $k_{max}^+$  et  $k_{max}^-$ .

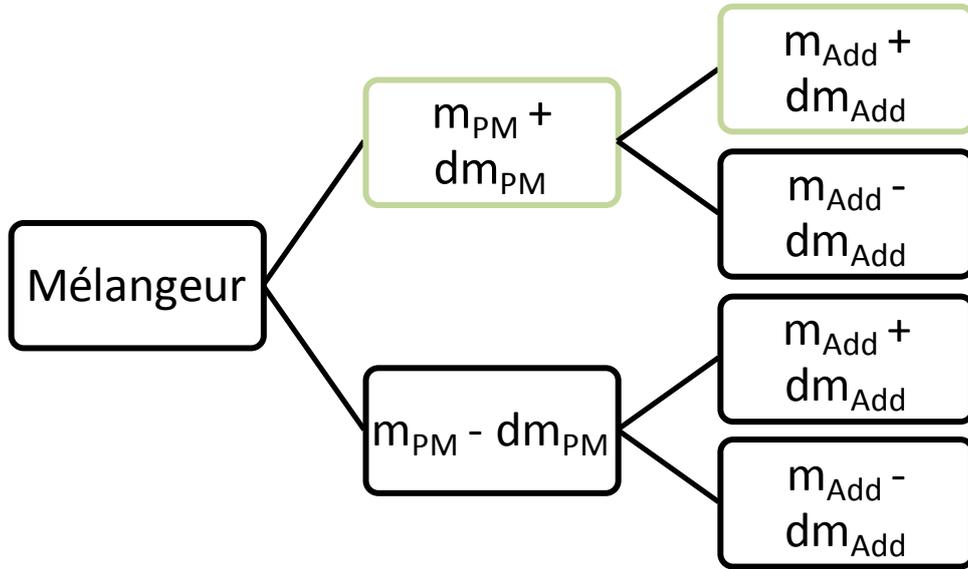


Figure I.2-8 : Schéma des cas de calcul d'incertitude sur le ciment.

L'équation I.2-11 est donnée en exemple pour le calcul de l'incertitude sur l'élément  $X_i$  sur le ciment final dans le cas des incertitudes positives sur la chimie initiale du pré-mélange et de l'addition (filler calcaire ou laitier) ainsi que des doseurs pré-mélange et addition cf. cases entourées en vert sur la Figure I.2-8.

$$\begin{aligned}
 [X_i]_C^{++} = & k_{i_{min\_PM}}^+ \cdot [X_i]_{min\_PM} \cdot \frac{m_{PM} + dm_{PM}}{m_{PM} + dm_{PM} + m_{Add} + dm_{Add}} \\
 & + p_{i_{Add}}^+ \cdot [X_i]_{Add} \cdot \frac{m_{Add} + dm_{Add}}{m_{PM} + dm_{PM} + m_{Add} + dm_{Add}}
 \end{aligned}
 \tag{I.2-11}$$

Avec :  $k_{i_{min\_PM}}^+$  borne supérieure de l'incertitude sur la mesure initiale de l'élément  $X_i$  dans le pré-mélange,

$[X_i]_{min\_PM}$  la quantité initiale de l'élément  $X_i$  dans le pré-mélange avec la borne inférieure calculée,

$\frac{m_{PM} + dm_{PM}}{m_{PM} + dm_{PM} + m_{Add} + dm_{Add}}$  borne supérieure de l'incertitude sur le dosage du pré-mélange dans le mélangeur,

$p_{i_{Add}}^+$  borne supérieure de l'incertitude sur la mesure initiale de l'élément  $X_i$  dans l'addition,

$[X_i]_{Add}$  la quantité initiale de l'élément  $X_i$  dans l'addition,

$\frac{m_{Add}+dm_{Add}}{m_{PM}+dm_{PM}+m_{Add}+dm_{Add}}$  borne supérieure de l'incertitude sur le dosage de l'addition dans le mélangeur.

De la même façon que pour le pré-mélange, 16 compositions sont obtenues pour la borne inférieure de la chimie du pré-mélange, et 16 compositions pour la borne supérieure de la chimie du pré-mélange, soit un total de 32, pour lesquelles une recherche du minimum et du maximum permet d'avoir la gamme de variations prévisionnelles de la chimie du ciment.

Le Tableau I.2-15 présente les variations prévisionnelles de la chimie du ciment C3A-7\_5LL\_3,85A, quelle que soit la finesse, obtenues après calcul et comparées avec la mesure réelle. On remarque que les compositions des ciments fabriqués sont bien situées dans la gamme de variations prédites en prenant en compte les incertitudes. La méthode de fabrication est donc validée. De plus, l'écart de composition entre ces deux ciments est assez faible étant donné qu'ils ont été fabriqués à la suite l'un de l'autre avec seulement une action sur le séparateur de manière à obtenir une granulométrie plus fine.

Oxydes	Minimum	Maximum	C3A-7_5LL_3,85A_9	C3A-7_5LL_3,85A_15
SiO <sub>2</sub>	14,79	23,71	18,93	19,18
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,37	7,22	5,21	5,10
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,00	7,53	3,18	3,19
CaO	61,91	66,69	63,01	63,43
MgO	1,56	1,81	1,73	1,73
SO <sub>3</sub>	2,18	3,15	2,69	2,54
K <sub>2</sub> O	0,28	1,11	0,70	0,72
Na <sub>2</sub> O	0,08	0,34	0,20	0,21
SrO	0,03	0,18	0,06	0,06
TiO <sub>2</sub>	0,17	0,40	0,31	0,31
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,23	0,60	0,50	0,52
MnO	0,01	0,16	0,18	0,18

Tableau I.2-15 : Valeurs minimale et maximale de la chimie du ciment C3A-7\_5LL\_3,85A en prenant en compte les incertitudes de fabrication, et compositions réelles mesurées sur les ciments C3A-7\_5LL\_3,85A\_9 et C3A-7\_5LL\_3,85A\_15.

Les autres gammes de variations des chimies prévisionnelles des ciments sont présentées dans ANNEXE A.

## I.2.2.6. Techniques de caractérisation sur pâte et mortier

### I.2.2.6.1. Temps de prise et demande en eau

La mesure du temps de prise, c'est-à-dire du temps à partir duquel le matériau cimentaire commence à durcir, et la mesure de la demande en eau sont définies par la norme NF EN 196-3 (test de Vicat) [AFNOR, 2009]. La mesure du temps de prise est effectuée par l'observation de la pénétration d'une aiguille dans une pâte de ciment de consistance normalisée, jusqu'au moment où elle atteint une valeur spécifique. Pour cela, la pâte de ciment est placée dans un moule cylindrique non fermé à ses extrémités et dont la base repose sur une plaque de verre et différentes aiguilles sont utilisées pour la mesure de consistance et de temps de prise.

La consistance normalisée mesurée sur pâte de ciment, 30 s après la fin du malaxage, consiste à trouver la valeur du rapport E/C de façon à ce que la sonde soit séparée du fond du moule de  $(6 \pm 1)$  mm. Ce rapport E/C correspond à la mesure de la demande en eau. Une fois la valeur du rapport E/C obtenue, le temps de prise est mesuré avec ce rapport. Le début de prise du ciment est relevé lorsque l'aiguille est séparée du fond du moule de  $(6 \pm 3)$  mm et la fin du temps de prise lorsque l'aiguille ne s'enfonce que de 0,5 mm dans le matériau.

#### I.2.2.6.2. Chaleur d'hydratation

Différentes techniques permettent de connaître la quantité de chaleur dégagée lors de l'hydratation du ciment telles que les mesures par calorimétrie quasi adiabatique et microcalorimétrie isotherme. Un essai de chaque type est réalisé à chaque fois, sauf pour les points de répétabilité où quatre essais sont effectués.

##### I.2.2.6.2.1 Méthode de mesure sur pâte de ciment : microcalorimétrie isotherme

La microcalorimétrie isotherme permet de mesurer le flux de chaleur produit ou absorbé par un échantillon maintenu à température constante lors de la prise, ce qui renseigne ensuite sur les caractéristiques de prise, la compatibilité des différents matériaux utilisés et l'effet des sulfates sur les réactions d'hydratation [ASTM, 2009, ASTM, 2013]. Elle peut aussi permettre de calculer l'énergie d'activation au jeune âge du ciment [Ridi, et al., 2011]. Deux échantillons de masse et de conductivité thermique similaires sont utilisés afin de réduire le signal du bruit de fond et corriger la mesure de température : un échantillon évolutif et une référence. Le plus souvent, du quartz, du sable ou de l'eau sont utilisés comme référence. La masse de la référence à introduire est calculée à partir de l'estimation de la capacité calorifique de l'échantillon selon l'équation I.2-12 [Wadsö, 2010].

$$m_R = \frac{c_c m_c + c_w m_w + c_s m_s}{c_R} \quad \text{I.2-12}$$

Avec :  $m_R$  la masse de la référence (g),  
 $m_c$  la masse de ciment (g),  
 $m_w$  la masse d'eau (g),  
 $m_s$  la masse de sable (g),  
 $c_c$  la chaleur spécifique du ciment ( $\text{J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ),  
 $c_w$  la chaleur spécifique de l'eau ( $\text{J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ),  
 $c_s$  la chaleur spécifique du sable ( $\text{J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ),  
 $c_R$  la chaleur spécifique de la référence ( $\text{J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ).

A noter qu'à partir de plusieurs jours, le flux de chaleur mesuré entre l'échantillon et la référence est trop faible par rapport aux variations thermiques de l'environnement extérieur. Concernant le processus de mélange solide-liquide, deux choix sont possibles : le mélange ex-situ ou le mélange in-situ [ASTM, 2013].

Pour le mélange in-situ, une ampoule Admix 20 mL est utilisée (Figure I.2-9). Elle permet de placer le ciment anhydre et l'eau dans le calorimètre sans pour autant les mettre en contact et donc débiter le processus d'hydratation. Cette étape d'attente permet de réaliser la ligne de base du signal et d'ainsi

limiter les erreurs de mesure dues à la prise en compte de la chaleur provenant de l'extérieur entraînée lors de l'insertion de l'ampoule dans l'appareil. L'inconvénient majeur de cette technique est la faible homogénéité du mélange réalisé.

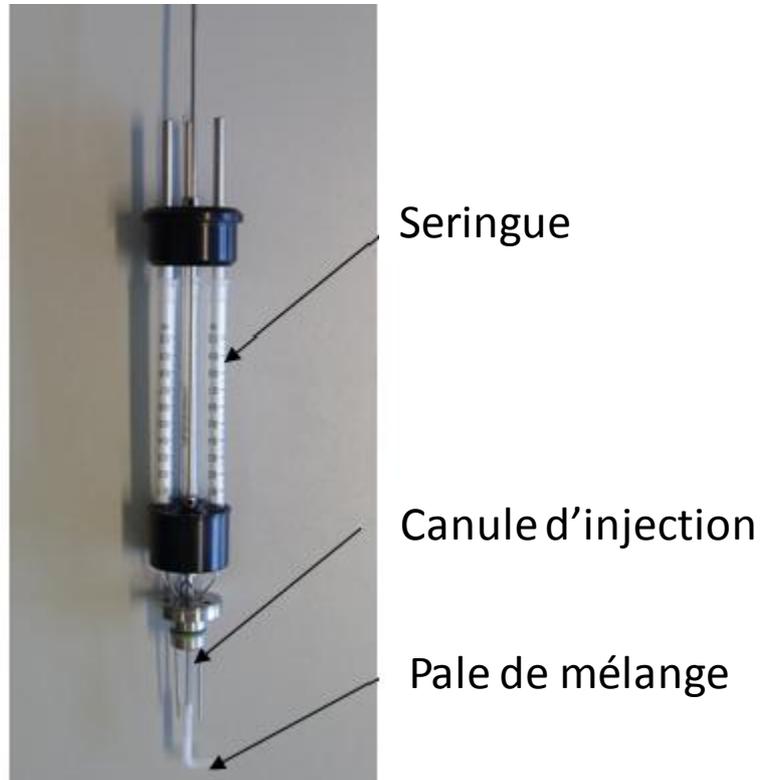
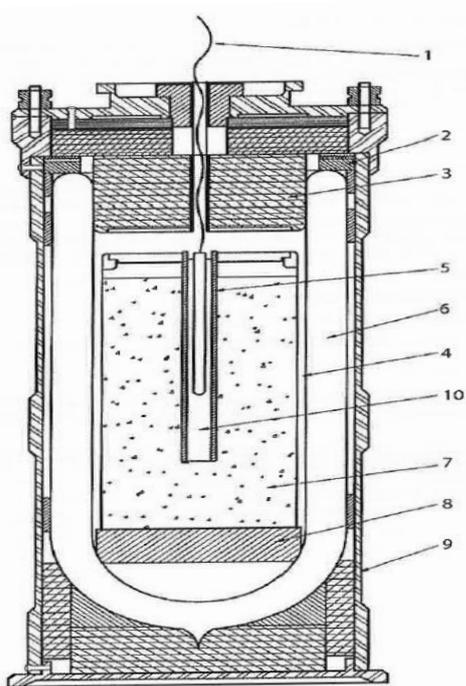


Figure I.2-9 : Photographie de l'ampoule Admix 20 mL [Costoya Fernandez, 2008].

Pour la méthode ex-situ, les constituants sont mélangés à l'extérieur de l'appareil puis insérés dans une ampoule de mesure de l'appareil. Cette technique permet une meilleure homogénéité du système mais ne permet pas le suivi des réactions au tout jeune âge du ciment (mouillage des grains par exemple) et peut entraîner une erreur de mesure suite à la prise en compte de la chaleur dégagée par l'insertion de l'ampoule dans l'appareil.

#### I.2.2.6.2.2 Méthode de mesure sur mortier : calorimètres semi-adiabatiques

Comme l'indique la norme NF EN 196-9 [AFNOR, 2010], les calorimètres semi-adiabatiques type de Langavant sont des appareils de mesure qui reposent sur le suivi de l'évolution de la température d'un échantillon de mortier normalisé fraîchement préparé cf. Figure I.2-10.



1. Thermomètre à résistance de platine
2. Joint
3. Bouchon isolant
4. Boîte à mortier
5. Etui pour thermomètre
6. Vase de Dewar
7. Echantillon de mortier
8. Disque de caoutchouc
9. Enveloppe rigide
10. Huile

Figure I.2-10 : Schéma en coupe d'un calorimètre de Langavant.

Le thermomètre utilisé est une sonde platine permettant de couvrir une gamme de température minimale comprise entre 19 et 75 °C. L'ajout d'huile dans l'étui pour thermomètre, permet un bon échange thermique entre l'échantillon et le thermomètre et donc une mesure plus réaliste de la température dans l'échantillon. La boîte à mortier, perdue après chaque essai, doit être étanche à la vapeur d'eau et d'un volume d'environ 800 cm<sup>3</sup>.

A partir de cette évolution de température par rapport à une référence donnée (matériau inerte), il est possible de remonter à la quantité de chaleur dégagée au cours de l'hydratation. En effet, d'après l'équation I.2-13, celle-ci est égale à la somme de la chaleur accumulée dans le calorimètre et de la chaleur dissipée vers le milieu ambiant pendant toute la durée de l'essai [AFNOR, 2010].

$$Q = \frac{c}{m_c} \theta_t + \frac{1}{m_c} \int_0^t \alpha \cdot \theta_t \cdot dt \quad \text{I.2-13}$$

Avec : Q la chaleur d'hydratation (J.g<sup>-1</sup> de ciment),  
 m<sub>c</sub> la masse de ciment contenu dans l'échantillon d'essai (g),  
 t la durée d'hydratation (h),  
 c la capacité thermique totale du calorimètre (J.K<sup>-1</sup>),  
 α le coefficient de déperdition thermique totale du calorimètre (J.h<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>),  
 θ<sub>t</sub> la différence de température entre le calorimètre d'essais et le calorimètre de référence à l'instant t (K).

Le premier terme de l'équation I.2-13 correspond à la chaleur accumulée dans le calorimètre A et le second à la chaleur dissipée vers le milieu ambiant B :

$$A = \frac{c}{m_c} \theta_t \text{ et } B = \frac{1}{m_c} \int_0^t \alpha \cdot \theta_t \cdot dt$$

Il est possible de simplifier cette équation en I.2-14 :

$$Q = \frac{c}{m_c} \theta_t + \frac{1}{m_c} \sum_{i=1}^{i=n} \bar{\alpha}_i \bar{\theta}_i \Delta t_i \quad \text{I.2-14}$$

Avec  $\bar{\alpha}_i$  et  $\bar{\theta}_i$  la valeur moyenne du coefficient de déperdition thermique et la différence de température entre le calorimètre d'essais et le calorimètre de référence pendant la période  $\Delta t_i$ .

Pour calculer la chaleur accumulée dans le calorimètre, c'est-à-dire le coefficient A, il faut calculer la capacité thermique totale du calorimètre. Pour cela, il faut prendre en compte les capacités thermiques des différents constituants (ciment, sable, eau, boîte à mortier, calorimètre). On obtient ainsi l'équation I.2-15 ci-dessous.

$$c = 0,8(m_c + m_s) + 3,8m_w + 0,50m_b + \mu \quad \text{I.2-15}$$

Avec : 0,8 la capacité thermique massique du ciment et du sable ( $\text{J.K}^{-1}.\text{g}^{-1}$ ),  
 3,8 la capacité thermique massique moyenne de l'eau ( $\text{J.K}^{-1}.\text{g}^{-1}$ ),  
 0,50 la capacité thermique massique de la boîte à mortier ( $\text{J.K}^{-1}.\text{g}^{-1}$ ),  
 $\mu$  la capacité thermique du calorimètre vide ( $\text{J.K}^{-1}$ ),  
 $m_c$  la masse de ciment (g),  
 $m_s$  la masse de sable (g),  
 $m_w$  la masse d'eau (g),  
 $m_b$  la masse de la boîte à mortier vide avec le couvercle (g).

Remarque : la capacité thermique massique du ciment est prise comme constante et égale à  $0,8 \text{ J.K}^{-1}.\text{g}^{-1}$  mais une étude plus poussée, par calorimétrie isotherme à balayage (DSC), de sa valeur selon la composition du ciment (présence d'ajouts type laitier, filler, pouzzolane...) serait peut être nécessaire [Kousksou, et al., 2014].

Pour calculer la chaleur dissipée vers le milieu ambiant, notée B, il faut calculer  $\bar{\alpha}_i$  le coefficient moyen de déperdition thermique totale du calorimètre et  $\bar{\theta}_i$  la différence de température entre le calorimètre d'essais et le calorimètre de référence au cours de l'intervalle de temps  $\Delta t_i$  selon les équations I.2-16 et I.2-17.

$$\bar{\alpha}_i = a + b\bar{\theta}_i \quad \text{I.2-16}$$

$$\bar{\theta}_i = \frac{\theta_i + \theta_{(i-1)}}{2} \quad \text{I.2-17}$$

Avec : a et b les constantes d'étalonnage du calorimètre.

A noter que ces mesures doivent être réalisées dans une salle dont la température est de  $(20,0 \pm 1,0) \text{ }^\circ\text{C}$  et que la température du calorimètre de référence doit être maintenue à  $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$  près. Par ailleurs, ces mesures ne donnent pas une courbe corrigée de la thermo activation du ciment.

Sur la Figure I.2-11 est présenté un exemple de courbe obtenue. Il est possible de relever la chaleur d'hydratation à 41 h notée  $Q_{41}$ , à 7 jours notée  $Q_{168}$ , la puissance  $P$  qui correspond au maximum du flux de chaleur et le retard  $R$  qui correspond au temps pour lequel le flux de chaleur est maximal.

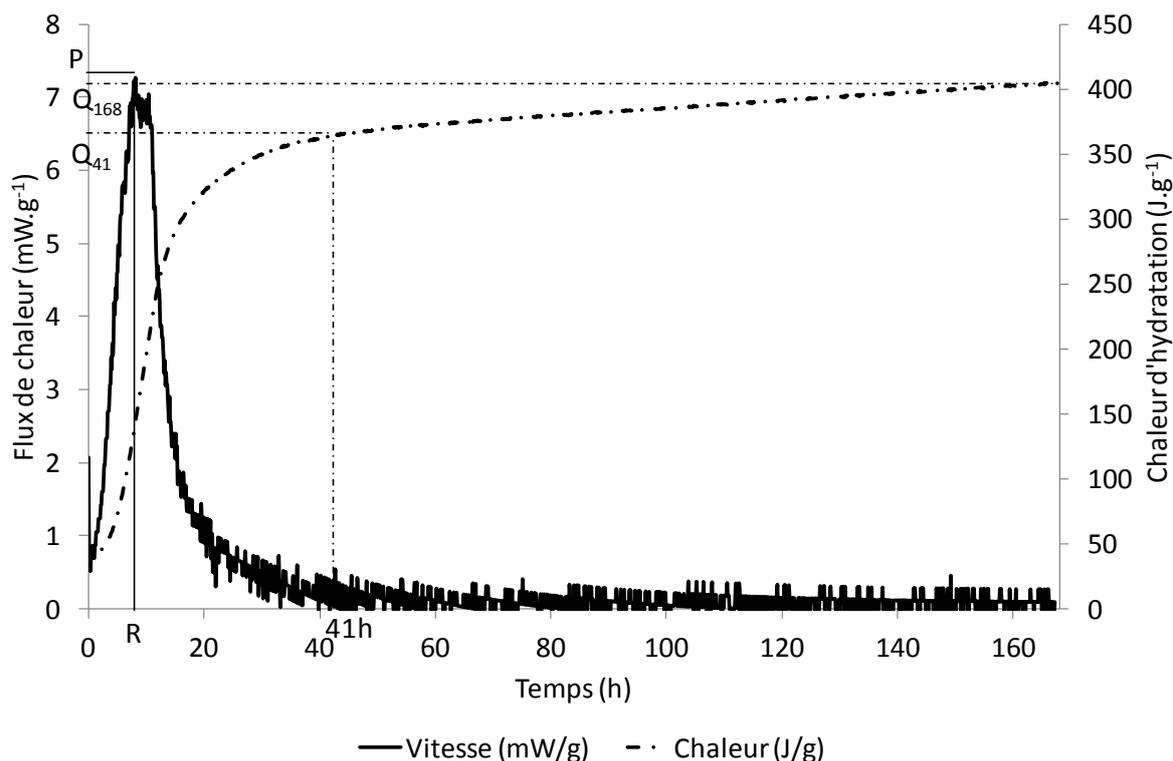


Figure I.2-11 : Exemple de courbe obtenue après traitement par calorimètre Langavant pour le ciment C3A-7\_5LL\_7,85A\_9.

Une fois la chaleur dégagée en fonction du temps obtenue, il est possible d'effectuer des calculs pour connaître l'évolution de la température dans le mortier si la mesure avait réellement effectuée en conditions adiabatiques I.2-18 :

$$T_{adia}(t) = T_{mortier}(0) + \frac{q(t)}{C_{mortier}} \quad \text{I.2-18}$$

Avec  $T_{adia}(t)$  la température réellement mesurée dans le mortier en fonction du temps si la mesure avait été effectuée en condition adiabatiques (K),

$T_{mortier}(0)$  la température dans le mortier au moment du gâchage (K),

$q(t)$  la chaleur dégagée au cours du temps (J),

$C_{mortier}$  la capacité calorifique du mortier calculée d'après sa composition et la masse obtenue après gâchée ( $\text{J.K}^{-1}$ ).

On peut enfin prendre en compte le fait que la montée de la température en conditions adiabatiques a un effet sur la thermo-activation de l'hydratation du matériau et donc la chaleur dégagée au cours du temps (cf. équation I.1-37 dans la partie I.1.4.2.1).

#### **I.2.2.6.3. Résistances mécaniques**

Il est décidé de mesurer les résistances en compression sur 3 éprouvettes de mortier 4\*4\*16, pour chaque type de ciment pour les échéances 1 jour, 2 jours, 7 jours, 28 jours et 91 jours, selon la norme NF EN 196-1 [AFNOR, 2006].

#### **I.2.2.6.4. Mesure des variations dimensionnelles**

Les mesures du retrait total et du gonflement sur ciment sont réalisées sur 3 éprouvettes 4\*4\*16 à 2 jours, 7 jours, 28 jours, 91 jours et un an selon la norme NF P 15-433, conservées soit à l'air pour le retrait, soit totalement immergées pour le gonflement [AFNOR, 1994].

### **I.2.3. Conclusion**

Dans cette partie sont présentés les 3 plans d'expériences réalisés ainsi que les méthodes de fabrication et d'analyse des ciments. Ainsi, 45 compositions sont étudiées avec deux clinkers sélectionnés selon leurs composition et concentration en C3A et alcalins, deux ajouts - filler calcaire ou laitier présents respectivement à hauteur de 5, 20 ou 35 % et 5, 42,5 ou 80 %, 3 niveaux d'anhydrite – 3,85, 5,85 ou 7,85 % - et 3 finesses moyennes du co-broyage clinker anhydrite – 9, 12 et 15 µm.

Dans la partie suivante sont présentés les résultats obtenus sur l'influence des paramètres des plans d'expériences sur les caractéristiques des ciments, puis une analyse faite dans le but d'obtenir des surfaces de réponses. Enfin, certains ciments sont sélectionnés et caractérisés plus en détails avant d'être utilisés dans la fabrication de béton. Ceci a pour but de passer à l'échelle supérieure et ainsi de voir l'influence de la formulation sur les propriétés du béton.

## **I.3. Résultats et analyse**

Une fois les ciments fabriqués et caractérisés comme indiqué dans les parties I.2.2 et I.2.1.6, une base de données importante est obtenue. Tous les résultats sont présentés en ANNEXE B avec B.1 pour les compositions minéralogiques ; B.2 pour les compositions chimiques ; B.3 pour les caractéristiques physiques ; B.4 pour les mesures de chaleur isothermes et semi-adiabatiques ; A.1 pour les résistances en compression et B.6 pour les retraits et gonflements. Les résultats sont d'abord analysés ensemble de manière qualitative (I.3.1) puis une étude de création de modèles analytiques est réalisée dans la partie I.3.2.

### **I.3.1. Analyse des paramètres les plus influents**

Sur les figures présentées dans cette partie sont regroupés les résultats obtenus, avec une distinction selon la famille de ciments correspondants : C3A-7\_LL avec des losanges blancs, C3A-7\_S avec des

triangles noirs et C3A-0\_S avec des croix. Il a été décidé de regarder la demande en eau et le temps de prise selon le pourcentage de clinker dans le ciment et la distribution granulométrique n Rosin Rammler et les chaleurs d'hydratation à 168h ainsi que les résistances en compression à 2 et 28 jours selon le pourcentage de clinker seulement. L'analyse par rapport au pourcentage de clinker permet de prendre en compte à la fois la quantité d'ajout mais aussi la quantité d'anhydrite. L'analyse par rapport à la distribution n Rosin Rammler permet de prendre en compte la finesse et la distribution granulométrique du ciment. La distinction des trois familles de ciments permet de voir l'effet du pourcentage de C3A et du type d'ajout. Pour rappel, dans cette étude, aucun ajout n'a été utilisé pour activer l'hydratation du laitier.

### **I.3.1.1. Influence des facteurs sur l'état frais**

La connaissance des caractéristiques du ciment à l'état frais, et particulièrement la demande en eau et le temps de fin de prise sont importants pour déterminer le temps disponible pour la mise en œuvre des mortiers et des bétons.

#### **I.3.1.1.1. Demande en eau**

La Figure I.3-1 et la Figure I.3-2, représentent respectivement l'évolution de la demande en eau selon le pourcentage de clinker présent dans le ciment et selon la distribution n Rosin Rammler, et ce pour les trois plans d'expériences. La disparité des points selon le pourcentage de clinker est importante étant donné la prise en compte des compositions réelles des ciments. Il en va de même pour les résultats obtenus avec la distribution granulométrique Rosin Rammler.

La tendance suivante se dégage : la demande en eau des ciments avec clinker C3A-7 et filler calcaire ou laitier, augmente avec la quantité de clinker et le paramètre n. Ce comportement n'est pas mis en évidence dans le cas des ciments avec clinker C3A-0.

De plus, les ciments ayant les plus grandes demandes en eau sont soit ceux avec le clinker C3A-7 peu additionnés de filler calcaire ou de laitier et le diamètre médian le plus petit, soit ceux avec le clinker C3A-0 fortement additionnés en laitier, peu importe la finesse.

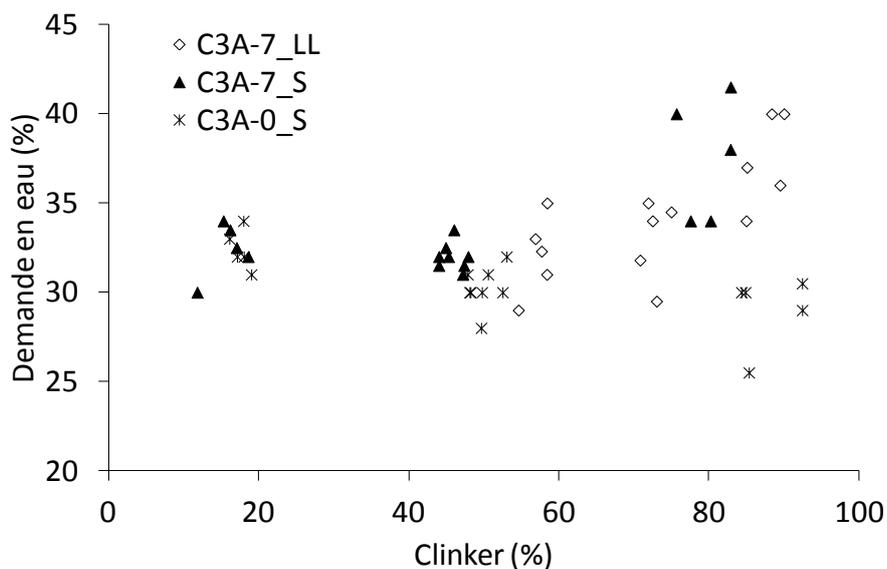


Figure I.3-1 : Evolution de la demande en eau en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment.

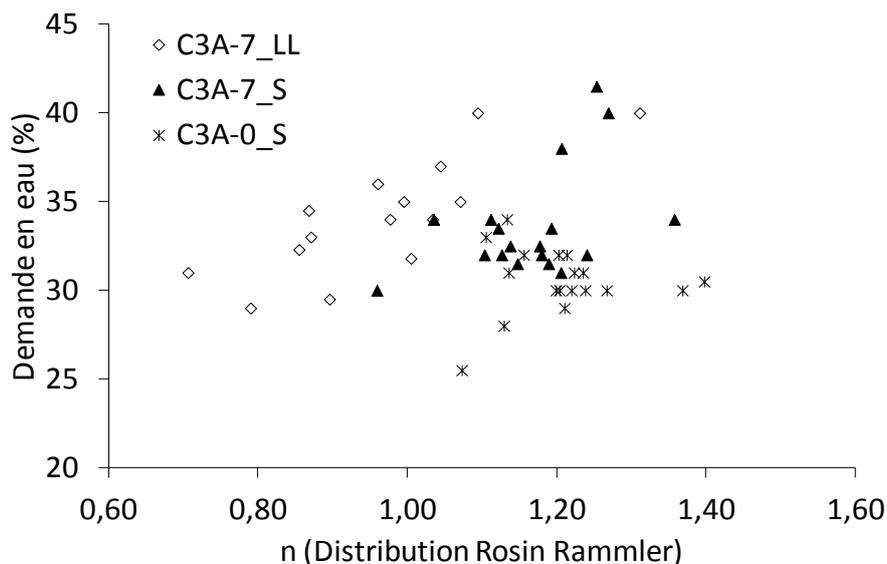


Figure I.3-2 : Evolution de la demande en eau en fonction de n (distribution Rosin Rammler).

Trois éléments peuvent expliquer ces résultats : l'effet de l'addition (filler calcaire ou laitier), l'effet du type de clinker utilisé et la distribution granulométrique du ciment.

Tout d'abord, contrairement au filler calcaire, le laitier possède une surface non sphérique et granuleuse se qui a pour effet d'augmenter l'adsorption d'eau puis la réaction des particules et augmenter ainsi la demande en eau [Boudchicha, 2007]. Quant au filler calcaire, sa présence favorise l'optimisation du squelette granulaire et a donc un effet bénéfique sur la demande en eau des ciments [Diederich, 2010, Jones, et al., 2003].

Il existe aussi une différence de composition des clinkers. En effet, il y a du C3A dans l'un et pas dans l'autre. Or, le C3A s'hydrate rapidement pour former des cristaux d'ettringite. Ce sont ces réactions d'hydratation rapides, en plus de l'adsorption d'eau sur les grains qui augmentent la demande en eau [Locher, et al., 1973, Minard, 2003].

Enfin, en plus de l'effet de la finesse, de par l'augmentation de la surface spécifique avec la diminution du diamètre médian sur la demande en eau [Bentz, et al., 1999, Costoya Fernandez, 2008], Sprung et al. indiquent que plus la distribution granulométrique est resserrée, plus l'empilement granulaire sera mauvais et donc plus il y aura de vides dans lesquels l'eau peut être bloquée lors du gâchage et ainsi augmenter la demande en eau du ciment [Sprung, et al., 1985]. Or comme il l'a été dit dans la partie I.2.2.4, les ciments fabriqués ici ont des distributions granulaires plus resserrées que les ciments commerciaux.

A la vue des résultats, il résulte que la distribution granulométrique et l'effet du C3A, de par la composition du clinker priment sur l'effet de l'addition sur la demande en eau du ciment et que plus le pourcentage de C3A est élevé, plus la demande en eau est forte.

#### I.3.1.1.2. Temps de prise

Les Figure I.3-3 et Figure I.3-4 représentent respectivement l'évolution du temps de début de prise selon le pourcentage de clinker et selon la distribution n Rosin Rammler.

Comme pour les mesures de demande en eau, il est possible de voir deux tendances pour les temps de début de prise. Les mesures correspondant aux ciments avec clinker C3A-7 et filler calcaire, révèlent surtout la dispersion des mesures, même s'il est possible de deviner une évolution croissante des temps de début de prise avec la quantité de clinker ainsi qu'avec le degré de distribution n Rosin Rammler alors que ceux avec clinker C3A-7 ou C3A-0 et laitier présentent une évolution stable ou décroissante des temps de début de prise avec la quantité de clinker.

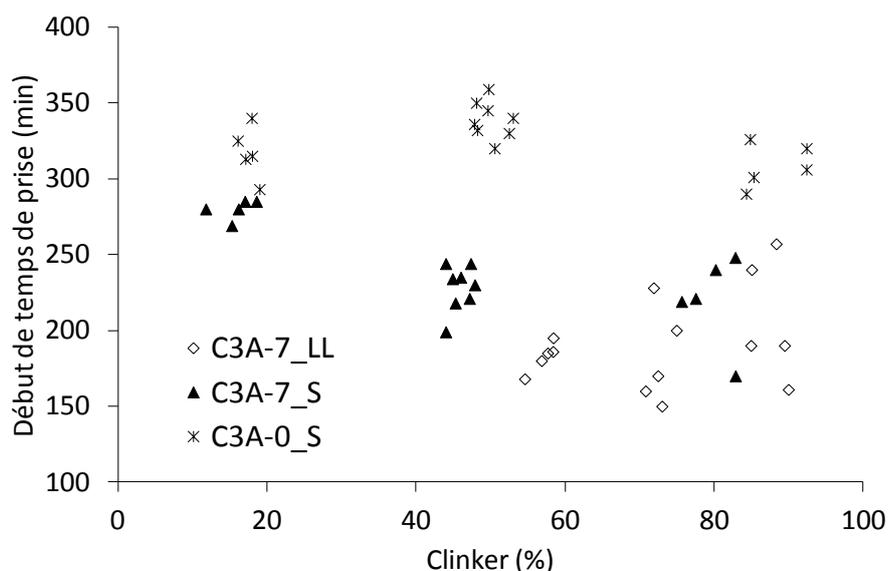


Figure I.3-3 : Evolution du début de prise en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment.

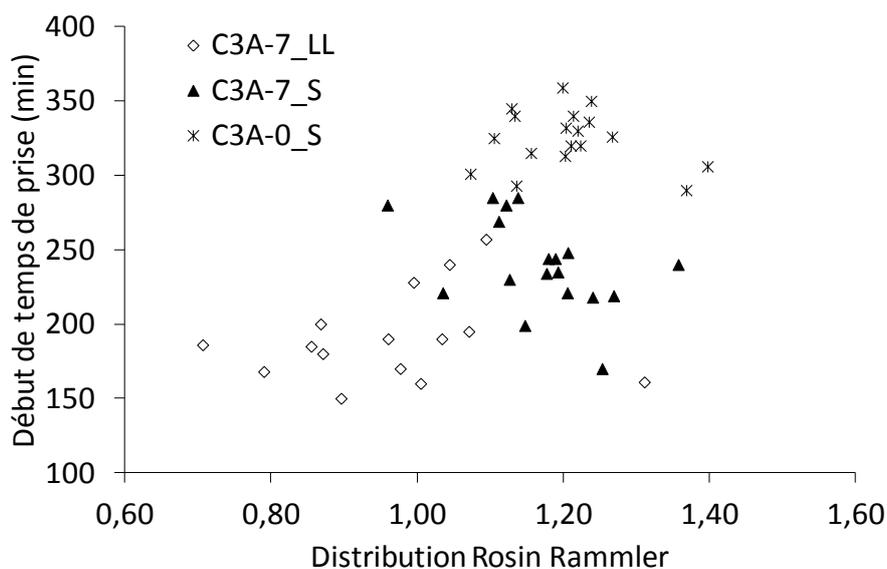


Figure I.3-4 : Evolution du début de prise en fonction de la distribution n Rosin Rammler.

Pour les ciments C3A-7\_LL, les temps de prise les plus longs sont ceux où il y a peu de filler calcaire, avec un diamètre médian faible et de manière indépendante de la quantité d'anhydrite.

Pour les ciments C3A-7\_S, les temps de prise les plus longs correspondent aux compositions contenant le plus de laitier, et ce sans effet de l'anhydrite ni de la finesse.

Enfin, pour les ciments C3A-0\_S, les plus grands temps de prise sont ceux pour les ciments avec beaucoup de laitier et une quantité d'anhydrite faible, étant donné que les sulfates permettent l'activation du laitier. Cet effet d'activation est plus visible pour ces ciments sans C3A. A noter que tous les temps de prise mesurés pour ces ciments sont plus longs que ceux pour C3A-7\_S, ce qui est expliqué par la présence de C4AF seul qui est plus lent à réagir que le C3A. Ces résultats peuvent être expliqués par plusieurs phénomènes : l'effet de l'addition, l'effet du type de clinker utilisé, l'effet du retardateur de prise et l'effet de la finesse.

Tout d'abord, le filler calcaire joue un rôle important au jeune âge, à la fois grâce à ses site de nucléation et à sa réactivité avec les aluminates de calcium présents dans le clinker [Berodier, 2015, Gutteridge and Dalziel, 1990]. Au contraire, le laitier ne réagit que tardivement suite à son activation par la Portlandite formée au cours de l'hydratation et par les sulfates apportés par l'anhydrite [Divet, et al., 2006]. L'effet d'activation du laitier par les sulfates est principalement visible pour les ciments C3A-0\_S, ce qui s'explique par l'absence de C3A qui consomme habituellement les sulfates.

Ensuite, l'hydratation plus rapide du C3A par rapport au C4AF explique la prise plus rapide des ciments avec le clinker C3A-7.

A noter, que l'effet de la finesse n'est visible que pour les ciments C3A-7\_LL, contenant peu de filler calcaire où la finesse influe sur la réactivité du clinker et accélère la prise. En effet, contrairement aux résultats obtenus avec les ciments au filler calcaire, où les temps de début de prise augmentent avec le degré de distribution n, les temps de début de prise les plus importants sont ceux avec les plus faibles

degrés de distribution  $n$  pour les ciments avec laitier. Ainsi, lorsque les ciments sont au filler calcaire, le mauvais empilement granulaire dû à la faible étendue de la distribution granulaire a un effet plus important que lorsque les ciments sont au laitier de par son effet retard sur les réactions d'hydratation par rapport à l'effet de la finesse.

Par ailleurs, les temps de prise obtenus pour les ciments C3A-0\_S contenant seulement 5 % de laitier sont supérieurs à ceux obtenus pour les ciments commerciaux fabriqués avec le même type de clinker, mais sans ajout de laitier ni d'anhydrite - de 290 à 325 minutes contre 200 minutes. Ceci peut être expliqué par la différence des distributions granulométriques qui, pour les ciments expérimentaux sont plus resserrées que pour les ciments commerciaux. De plus, la présence de 5 % de laitier peut également avoir un effet sur la réactivité du ciment. Il est intéressant de noter que la présence de 7,85 % d'anhydrite avec 5 % de laitier permet d'avoir les temps de prise les moins éloignés de ceux des ciments commerciaux (290 minutes).

A la vue des résultats, il résulte que le type et la quantité d'addition et l'effet du C3A, de par la composition du clinker priment sur l'effet de la finesse sur le temps de prise et que l'effet des sulfates sur le laitier est visible lorsqu'il n'y a pas de C3A.

### **I.3.1.2. Effet des facteurs sur l'évolution vers un état durci**

Une fois le ciment gâché, les propriétés thermiques et mécaniques évoluent rapidement. Il est donc nécessaire d'avoir une meilleure compréhension des phénomènes et de l'influence de la composition du ciment sur ceux-ci.

#### **I.3.1.2.1. Chaleur d'hydratation**

En plus de l'étude de l'état frais, il est important de connaître la courbe de dégagement de chaleur afin d'évaluer le temps de coffrage nécessaire et le risque de réaction sulfatique interne. L'analyse des résultats obtenus par mesure de chaleur Langavant permet d'avoir la chaleur totale dégagée lors de l'hydratation sur une semaine, le flux thermique ou la puissance qui correspond à la dérivée de la chaleur au cours du temps et le retard qui correspond au moment où le flux de chaleur atteint son maximum. Celui-ci peut être soit obtenu directement par la mesure soit corrigé en prenant en compte la thermoactivation du matériau (ce sera le cas dans notre analyse). Sur la Figure I.3-5 est présenté en exemple le type de courbe obtenue. A noter que les chaleurs à 41 h ont aussi été relevées et présentent une évolution similaire aux mesures de chaleurs faites à 168 h. De ce fait, seuls ici sont présentés les résultats à 168 h et ceux à 41 h en ANNEXE C sur la Figure C-1.

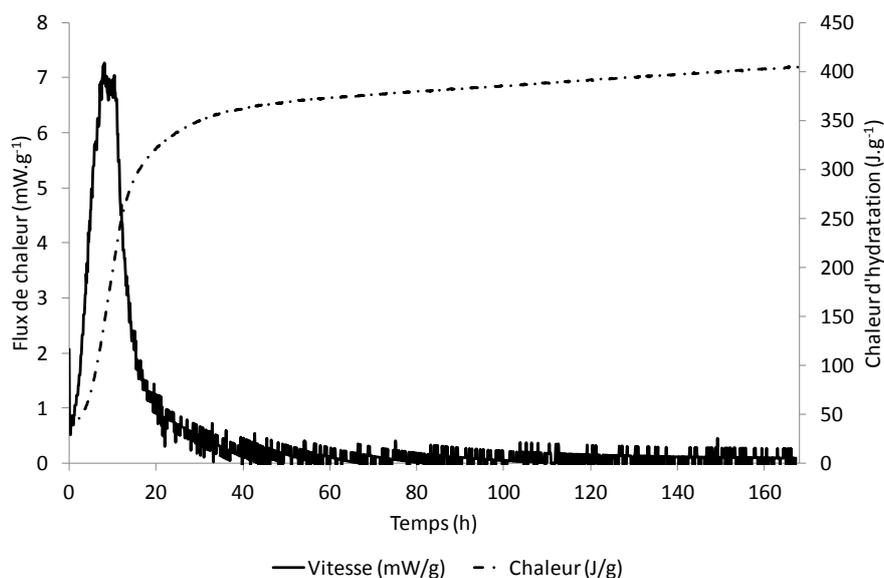


Figure I.3-5 : Exemple de courbe obtenue par mesure Langavant pour le ciment C3A-7\_5LL\_7,85A\_9.

La Figure I.3-6 représente l'évolution de la chaleur d'hydratation à 168 h mesurée par calorimètre de Langavant en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment. Comme attendu, la quantité de chaleur dégagée augmente avec le pourcentage de clinker.

Les ciments C3A-0\_S dégagent des chaleurs à 168 h moins importantes que les ciments C3A-7\_S, ce qui peut être expliqué par l'absence de C3A et la présence de C4AF, phase minéralogique moins réactive et moins exothermique ( $865 \text{ J.g}^{-1}$  pour le C3A et  $418 \text{ J.g}^{-1}$  pour le C4AF [Hewlett, 1998]). Ceci n'est plus vrai lorsque la quantité de laitier devient trop importante (80 % de laitier), car dans ce cas, le laitier est le réactif majoritaire du ciment.

Par ailleurs, il est reconnu que la présence d'ajouts dans le ciment, que ce soit du filler calcaire ou du laitier, ainsi que l'augmentation du diamètre médian diminuent la quantité de chaleur dégagée [Bentz, et al., 1999, Costoya Fernandez, 2008, Lothenbach, et al., 2011]. Les ciments C3A-7\_S dégagent plus de chaleur que ceux C3A-7\_LL de par la réactivité du laitier. Enfin, la quantité d'anhydrite ne semble pas avoir d'effet sur la chaleur dégagée.

Les mesures de chaleur ont également été analysées par rapport à la distribution granulométrique n Rosin Rammler. Il semble que plus la distribution granulométrique est resserrée, plus la quantité de chaleur dégagée à 168 h est importante. Cependant, les ciments avec filler calcaire présentent une importante dispersion. Cet effet de la distribution granulométrique peut être relié à la finesse avec un effet thermique par rapport à l'auto-entretien de la réaction plus important lorsque les grains sont fins.

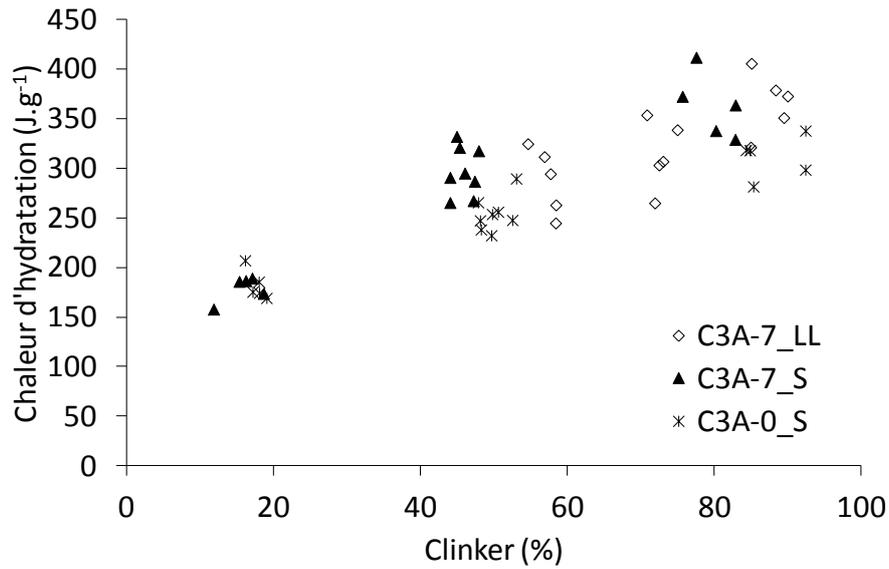


Figure I.3-6 : Evolution de la chaleur d'hydratation à 168h en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment.

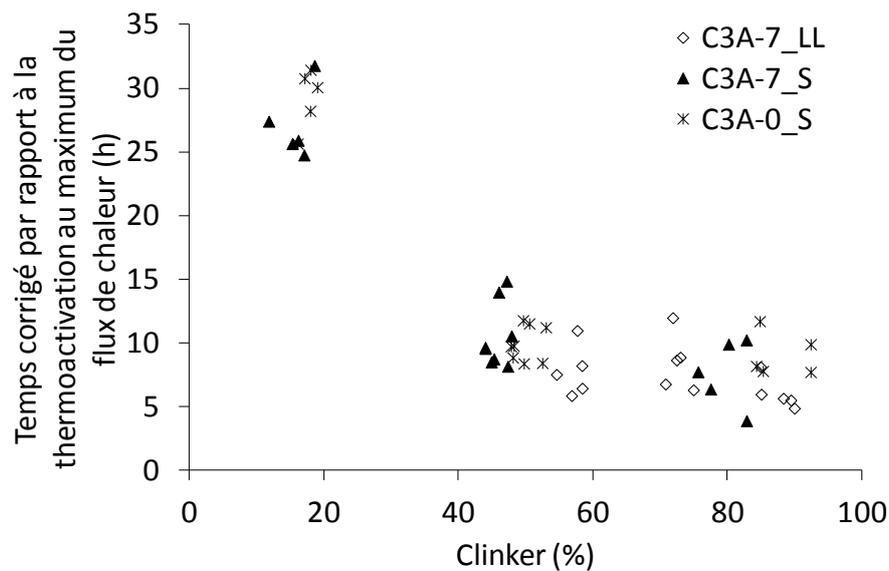


Figure I.3-7 : Evolution du temps corrigé par rapport à la thermoactivation au maximum du flux de chaleur en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment.

La Figure I.3-7 représente l'évolution du temps où le flux de chaleur est maximal, exprimé en temps corrigé par rapport à la thermoactivation, en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment. La prise en compte de la thermoactivation permet de corriger les temps réels mesurés selon la température obtenue si les essais avaient été réalisés en conditions adiabatiques. Ce calcul est effectué selon l'équation I.1-37 et le rapport  $E_a/R$  est pris égal à 4700 K à chaque fois. Les températures adiabatiques calculées sont différentes selon la composition de chaque ciment cf. équation I.2-18. L'addition croissante d'ajouts dans le ciment a pour effet de diminuer la température adiabatique, et ce de façon encore plus visible pour le laitier par rapport au filler calcaire cf. ANNEXE C sur la Figure C-2.

L'augmentation de la quantité d'ajouts dans le ciment, augmente le temps (corrigé par rapport à la thermoactivation) où le flux de chaleur est maximal. Pour des pourcentages faibles à moyens (de 5 à 35 pour le filler calcaire à 42,5 pour le laitier), il est possible de voir que les effets sur le retard semblent équivalents, mais que pour les très grands pourcentages de laitier, le retard peut être triplé. Ceci s'explique par la lente réactivité du laitier qui répartit la production de chaleur au cours du temps, contrairement au clinker qui produit rapidement un pic de chaleur.

Par ailleurs, il est possible de constater que les ciments C3A-7\_S et C3A-0\_S présentent une légère différence qui met en avant la plus lente réactivité des ciments au C4AF par rapport à ceux au C3A.

Les mesures du temps corrigé par rapport à la thermoactivation au maximum du flux de chaleur ont également été analysées par rapport à la distribution granulométrique n Rosin Rammler mais ne présentent pas de tendance significative.

Enfin, lorsque l'on s'intéresse un peu plus en détail à l'effet de la présence d'ajout dans le ciment sur les dégagements de chaleur, on constate que lorsque l'ajout – filler calcaire ou laitier - est présent en grande quantité, la finesse du ciment perd son efficacité cf. Figure I.3-8. La chaleur d'hydratation dégagée est identique quand beaucoup d'ajout est présent dans le ciment. Ainsi, la présence d'ajout dilue le clinker et diminue donc l'effet de la finesse sur la réactivité de celui-ci.

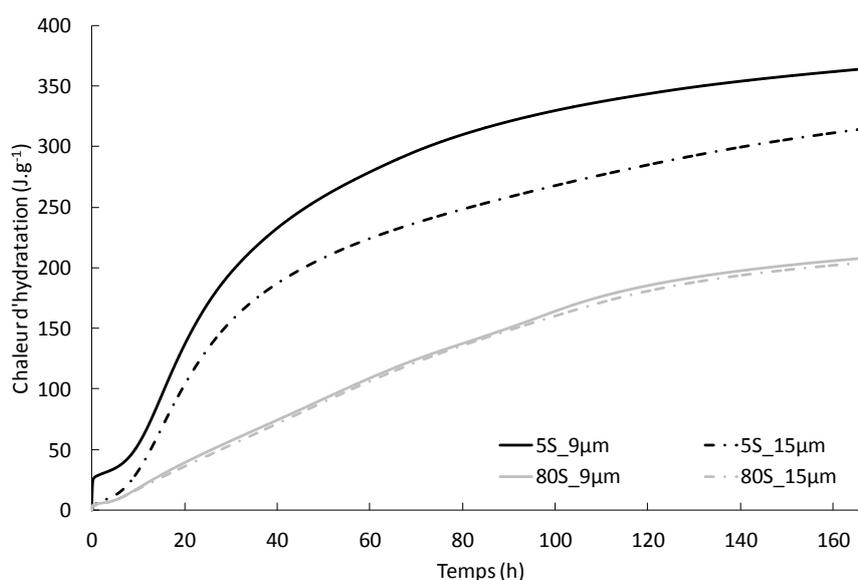


Figure I.3-8 : Evolution de la chaleur d'hydratation mesurée par microcalorimétrie isotherme pour les ciments C3A-7 contenant 5 ou 80 % de laitier, 7,85 % d'anhydrite, E/C = 0,5 et T = 20 °C.

#### I.3.1.2.2. Résistances mécaniques en compression

Les Figure I.3-9 et Figure I.3-10 représentent l'évolution des résistances en compression à 2 et 28 jours en fonction du pourcentage de clinker présent dans les ciments. Les résultats pour les mesures à 1, 7 et 91 jours sont présentés en ANNEXE C sur les Figure C-3, Figure C-4 et Figure C-5. Les résistances en compression à 2 jours sont similaires pour les ciments C3A-7\_LL et C3A-7\_S alors que les ciments C3A-0\_S présentent des résistances nettement inférieures aux deux types de ciments. Au

contraire, les résistances en compression à 28 jours présentent des résultats différents : les résistances obtenues pour les ciments contenant du laitier sont supérieures à celles contenant du filler calcaire.

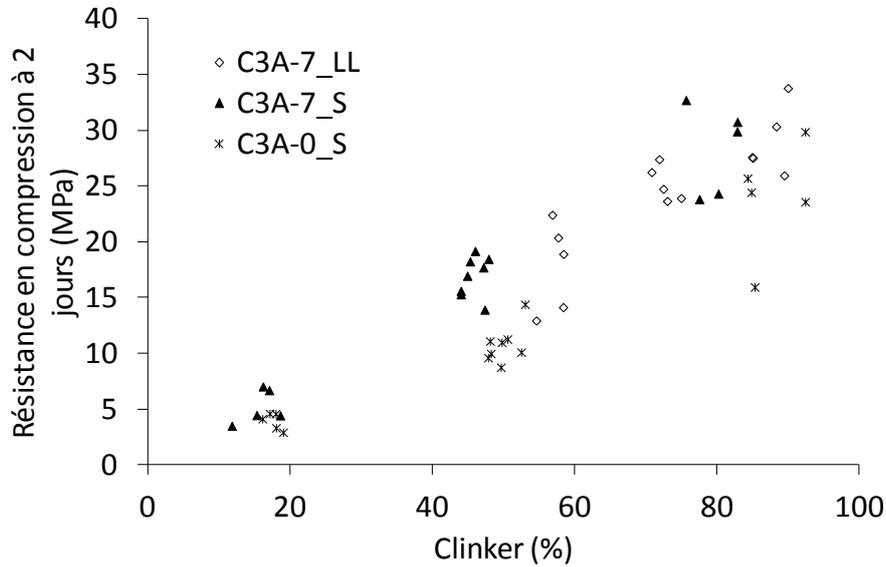


Figure I.3-9 : Evolution des résistances en compression à 2 jours en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment.

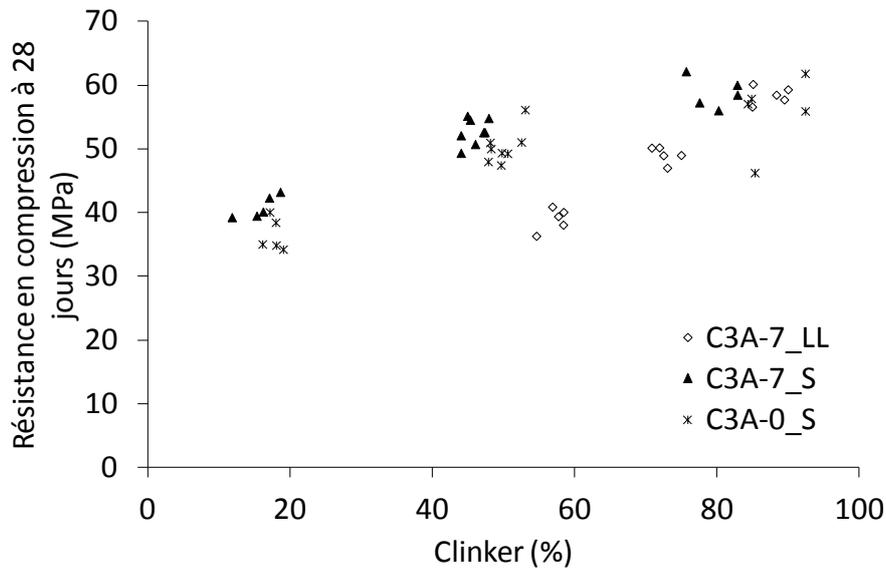


Figure I.3-10 : Evolution des résistances en compression à 28 jours en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment.

Ceci peut être expliqué par plusieurs phénomènes : l'effet de l'addition et l'effet du type de clinker.

Au jeune âge, le filler calcaire, contrairement au laitier, peu réactif au jeune âge, a deux effets :

- un effet filler et un effet de sites de nucléation favorisant l'hydratation du ciment,
- un effet chimique de par son hydratation avec les aluminates de calcium présents dans le ciment.

Ainsi, les résistances en compression au jeune âge sont quasiment identiques à 2 jours pour C3A-7\_LL et C3A-7\_S. La faible infériorité des résistances obtenues pour les ciments C3A-0\_S pourrait s'expliquer par la composition du clinker et l'absence de C3A, plus réactif que le C4AF.

Les résistances obtenues sur le long terme mettent, au contraire en évidence la réactivité du laitier, donnant ainsi des résistances supérieures pour les ciments au laitier par rapport à ceux au filler calcaire. L'analyse des résistances en fonction de la distribution granulométrique n Rosin Rammler ne présente pas de réelle tendance étant donné la forte disparité des résultats.

Ainsi au jeune âge, l'effet du clinker de par sa composition prime sur l'effet de l'addition, alors qu'à plus long terme, c'est l'effet de l'addition qui devient majoritaire sur les résistances.

Comme pour les chaleurs d'hydratation, lorsque l'on regarde l'évolution de celles-ci pour des ciments avec différents pourcentages d'ajout – filler calcaire ou laitier, on remarque que l'effet de la finesse est dilué : plus la quantité d'ajout est grande, moins la finesse est efficace et les résistances similaires cf. Figure I.3-11. Il n'est donc pas nécessaire de sur-broyer le ciment. L'effet d'un broyage complet de tous les composants du ciment ou d'un simple co-broyage du clinker et du régulateur de prise est encore régulièrement débattu comme lors du projet ANR « Ecobétons ».

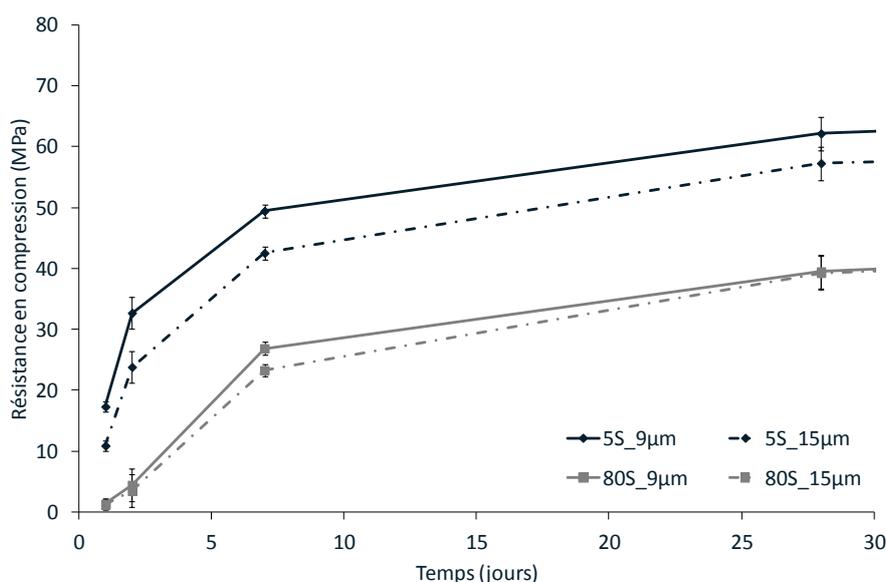


Figure I.3-11 : Evolution des résistances en compression des ciments C3A-7 contenant 5 ou 80 % de laitier, 7,85 % d'anhydrite, E/C = 0,5, T = 20 °C.

### I.3.1.3. Conclusion

Grâce à ces essais, il a été possible de mettre en évidence l'effet de l'addition, de la composition du clinker, principalement du C3A et de la finesse sur les caractéristiques du ciment, de l'état frais - mesure de la demande en eau et du temps de prise – à l'état durci – chaleur d'hydratation et résistances mécaniques. La demande en eau est plus influencée par la distribution granulométrique - les ciments fabriqués ici ont des distributions granulaires plus resserrées que les ciments commerciaux - et l'effet du C3A que par la présence d'addition. Pour le temps de prise c'est la présence d'addition en plus du

C3A qui prime sur la finesse et l'effet activateur des sulfates sur le laitier est plus efficace lorsqu'il n'y a pas de C3A dans le ciment.

Enfin, une fois le ciment durci, c'est l'effet de l'addition et l'effet du C3A qui influencent le plus la quantité de chaleur dégagée lors de l'hydratation. Concernant les résistances mécaniques, au jeune âge, l'effet du clinker de par sa composition prime sur l'effet de l'addition, alors qu'à plus long terme, c'est l'effet de l'addition qui devient majoritaire.

De plus, lorsque beaucoup d'ajout est substitué au clinker, il n'est pas nécessaire de sur-broyer le ciment car la même quantité de chaleur est dégagée et les mêmes résistances en compression sont atteintes. Sous la dilution de l'ajout, la finesse perd son efficacité.

### **I.3.2. Création de modèles analytiques**

En parallèle de cette analyse générale, les données recueillies pour chaque ciment sont analysées par famille dans le but d'obtenir des modèles permettant de relier les résistances mécaniques ou les chaleurs d'hydratation avec la composition du ciment. Dans cette partie sont donc présentés les résultats obtenus.

#### **I.3.2.1. Analyse avec les valeurs utilisées pour construire les plans d'expériences**

L'analyse a été faite en ne prenant en compte que les trois paramètres initiaux des plans d'expériences : le pourcentage d'addition (% LL ou %S), le pourcentage d'anhydrite (%CS) et le D50 du co-broyage clinker-anhydrite ( $D_{50}$ ). Ceci a été fait pour les trois plans d'expériences de manière indépendante. Etant donné que les plans d'expériences ont été construits dans le but d'avoir des surfaces de réponses, chaque analyse est lancée avec les paramètres à la puissance 1, à la puissance 2 et croisés deux par deux. Par exemple cela donne pour le plan avec le filler calcaire : %LL, %LL<sup>2</sup>, %CS, %CS<sup>2</sup>,  $D_{50}$ ,  $D_{50}^2$ , %LL.%CS, %LL. $D_{50}$  et %CS. $D_{50}$ . Afin de sélectionner les facteurs ayant les rôles les plus importants pour chaque réponse, la p-value est observée. Celle-ci correspond à la plus faible valeur au dessus de laquelle les facteurs sont considérés comme n'ayant pas d'influence sur la réponse [Wasserman, 2004]. Une valeur de 5 % d'erreur est fixée. Ainsi, si la p-value est inférieure à cette valeur, alors nous considérons que le facteur a de l'importance, et si elle est supérieure, alors le facteur n'est pas pris en compte dans l'équation modèle. Les équations modèles obtenues sont ensuite comparées avec les valeurs expérimentales et validées si l'écart entre les deux est inférieur à 2 fois l'écart type des mesures expérimentales. Le choix de cette incertitude égale à 2 fois l'écart type permet de n'avoir que 5 % d'erreur.

Famille de ciment	Réponse mesurée	Equations modèles	Valeur acceptée donnant une incertitude expérimentale à 5 %	Valeur moyenne expérimentale mesurée	Valeur moyenne calculée d'après le modèle	Ecart moyen entre l'expérimental et le modèle
C3A-7_LL	Chaleur d'hydratation à 168 h (J.g <sup>-1</sup> )	$331,71 - 2,608.\%LL + 7,336.\%CS + 0,523.\%LL.\%CS$	24,07	329,08	374,86	45,78
	Échauffement maximal (°C)	$39,57 - 0,329.\%LL + 0,45.\%CS - 0,513.D_{50} + 0,040.\%LL.\%CS$	1,82	30,10	33,62	3,52
	Demande en eau	$49,32 - 0,178.\%LL - 0,585.\%CS - 0,683.D_{50}$	1,23	34,49	34,56	0,07
	Début de prise (min)	$255,2 - 0,827.\%LL - 4,00.D_{50}$	1,50	181,82	191,23	9,41
	Rc 2 jour (MPa)	$43,00 - 0,376.\%LL - 0,858.D_{50} - 0,008.\%LL^2$	0,99	24,50	21,36	2,94
	Rc 28 jours (MPa)	$67,80 - 0,650.\%LL - 0,497.D_{50}$	2,64	49,86	49,32	0,58
C3A-7_S	Chaleur d'hydratation à 168 h (J.g <sup>-1</sup> )	$401,55 - 2,459.\%S - 0,019.\%S^2$	59,46	286,09	255,29	30,80
	Échauffement maximal (°C)	$37,17 - 0,228.\%S - 0,413.\%CS - 0,506.D_{50}$	0,81	22,99	19,51	3,52
	Demande en eau	$41,49 - 0,068.\%S - 0,55.D_{50} + 0,002.\%S^2$	0,50	34,00	37,00	3,04
	Début de prise (min)	$194,01 + 0,803.\%S + 0,015.\%S^2$	21,51	238,74	263,35	24,61
	Rc 2 jour (MPa)	$34,44 - 0,308.\%S - 0,349.D_{50} + 0,016.\%S.D_{50}$	2,64	17,21	25,20	7,99
	Rc 28 jours (MPa)	$62,90 - 0,239.\%S - 0,002.\%S^2$	2,78	51,34	48,30	3,03

C3A-0_S	Chaleur à d'hydratation 168 h (J.g <sup>-1</sup> )	348, 20 – 1,733.%S – 4,283.%CS	12,85	244,62	246,79	1,17
	Échauffement maximal (°C)	34,12 – 0,226.%S – 0,457.D <sub>50</sub>	1,84	18,52	18,78	0,26
	Demande en eau	36,23 + 0,043.%S – 0,441.%CS – 0,420.D <sub>50</sub>	0,00	30,53	30,53	0,00
	Début de prise (min)	350,38 + 0,103.%S – 2,694.%CS – 0,019.%S <sup>2</sup>	28,16	322,84	286,68	36,16
	Rc 2 jour (MPa)	39,26 – 0,271.%S – 1,038.%CS - 0,771.D <sub>50</sub>	1,16	12,00	11,94	0,06
	Rc 28 jours (MPa)	67,95 – 0,257.%S – 0,753.D <sub>50</sub>	1,61	47,28	47,37	0,08

Tableau I.3-1 : Tableau récapitulatif des équations modèles obtenues avec les 3 facteurs utilisés pour construire les plans d'expériences - valeurs théoriques - et des écarts entre les valeurs expérimentales et celles calculées d'après les modèles pour les 3 plans d'expériences.

Pour chaque plan d'expériences, nous avons regardé la chaleur d'hydratation, la puissance, le retard et l'échauffement maximal mesurés par calorimètre de Langavant, ainsi que la demande en eau, le début de prise, les résistances en compression de 1 à 91 jours et les retraits et gonflements jusqu'à 1 an. Dans le Tableau I.3-1 ci-dessous ne sont présentées que les équations - chaleur d'hydratation à 168 h, échauffement maximal mesurés par Langavant, début de prise et résistances en compression à 2 et 28 jours - obtenues ainsi que les écarts types et les différences entre valeurs expérimentales et valeurs modèles. Les autres équations obtenues sont présentées en ANNEXE D dans le Tableau D-1.

Après calcul de la différence moyenne entre les mesures expérimentales et les valeurs obtenues avec les modèles, puis comparaison avec la valeur de l'écart accepté pour avoir une incertitude à 5 %, il est possible de voir avec les écarts présentés dans le tableau ci-dessus que la plupart des équations modèles ne répondent pas au critère de sélection de chaque réponse.

Afin d'améliorer cela, il pourrait être envisagé de prendre plus de facteurs en considération que les 3 utilisés pour construire les plans d'expériences. Cependant, étant donné que les ciments ont été fabriqués par substitution du clinker par l'addition – filler calcaire ou laitier, en plus d'avoir les différentes phases minéralogiques du clinker liées entre elles, il y a aussi celles de l'addition. De plus, comme le total de composant est égal à 100 les phases du clinker et de l'addition sont aussi liées avec celles de l'anhydrite. Il n'est donc pas possible d'obtenir une équation polynomiale en les prenant toutes en compte.

### I.3.2.2. Analyse avec les valeurs expérimentales des facteurs sélectionnés

L'autre solution testée est de ne prendre en compte que les 3 facteurs ayant servi à construire les plans d'expériences mais avec les valeurs réelles des facteurs – pourcentage de filler calcaire ou de laitier,

pourcentage d'anhydrite et  $D_{50}$  du ciment - et non celles attendues. Les résultats – chaleur d'hydratation à 168h, échauffement maximal mesuré en QAB, début de temps de prise et résistances en compression à 2 et 28 jours - sont présentés dans le Tableau I.3-2. Les autres résultats sont présentés en ANNEXE D dans le Tableau D-2.

Famille de ciment	Réponse mesurée	Equations modèles	Valeur acceptée donnant une incertitude expérimentale à 5 %	Valeur moyenne expérimentale mesurée	Valeur moyenne calculée d'après le modèle	Ecart moyen entre l'expérimental et le modèle
C3A-7_LL	Chaleur d'hydratation à 168 h ( $J.g^{-1}$ )	$377,92 - 2,613.\%LL_{DRX}$	24,07	329,08	323,95	5,13
	Échauffement maximal ( $^{\circ}C$ )	$44,72 - 0,338.\%LL_{DRX} - 0,683.D_{50}$	1,82	30,10	33,68	3,58
	Demande en eau	$54,03 - 0,191.\%LL_{DRX} - 0,682.\%CS_{DRX} - 0,977.D_{50}$	1,23	30,53	34,65	0,17
	Début de prise (min)	Pas d'équation respectant les 5 % d'erreur	1,50	181,82	-	-
	Rc 2 jour (MPa)	$49,64 - 0,391.\%LL_{DRX} - 1,360.D_{50} + 0,008.\%LL_{DRX}^2$	0,99	24,50	21,36	3,14
	Rc 28 jours (MPa)	$68,67 - 0,641.\%LL_{DRX} - 0,525.D_{50}$	2,64	49,86	49,32	0,54
C3A-7_S	Chaleur d'hydratation à 168h ( $J.g^{-1}$ )	$438,70 - 2,890.\%S_{DRX} - 0,032.\%S_{DRX}^2$	59,46	286,09	219,94	66,15
	Échauffement maximal ( $^{\circ}C$ )	$55,59 - 0,336.\%S_{DRX} - 1,232.D_{50} - 0,003.\%S_{DRX}^2$	0,81	22,99	16,41	6,59
	Demande en eau	$54,67 - 0,055.\%S_{DRX} - 1,508.D_{50} + 0,276.D_{50}^2$	0,50	34,00	94,54	60,54
	Début de prise (min)	$181,19 + 0,963.\%S_{DRX} + 0,022.\%S_{DRX}^2$	21,51	238,74	284,76	46,02
	Rc 2 jour (MPa)	$45,95 - 0,356.\%S_{DRX} - 0,967.D_{50}$	2,64	17,21	17,34	0,13
	Rc 28 jours (MPa)	$66,55 - 0,283.\%S_{DRX} - 0,003.\%S_{DRX}^2$	2,78	51,34	45,49	5,85

C3A-0_S	Chaleur d'hydratation à 168 h (J.g <sup>-1</sup> )	325,99 – 1,794.%S <sub>DRX</sub>	12,85	244,62	247,12	1,50
	Échauffement maximal (°C)	45,34 – 0,073.%S <sub>DRX</sub> – 0,499.D <sub>50</sub> – 1,025.D <sub>50</sub>	1,84	18,52	18,53	0,01
	Demande en eau	36,44+0,046.%S <sub>DRX</sub> – 0,624.D <sub>50</sub>	0,00	34,00	30,43	0,09
	Début de prise (min)	364,42 + 0,046.%S <sub>DRX</sub> – 4,745.%CS <sub>DRX</sub> – 0,019.%S <sub>DRX</sub> <sup>2</sup>	28,16	322,84	337,00	14,16
	Rc 2 jour (MPa)	25,56 – 0,141.%S <sub>DRX</sub> – 1,170.D <sub>50</sub> + 0,001.%S <sub>DRX</sub> <sup>2</sup>	1,16	12,00	11,88	0,11
	Rc 28 jours (MPa)	47,12 – 0,294.%S <sub>DRX</sub> – 0,883.%CS <sub>DRX</sub> – 1,325.D <sub>50</sub>	1,61	47,28	39,40	7,88

Tableau I.3-2 : Tableau récapitulatif des équations modèles obtenues avec les 3 facteurs utilisés pour construire les plans d'expériences - valeurs réelles - et des écarts entre les valeurs expérimentales et celles calculées d'après les modèles pour les 3 plans d'expériences.

Comme précédemment, après calcul de la différence moyenne entre les mesures expérimentales et les valeurs obtenues avec les modèles, puis comparaison avec la valeur de l'écart accepté pour avoir une incertitude à 5 %, on constate qu'avec les écarts présentés dans le tableau ci-dessus, la plupart des équations modèles ne répondent pas au critère de sélection de chaque réponse. Cependant, l'écart entre le modèle et l'expérimental diminue en utilisant les vraies valeurs des facteurs à la place des valeurs théoriques. Le cumul des incertitudes lors de la fabrication des ciments peut expliquer la non cohérence des modèles avec la réalité cf. I.2.2.5.

Une solution envisagée serait d'ajouter de nouvelles compositions dans les plans d'expériences déjà construits ce qui pourrait permettre d'agrandir la base de données et d'avoir peut être ainsi moins d'interactions entre les facteurs. De plus, comme l'analyse est établie par rapport à des résultats statistiques, l'augmentation du nombre de données serait un bénéfice pour la création de modèles et diminuerait les incertitudes.

### I.3.2.3. Conclusion

L'analyse des résultats avec le logiciel JMP dans le but d'obtenir des équations modèles s'est révélée plus difficile que prévue. En effet, l'idée de départ de prendre en compte les différentes phases minéralogiques du clinker, de l'anhydrite et de l'addition (filler calcaire ou laitier) n'a pas été réalisable étant donné la substitution opérée entre le clinker et l'addition. De plus, on remarque que même dans le clinker ou l'ajout, les phases minéralogiques sont liées.

La solution suivante a donc été de n'utiliser seulement que les 3 facteurs – théoriques ou réels - ayant servi à construire les plans d'expériences. Cependant, cette solution ne s'est pas avérée beaucoup plus

concluante avec, le plus souvent, des écarts entre l'expérimental et le modèle supérieurs à deux fois l'écart type. Ceci peut être expliqué par le cumul des incertitudes lors de la fabrication des ciments (broyage et mélange) et des incertitudes sur les analyses expérimentales, qui rend plus difficile l'analyse statistique cf. I.2.2.5. A noter que lorsque ce sont les valeurs réelles des facteurs qui sont utilisées pour créer les modèles, les écarts entre les équations modèles et les analyses diminuent, ce qui permet de penser qu'il serait possible d'obtenir des équations modèles prédisant mieux les réponses mesurées si les incertitudes étaient moindres.

La solution envisagée serait donc de refaire de nouvelles compositions cimentaires situées dans les domaines de travail afin d'augmenter la base de données tout en minimisant les incertitudes de fabrication et de mesure afin d'améliorer l'analyse statistique. Il serait aussi possible de fabriquer chaque phase minéralogique principale du clinker et de les mélanger de manière à obtenir un clinker de laboratoire tout en limitant les incertitudes de fabrication, et ainsi diminuer les interactions entre chaque facteur utilisé pour les équations modèles.

### **I.3.3. Conclusion**

La fabrication et l'analyse des caractéristiques de ces ciments a permis de mettre en évidence l'effet des aluminates du clinker et de la distribution granulaire sur la demande en eau et la chaleur d'hydratation. L'utilisation d'ajout influence plus particulièrement le temps de prise et les résistances mécaniques, même si au jeune âge, la réactivité du C3A peut influencer le dégagement de chaleur et montées en résistances. De plus, plus le clinker est substitué en ajout, moins la finesse est efficace. Dans ce cas là, le sur-broyage du matériau n'est donc pas nécessaire.

A la suite de ces essais, une analyse statistique a été réalisée afin d'obtenir des équations modèles donnant le temps de prise, la demande en eau, la chaleur d'hydratation ou les résistances mécaniques du ciment. Cependant, cela a été plus difficile que prévu étant donné la relation qui existait entre les différents matériaux (clinker, ajout et anhydrite) composant le ciment. Des équations ne reliant que les 3 facteurs utilisés pour construire les plans d'expériences ont été obtenues, soit avec les valeurs théoriques soit avec les valeurs réelles de ces facteurs, mais sans totalement répondre aux critères d'incertitude acceptés. De ce fait, d'autres solutions seraient de refaire de nouvelles compositions afin de compléter les plans d'expériences, afin d'améliorer l'analyse statistiques ou de créer les phases du clinker en laboratoire de manière indépendante et les mélanger afin d'obtenir un clinker.

## **I.4. Sélection des ciments**

Afin de mener l'étude sur l'exothermie des bétons et les risques de fissuration au jeune âge selon la composition de ceux-ci, une sélection de 9 ciments a été réalisée. Les paragraphes ci-dessous détaillent comment le choix des ciments a été réalisé.

## I.4.1. Critères de sélection

La sélection des ciments s'est faite sur le critère de la chaleur d'hydratation des ciments mesurée par calorimètre de Langavant et les classes de résistance mécanique, dans le but de voir l'influence de la formulation des bétons sur leurs échauffements et risques de fissuration. Ainsi, des ciments à faible, moyenne et forte chaleur d'hydratation sont sélectionnés.

## I.4.2. Ciments sélectionnés

Cette partie détaille d'abord les ciments, puis les compare selon un suivi d'hydratation et des flux de chaleurs mesurées par microcalorimétrie isotherme. A noter que les retraits mesurés sur les éprouvettes ne sont pas endogènes mais totaux car celles-ci n'étaient pas emballées.

### I.4.2.1. Ciments C3A-7\_LL

Pour le plan d'expériences ciment avec le clinker C3A-7 et le filler calcaire, les ciments sélectionnés sont le C3A-7\_35LL\_5,85A\_12 (basse chaleur d'hydratation), C3A-7\_20LL\_5,85A\_12 (moyenne chaleur d'hydratation) et le C3A-7\_5LL\_7,85A\_9 (forte chaleur d'hydratation).

#### I.4.2.1.1. Ciment anhydre

Les caractéristiques minéralogiques des ciments sont répertoriées dans le Tableau I.4-1 ci-dessous. L'analyse DRX concorde avec les pourcentages de filler calcaire incorporés au moment de la fabrication. Cependant, il est possible de voir un pourcentage d'anhydrite légèrement supérieur à celui attendu.

Phase (% massique)	35LL_5,85A_12	20LL_5,85A_12	5LL_7,85A_9
C3S	33,4	42,2	50,4
C2S	10,2	11,1	15,6
C3A	4,0	4,7	5,7
C4AF	7,6	9,3	9,4
Chaux + Portlandite	0,7	1,0	2,8
Calcite + Dolomite	35,8	22,7	5,9
Anhydrite	6,0	5,2	8,4
Bassanite + Gypse	1,3	2,7	0,1
Arcanite	0,2	0,3	0,5
Aphtitalite	0,5	0,4	0,9
Periclase + Quartz	0,4	0,5	0,8

Tableau I.4-1 : Compositions minéralogiques des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL obtenues par DRX.

La composition chimique des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de clinker C3A-7 et filler calcaire est détaillée dans le Tableau I.4-2. Ces mesures sont obtenues par FX.

Oxyde (%)	35LL_5,85A_12	20LL_5,85A_12	5LL_7,85A_9
SiO <sub>2</sub>	12,85	15,90	18,41
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,40	4,23	4,70
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,08	2,54	2,83
CaO	59,94	61,49	62,69
MgO	1,34	1,53	1,63
SO <sub>3</sub>	3,37	3,11	4,75
K <sub>2</sub> O	0,45	0,55	0,59
Na <sub>2</sub> O	0,14	0,17	0,20
SrO	0,06	0,06	0,08
TiO <sub>2</sub>	0,19	0,25	0,29
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,30	0,37	0,47
MnO	0,11	0,13	0,18
Cl	< 0,01	< 0,01	< 0,01

Tableau I.4-2 : Compositions chimiques des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL obtenues par FX.

Dans le Tableau I.4-3 sont présentées les caractéristiques physiques (granulométrie, demande en eau et temps de prise) des trois ciments sélectionnés. Il est possible de voir que les temps de prise et demande en eau des ciments ne sont pas les mêmes. Ces différences peuvent être expliquées à la fois par la finesse et la surface Blaine du ciment, mais aussi par leur distribution granulométrique. Même si les D<sub>10</sub>, D<sub>50</sub> et D<sub>90</sub> des ciments sont proches les uns des autres, leur distribution granulométrique est différente, ce qui est mis en avant par le degré de distribution Rosin Rammler et la finesse pour laquelle le résidu est supérieur à 36,8 %. Plus la distribution granulaire est resserrée, plus n est grand, plus le ciment est monomodal, ce qui a pour effet d'augmenter la demande en eau. De plus, la présence d'ajout non réactif – jusqu'à 35 % de filler calcaire – et d'anhydrite en quantité supérieure - 7,85 % pour l'un des ciments - peut retarder la prise (jusqu'à une heure ici).

	35LL_5,85A_12	20LL_5,85A_12	5LL_7,85A_9
D <sub>10</sub> (µm)	1,5	1,7	1,9
D <sub>50</sub> (µm)	11,2	11,4	12,0
D <sub>90</sub> (µm)	41,0	33,8	37,2
Degré de distribution n Rosin Rammler	0,85	0,98	1,04
Finesse pour laquelle résidu > 36,8 % (µm)	16,7	15,9	16,8
Blaine (cm <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	5307	4450	4273
Masse volumique (g.cm <sup>-3</sup> )	3,00	3,06	3,13
Demande en eau (%)	32,0	34,0	37,0
Début de prise (min)	185	170	240
Fin de prise (min)	260	225	310

Tableau I.4-3 : Caractéristiques des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL.

### I.4.2.1.2. Chaleur d'hydratation, résistances mécaniques, retrait et gonflement

En plus de caractériser le ciment à l'état anhydre, des mesures de chaleur d'hydratation sur pâte pure de ciment et sur mortier sont réalisées. Les résultats calorimétriques sont présentés dans le Tableau I.4-4 et les courbes respectivement obtenues par microcalorimétrie isotherme (flux de chaleur et chaleur d'hydratation) et calorimètre de Langavant (échauffement et chaleur d'hydratation) sur les Figure I.4-1 et Figure I.4-3.

		35LL_5,85A_12	20LL_5,85A_12	5LL_7,85A_9
Microcalorimétrie isotherme	Chaleur d'hydratation 168 h (J.g <sup>-1</sup> )	280	264	333
	1 <sup>er</sup> pic flux de chaleur (mW.g <sup>-1</sup> )	2,0	2,1	2,4
	Abscisse 1 <sup>er</sup> pic (h)	9,3	10,8	13,6
	2 <sup>ème</sup> pic flux de chaleur (mW.g <sup>-1</sup> )	1,24	1,36	-
	Abscisse 2 <sup>ème</sup> pic (h)	30,15	26,90	-
Calorimètre de Langavant	Chaleur d'hydratation 168 h (J.g <sup>-1</sup> )	294	303	406
	Puissance (W.g <sup>-1</sup> )	4,4	8,0	7,3
	Retard (h)	13,7	10,3	9,1
	Q41	255	296	364
	Q120	275	302	392
	Échauffement maximum (°C)	25,6	29,3	36,3
	Abscisse échauffement maximum (h)	17,6	17,2	15,4

Tableau I.4-4 : Mesures des flux de chaleur et des chaleurs d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme et calorimètre de Langavant pour les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL.

Quelque soit la méthode de mesure, le ciment ne contenant que 5 % de filler calcaire est le plus exothermique et les réactions d'hydratation se déroulent simultanément. Ceci est mis en avant par la Figure I.4-1 : un seul pic sur le flux de chaleur est visible contrairement aux autres ciments où deux pics sont visibles. En accord avec l'état de l'art, la présence de filler calcaire comme ajout dans le ciment diminue la quantité de chaleur dégagée au cours de l'hydratation étant donné sa faible réactivité cf. I.1.2.3.

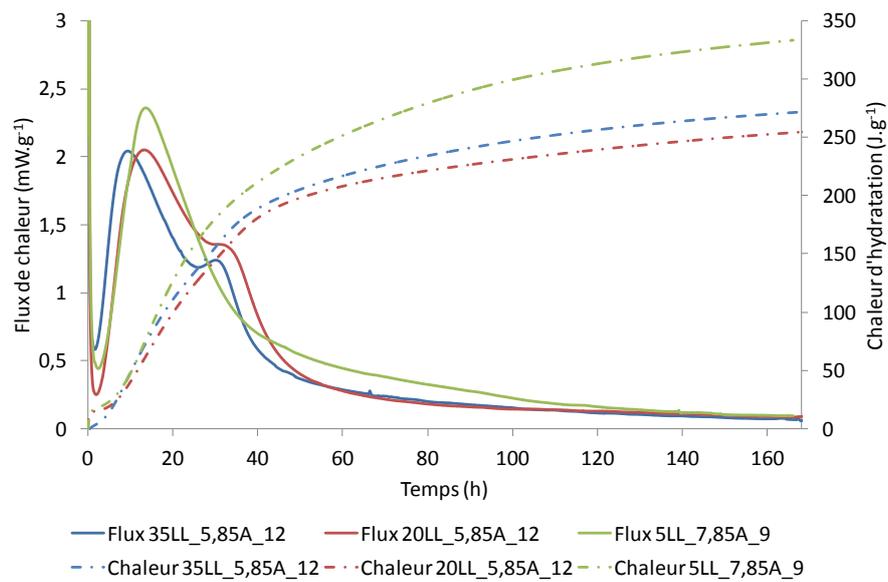


Figure I.4-1 : Evolution des flux de chaleur et des chaleurs d'hydratation mesurées par microcalorimétrie isotherme pour les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL.

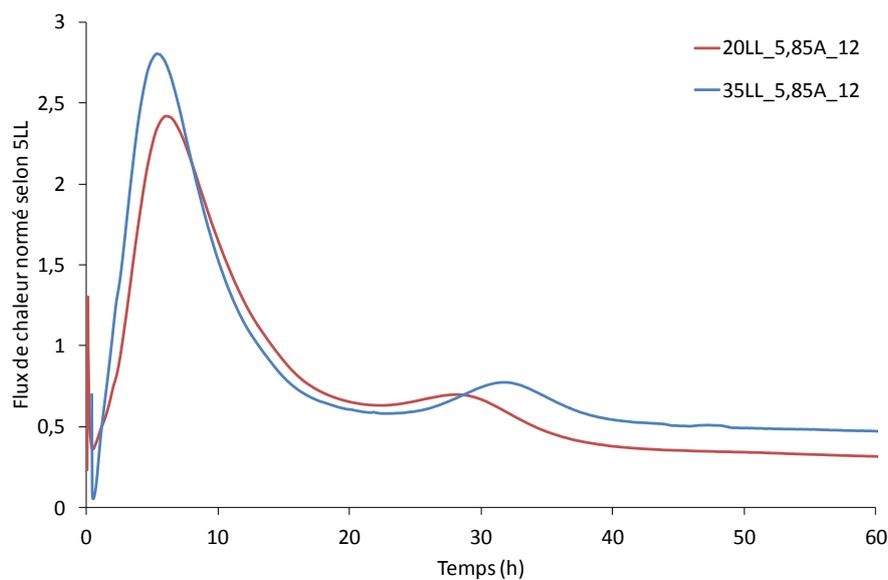
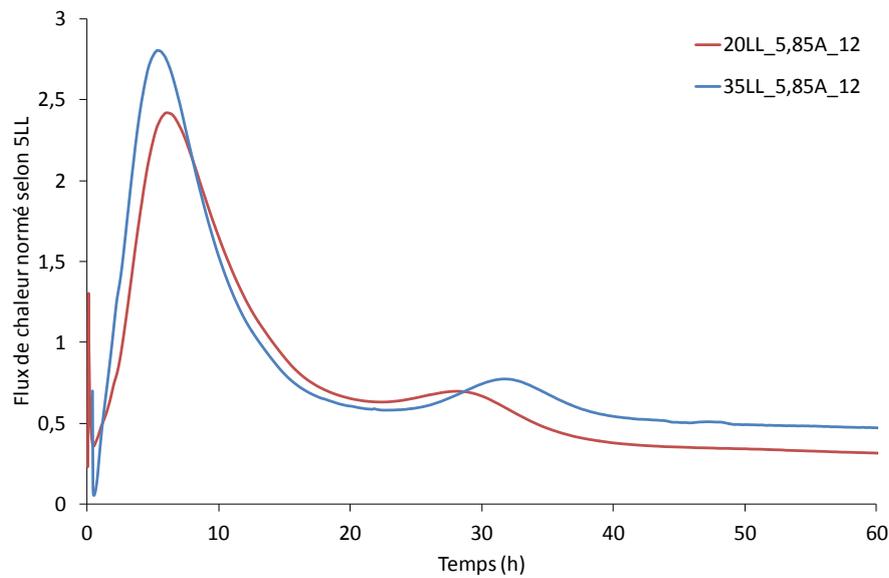


Figure I.4-2 : Evolution des flux de chaleur normés par rapport au ciment 5LL\_7,85A\_9 mesurés par microcalorimétrie isotherme pour les ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL.



La

Figure I.4-2 présente l'évolution du flux de chaleur mesuré par microcalorimétrie isotherme des ciments contenant 20 et 35 % de filler calcaire rapporté au flux du ciment contenant 5 % de filler calcaire. Ce rapport met en évidence à la fois le rôle de site de nucléation du filler calcaire avec le raccourcissement de la période d'induction et le dégagement d'un flux de chaleur plus important cf. pic entre 0 et 10 heures, ainsi que la réaction entre le filler calcaire et le C3A formant des carboaluminates de calcium hydratés qui correspond au pic entre 25 et 40 heures.

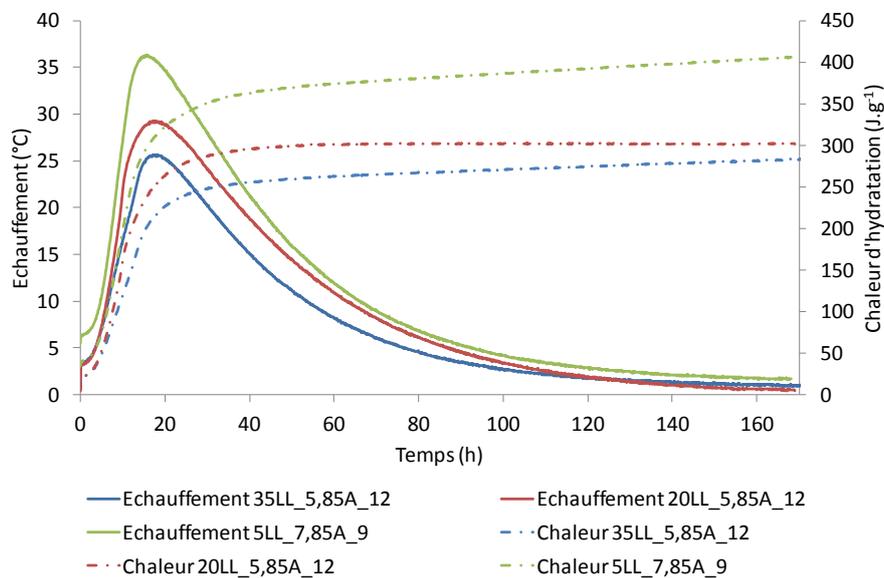


Figure I.4-3 : Evolution des échauffement et des chaleurs d'hydratation mesurés par calorimètre de Langavant pour les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL.

L'évolution des résistances en compression est détaillée dans le Tableau I.4-5 et sur la Figure I.4-4. Comme pour les chaleurs d'hydratation, le ciment contenant 5 % de filler calcaire développe plus rapidement des résistances par rapport aux autres ciments. Cependant, l'effet de 20 ou 35 % filler

calcaire ajouté est plus visible sur les résistances en compression que sur les chaleurs d'hydratation. Il est possible de voir que les ciments avec 5 et 20 % de filler calcaire ont un écart entre leurs résistances mécaniques assez faible à un et deux jours, et que cet écart augmente avec le temps. Ces résultats sont en accord avec la littérature car au jeune âge, le filler calcaire a à la fois un rôle de filler, de site de nucléation et une légère réactivité et, plus le temps passe, plus la réactivité va venir du clinker et donc avoir des résistances croissantes avec la diminution de la quantité de filler calcaire insérée cf. I.1.2.3.2.

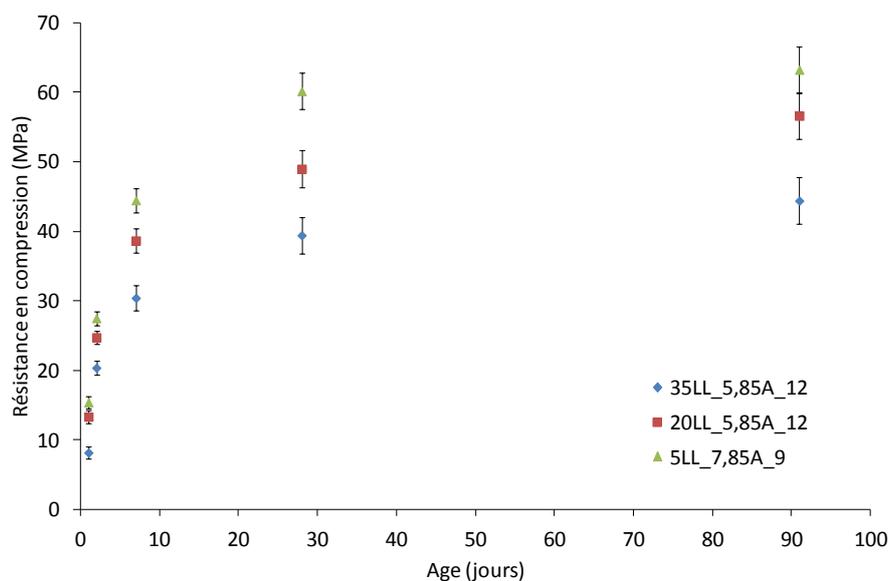


Figure I.4-4 : Comparaison des résistances en compression des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL.

La normalisation des résistances en compression selon la valeur à 91 jours permet de montrer que l'effet du filler calcaire au jeune âge est limité sur la cinétique d'hydratation cf. Figure I.4-5.

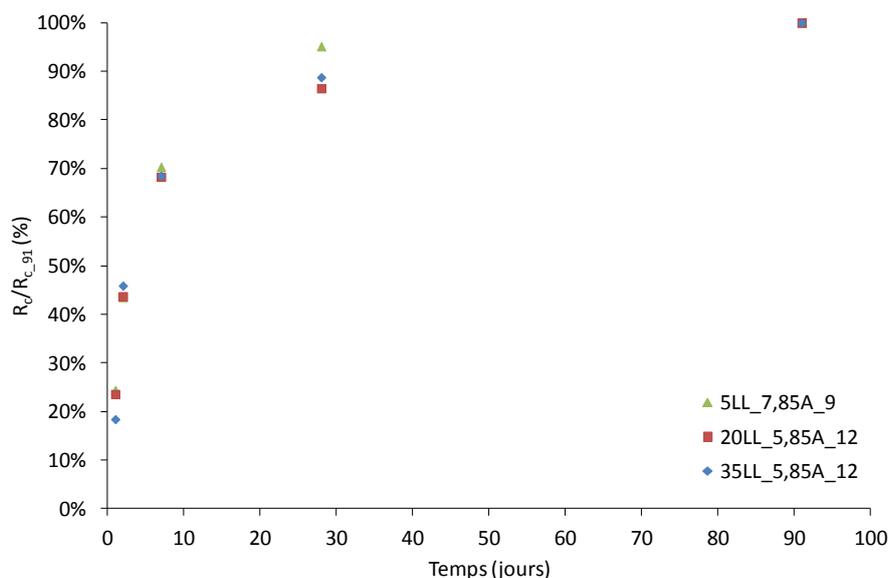


Figure I.4-5 : Evolution des résistances en compression normalisées par rapport à la valeur à 91 jours des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL.

Age (jours)	Résistance en compression (MPa)		
	35LL_5,85A_12	20LL_5,85A_12	5LL_7,85A_9
1	8,2	13,3	15,4
2	20,4	24,7	27,5
7	30,4	38,7	44,5
28	39,4	49,0	60,2
91	44,4	56,6	63,2

Tableau I.4-5 : Résistances mécaniques en compression des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL.

Les mesures de retrait et gonflement des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL sont détaillées dans le Tableau I.4-6 et sur les Figure I.4-6 et Figure I.4-7. Afin d'éviter les incompréhensions, les retraits sont notés négativement et les gonflements positivement. Toutes les éprouvettes ont été démoulées à 24 h, heure minimale permettant d'avoir une tenue correcte du matériau.

	Age (jours)	35LL_5,85A_12	20LL_5,85A_12	5LL_7,85A_9
Retrait ( $\mu\text{m.m}^{-1}$ )	2	-90	-30	20
	7	-60	-110	-10
	28	-110	-200	-150
	91	-190	-290	-260
Gonflement ( $\mu\text{m.m}^{-1}$ )	2	35	2	29
	7	19	-15	25
	28	44	25	117
	91	-50	10	42

Tableau I.4-6 : Mesures de retrait et gonflement des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL.

D'après Valcuende et al., la présence de filler calcaire a pour effet de diminuer le retrait endogène et lorsque les éprouvettes sont conservées dans de l'eau, du retrait est plus souvent observé que du gonflement [Valcuende, et al., 2012]. L'augmentation de la quantité de filler calcaire dans le ciment entraîne la diminution du retrait grâce à la reconversion du monosulfoaluminate de calcium en ettringite qui est plus volumineuse [Matschei, et al., 2007]. Au contraire, l'observation de retrait, même en stockage immergé, est due à la porosité de taille plus petite dans les ciments contenant du filler calcaire. Ainsi, l'eau n'est absorbée qu'en surface ce qui limite le gonflement [Valcuende, et al., 2012].

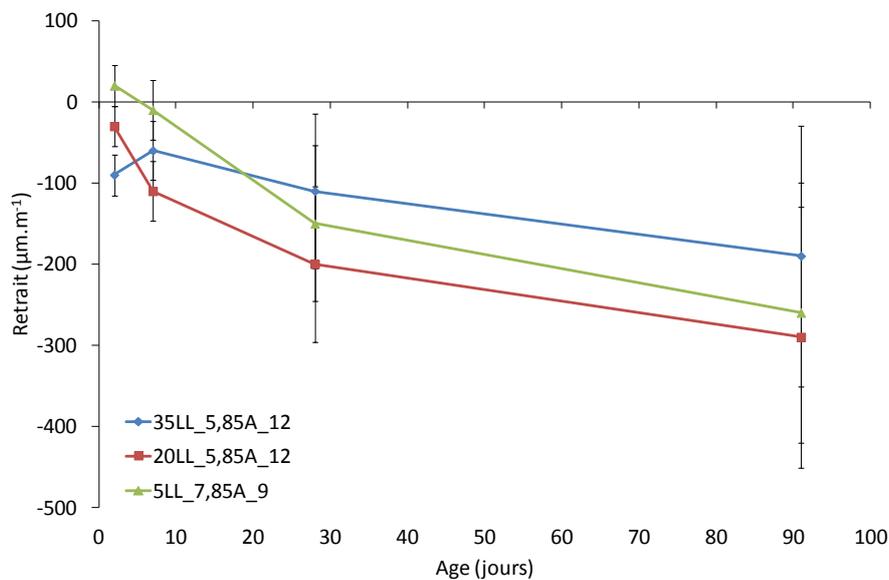


Figure I.4-6 : Comparaison des retraits mesurés sur les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL.

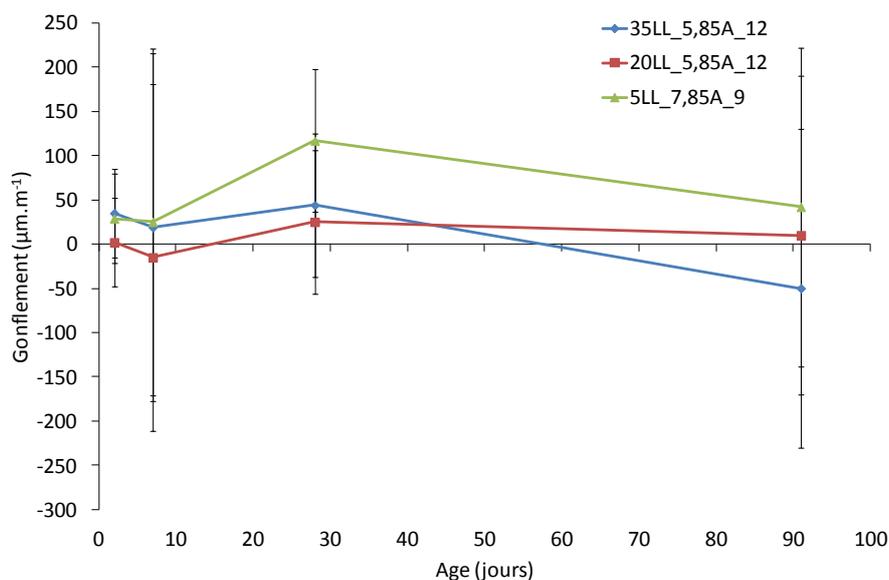


Figure I.4-7 : Comparaison des gonflements mesurés sur les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL.

Dans notre cas, il est possible de constater à 28 et 91 jours que le ciment contenant 20 % de filler calcaire développe le plus de retrait, avec seulement 10 % d'écart avec le ciment ne contenant que 5 % de filler calcaire. Le ciment avec 35 % de filler calcaire a quant à lui un retrait de 30 % inférieur aux deux autres, ce qui semble être en accord avec les résultats de Valcuende. L'analyse de la composition minéralogique des ciments au cours du temps est faite dans la partie I.4.2.4. Les ciments avec 20 et 35 % de filler calcaire contiennent tous les deux la même quantité d'anhydrite, qui est cependant inférieure à celle contenue dans le ciment avec seulement 5 % de filler calcaire cf. Tableau I.4-1. Ainsi, dans le ciment avec 20 % de filler calcaire, il est possible que l'ettringite formée ait plus facilement tendance à se transformer en monosulfoaluminate de calcium, qui lui, contrairement à ce qui est indiqué dans la littérature, ne se retransformera pas en ettringite malgré la présence de filler calcaire, peut être en quantité insuffisante dans ce cas-là cf. partie I.4.2.4.1. Des essais supplémentaires pourraient être envisagés afin dans un premier temps de confirmer ces résultats et dans un second temps, de mieux comprendre la différence de réactivité.

Concernant les mesures de gonflements, les résultats obtenus à 28 et 91 jours semblent correspondre aux résultats bibliographiques indiquant que la présence de filler calcaire diminue la taille des pores, limite la pénétration d'eau et donc le gonflement du ciment. Ainsi, plus le ciment contient de filler calcaire, moins le gonflement mesuré est important, voire se transforme en retrait (ciment avec 35 % de filler calcaire). Des mesures par BET ou porosimètre à mercure sur les échantillons à chaque échéance pourraient être faites pour vérifier cette hypothèse.

#### I.4.2.2. Ciments C3A-7\_S

Dans cette partie sont détaillées les caractéristiques des 3 ciments sélectionnés : C3A-7\_5S\_7,85A\_15 ; C3A-7\_42,5S\_3,85A\_12 et C3A-7\_80S\_5,85A\_12.

### I.4.2.2.1. Ciment anhydre

Les caractéristiques minéralogiques des ciments sont répertoriées dans le Tableau I.4-7 ci-dessous. L'analyse DRX concorde avec les pourcentages de laitier incorporés au moment de la fabrication.

Phase (% massique)	80S_5,85A_12	42,5S_3,85A_12	5S_7,85A_15
C3S	13,7	28,7	46,8
C2S	2,1	9,4	15,1
C3A	0,8	3,0	4,8
C4AF	2,0	5,5	8,5
Chaux + Portlandite	0,0	0,6	1,0
Anhydrite	4,9	3,8	7,7
Bassanite + Gypse	0,4	0,4	0,7
Arcanite	0,0	0,0	0,6
Aphtitalite	0,0	0,0	0,8
Akermanite	0,8	0,8	0,0
Amorphe	75,3	47,8	14,1

Tableau I.4-7 : Compositions minéralogiques des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_S obtenues par DRX.

La composition chimique des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de clinker C3A-7 et laitier est détaillée dans le Tableau I.4-8. Ces mesures sont obtenues par FX. La quantité de sulfures présents dans les ciments augmente avec la quantité de laitier ajoutée.

Oxyde (%)	80S_5,85A_12	42,5S_3,85A_12	5S_7,85A_15
SiO <sub>2</sub>	31,39	26,63	19,74
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9,18	7,43	5,27
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,16	2,07	2,75
CaO	47,40	54,96	62,19
MgO	5,32	3,79	2,12
SO <sub>3</sub>	3,27	2,98	4,72
K <sub>2</sub> O	0,33	0,47	0,64
Na <sub>2</sub> O	0,18	0,19	0,18
SrO	0,06	0,06	0,07
TiO <sub>2</sub>	0,51	0,44	0,33
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,08	0,28	0,42
MnO	0,19	0,14	0,09
Cl	0,00	0,00	0,00
Sulfures	0,50	0,25	0,13
Laitier FX	75,76	37,88	19,70

Tableau I.4-8 : Compositions chimiques des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_S obtenues par FX.

Dans le Tableau I.4-9 sont présentées les caractéristiques physiques (granulométrie, demande en eau et temps de prise) des trois ciments sélectionnés. Il est possible de voir que les temps de prise et demande

en eau des ciments ne sont pas les mêmes. Comme pour les ciments C3A-7\_LL, ces différences peuvent être expliquées à la fois par la finesse et la surface Blaine du ciment, mais aussi par leurs distributions granulométriques différentes. De plus, la présence de laitier en quantité importante – jusqu’à 80 % - ralentit la réactivité du ciment qui dans ce cas est en quantité minoritaire, et ainsi augmente le temps de prise de celui-ci (une heure de plus sur le début de prise et jusqu’à 2h15 sur la fin de prise). Enfin, il est possible de voir que même si le ciment avec 42,5 % de laitier et celui avec seulement 5 % ont les mêmes temps de début de prise, les temps de fin de prise sont bien différents avec 45 minutes de décalage entre les deux. Ceci peut être expliqué par l’effet des pourcentages d’anhydrite, qui pour le ciment avec 42,5 % de laitier est en quantité plus faible (7 % par rapport au clinker dans le ciment avec 42,5 % de laitier contre 9 % par rapport au clinker dans le ciment avec 5 % de laitier) et donc retarde moins la prise et aussi par la réactivité plus faible du laitier par rapport au ciment. Le laitier ayant une surface Blaine de 4170 cm.g<sup>-1</sup> par rapport aux granules de clinker non broyées, son utilisation en grande quantité dans les ciments peut expliquer la différence de Blaine entre le ciment contenant 5 % de laitier et les deux autres.

	80S_5,85A_12	42,5S_3,85A_12	5S_7,85A_15
D <sub>10</sub> (µm)	2,10	2,49	2,10
D <sub>50</sub> (µm)	12,00	12,88	14,03
D <sub>90</sub> (µm)	36,89	33,25	36,67
Degré de distribution n Rosin Rammler	1,10	1,21	1,04
Finesse pour laquelle résidu > 36,8 % (µm)	17,09	17,54	19,26
Blaine (cm <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	3892	3888	3379
Masse volumique (g.cm <sup>-3</sup> )	2,97	3,07	3,14
Demande en eau (%)	32,0	31,0	34,0
Début de prise (min)	285	221	221
Fin de prise (min)	417	322	279

Tableau I.4-9 : Caractéristiques des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_S.

#### I.4.2.2.2. Chaleur d’hydratation, résistances mécaniques, retrait et gonflement

Le Tableau I.4-10 rassemble les résultats calorimétriques. Les courbes respectivement obtenues par microcalorimétrie isotherme (flux de chaleur et chaleur d’hydratation) et calorimètre de Langavant (échauffement et chaleur d’hydratation) sont présentées aux Figure I.4-8 et Figure I.4-10.

		80S_5,85A_12	42,5S_3,85A_12	5S_7,85A_15
Microcalorimétrie isotherme	Chaleur d'hydratation 168 h ( $J.g^{-1}$ )	201	291	313
	1 <sup>er</sup> pic flux de chaleur ( $mW.g^{-1}$ )	0,68	1,43	2,13
	Abscisse 1 <sup>er</sup> pic (h)	9,7	13,9	15,1
	2 <sup>ème</sup> pic flux de chaleur ( $mW.g^{-1}$ )	0,63	0,77	-
	Abscisse 2 <sup>ème</sup> pic (h)	74,1	44,6	-
Calorimètre de Langavant	Chaleur d'hydratation 168 h ( $J.g^{-1}$ )	174	267	412
	Puissance ( $W.g^{-1}$ )	1,28	3,21	5,36
	Retard (h)	41,0	18,2	9,1
	Q41	127	240	342
	Q120	171	265	386
	Échauffement maximum ( $^{\circ}C$ )	12,5	22,2	32,3
	Abscisse échauffement maximum (h)	45,5	25,2	22,1

Tableau I.4-10 : Mesures des flux de chaleur et des chaleurs d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme et calorimètre de Langavant pour les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_S.

Quelle que soit la méthode de mesure, le ciment ne contenant que 5 % de laitier est le plus exothermique et les réactions d'hydratation se déroulent simultanément. Ceci est mis en avant par la Figure I.4-8 : un seul pic sur le flux de chaleur n'est visible contrairement aux autres ciments où deux pics sont visibles. La présence de laitier diminue la quantité de chaleur dégagée, jusqu'à 2,5 fois plus faible pour le ciment avec 80 % de laitier. De plus, pour les ciments contenant 42,5 et 80 % de laitier, il est possible de remarquer deux pics exothermiques, qui selon Van Rompaey correspondent à l'hydratation du ciment Portland puis à l'hydratation du laitier, de façon plus ou moins étendue dans le temps selon la quantité de laitier ajoutée [Van Rompaey, 2006].

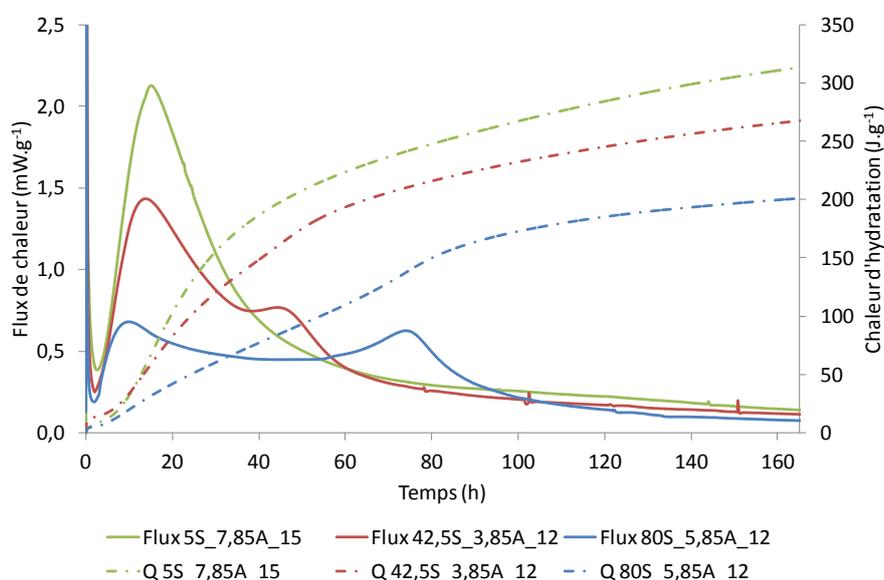


Figure I.4-8 : Evolution des flux de chaleur et des chaleurs d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme pour les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_S.

La Figure I.4-9 montre le flux de chaleur des ciments contenant 42,5 et 80 % de laitier normalisé par rapport au flux de chaleur du ciment contenant seulement 5 % de laitier. Cette normalisation met en avant la lente réactivité du laitier dans le temps, surtout quand peu de clinker et donc peu de portlandite est présente pour l'activer.

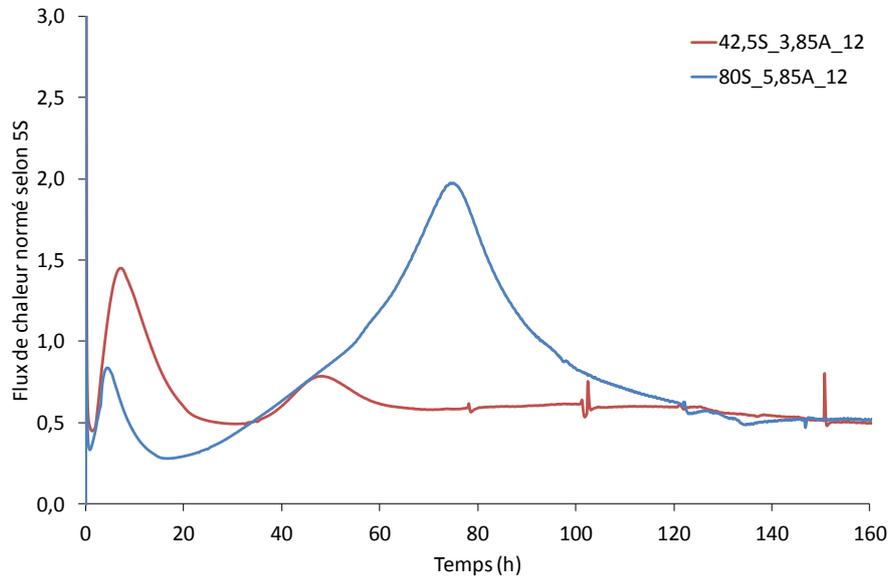


Figure I.4-9 : Evolution du flux de chaleur des ciments contenant 42,5 et 80 % de laitier normé selon le ciment contenant 5 % de laitier mesuré par microcalorimétrie isotherme à 20 °C.

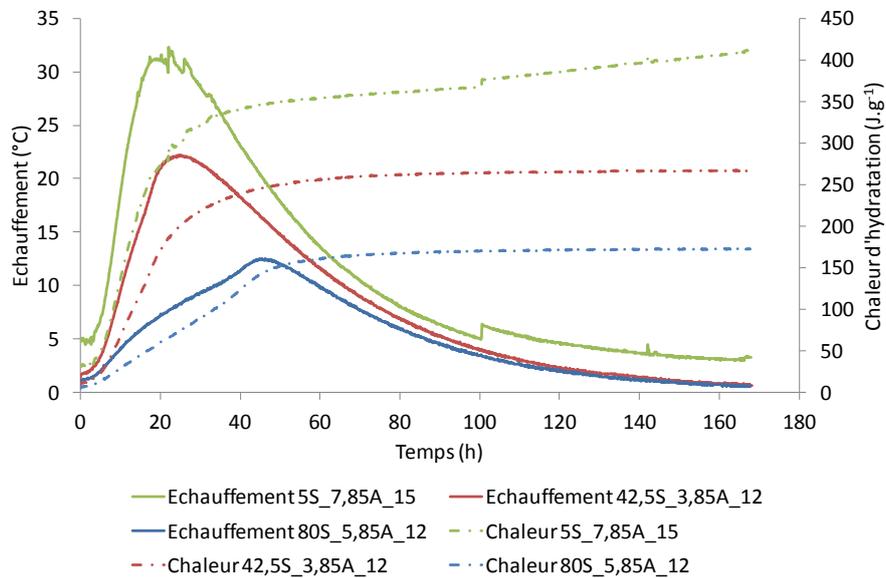


Figure I.4-10 : Evolution des échauffements et des chaleurs d'hydratation mesurés par calorimètre de Langavant pour les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_S.

L'évolution des résistances en compression est détaillée dans le Tableau I.4-11 et sur la Figure I.4-11. Comme pour les chaleurs d'hydratation, le ciment contenant 5 % de laitier développe des résistances mécaniques supérieures - 25 et 75 % - aux autres ciments à deux jours, et ce jusqu'à 28 jours.

Cependant, à long terme, il est possible de voir une inversion de cette tendance avec de meilleures résistances mécaniques pour le ciment avec 42,5 % de laitier à 91 jours. Ceci s'explique par la très faible réactivité du laitier et son rôle filler au jeune âge, suivi d'une réactivité à long terme qui induit le développement des résistances mécaniques [Divet, et al., 2006, Van Rompaey, 2006].

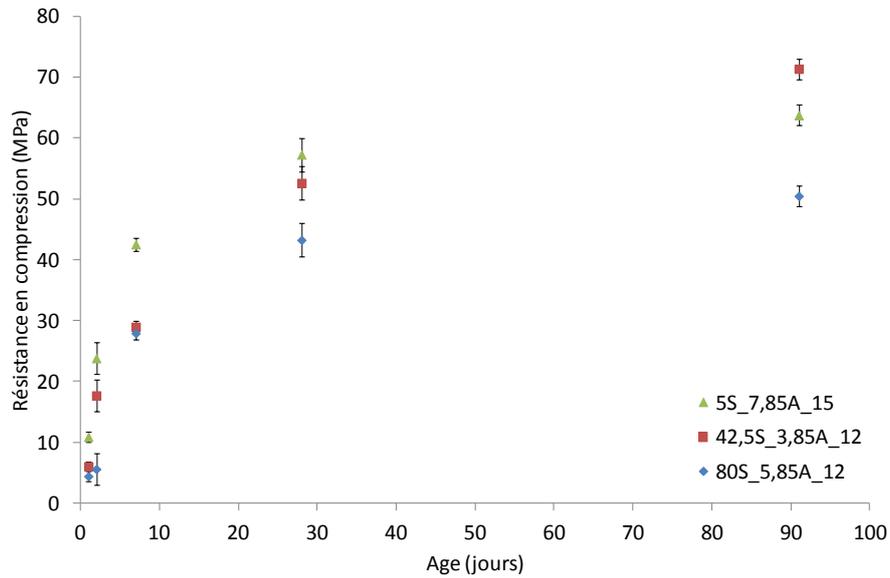


Figure I.4-11 : Comparaison des résistances en compression des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_S.

La normalisation des résistances en compression selon la valeur à 91 jours permet de mettre en évidence la faible réactivité du laitier au jeune âge, puis en comparaison le gain en résistance en compression plus important avec la quantité croissante de laitier à long terme cf. Figure I.4-12.

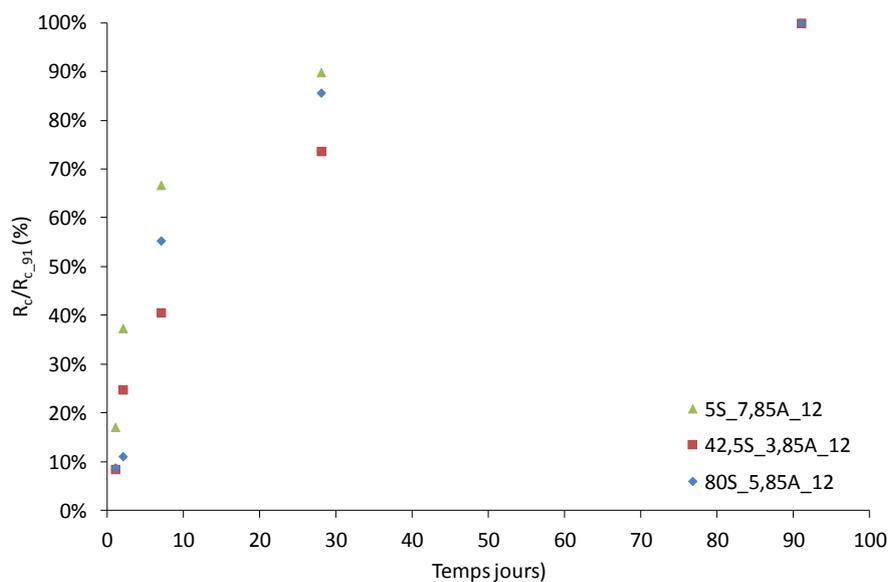


Figure I.4-12 : Evolution des résistances en compression normalisées selon la valeur à 91 jours des trois ciments à base de C3A-7\_S.

Age (jours)	Résistance en compression (MPa)		
	80S_5,85A_12	42,5S_3,85A_12	5S_7,85A_15
1	4,4	6,0	10,9
2	5,6	17,7	23,8
7	27,9	29,0	42,5
28	43,2	52,6	57,3
91	50,5	71,4	63,7

Tableau I.4-11 : Résistances mécaniques en compression des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_S.

Les mesures de retrait et gonflement des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_S sont détaillées dans le Tableau I.4-12. Par souci de compréhension, les retraits sont notés négativement et les gonflements positivement. Toutes les éprouvettes ont été démoulées à 24 h, heure minimale permettant d'avoir une tenue correcte du matériau.

	Age (jours)	80S_5,85A_12	42,5S_3,85A_12	5S_7,85A_15
Retrait ( $\mu\text{m.m}^{-1}$ )	2	-140	-90	100
	7	-160	-130	80
	28	60	-160	-170
	91	-50	-210	-120
Gonflement ( $\mu\text{m.m}^{-1}$ )	2	83	-63	-4
	7	379	-85	33
	28	198	-60	115
	91	142	-52	56

Tableau I.4-12 : Mesures de retrait et gonflement des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL.

La Figure I.4-6 et la Figure I.4-7 représentent respectivement l'évolution du retrait et du gonflement des ciments mesurés sur éprouvettes 4\*4\*16. L'évolution du retrait pour le ciment C3A-7\_80S\_5,85A\_12 semble déroutante malgré une mesure sur 3 éprouvettes de mortier.

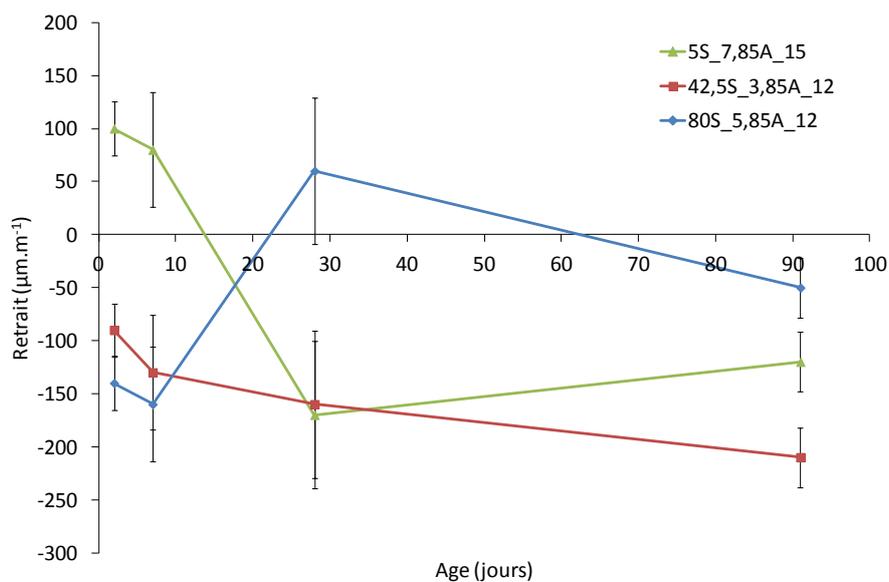


Figure I.4-13 : Comparaison des retraits mesurés sur les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_S.

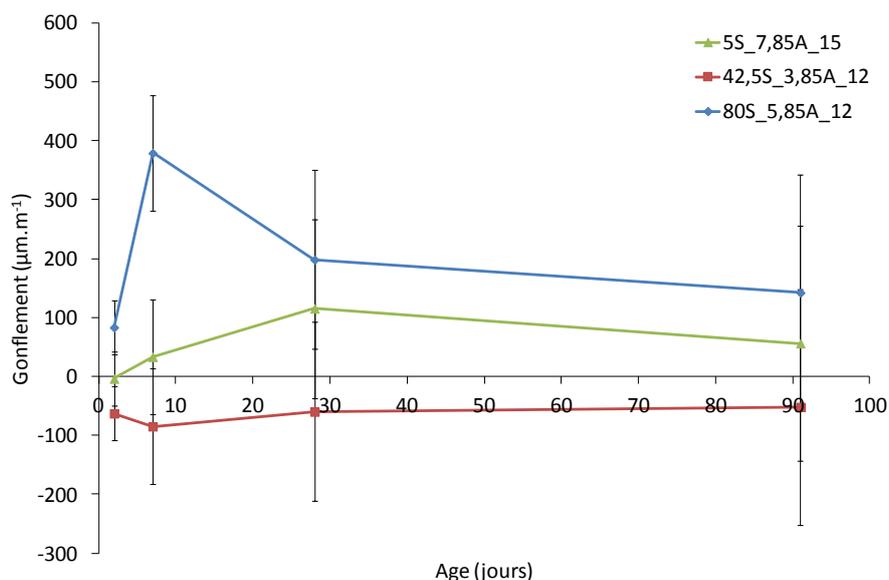


Figure I.4-14 : Comparaison des gonflements mesurés sur les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_S.

Lee et al. indiquent que la quantité croissante de laitier dans le ciment a pour effet d'augmenter le retrait endogène du matériau [Lee, et al., 2006]. En effet, Lura et al. indiquent que les ciments au laitier ont une structure plus compacte avec une porosité de taille plus petite que les ciments Portland, ce qui entraîne une tension capillaire plus importante et donc un retrait endogène plus fort [Lura, et al., 2001]. Cependant, Hu et al. indiquent que ce n'est pas tant l'effet d'ajout de laitier qui augmente le retrait endogène mais la finesse de l'addition. Pour eux, la présence de laitier a pour effet de diminuer le retrait mesuré [Hu, et al., 2017]. Pour Tazawa et al., ces deux résultats sont justes : la présence de laitier diminue le retrait endogène au jeune âge et l'augmente à long terme, ce qui s'explique par sa réactivité [Tazawa, et al., 1995].

Dans notre cas, si ce n'est le ciment contenant 42,5 % de laitier, les résultats laissent à penser que la présence croissante de laitier dans le ciment a pour effet de diminuer le retrait à long terme du matériau (ciments avec 5 et 80 % de laitier). Cependant, le retrait mesuré n'est pas endogène mais total ce qui entraîne des différences de résultats par rapport à la littérature.

Pour les mesures de gonflement, le ciment avec 42,5 % de laitier présente du retrait contrairement aux deux autres ciments (5 et 80 % de laitier).

### I.4.2.3. Ciments C3A-0\_S

Dans cette partie sont détaillées les caractéristiques des 3 ciments sélectionnés : C3A-0\_5S\_7,85A\_15 ; C3A-0\_42,5S\_5,85A\_12 et C3A-0\_80S\_5,85A\_12.

#### I.4.2.3.1. Ciment anhydre

Les caractéristiques minéralogiques des ciments sont répertoriées dans le Tableau I.4-13 ci-dessous, avec un ciment faible chaleur d'hydratation (80 % de laitier), moyenne chaleur d'hydratation (42,5 % de laitier) et forte chaleur d'hydratation (5 % de laitier). L'analyse DRX concorde avec les

pourcentages de laitier incorporés au moment de la fabrication. Le C3A n'est pas observé dans les échantillons étant donné l'absence de cette phase dans le clinker.

Phase (% massique)	80S_5,85A_12	42,5S_5,85A_12	5S_7,85A_15
C3S	11,1	29,2	49,9
C2S	3,3	11,1	20,5
C4AF	2,7	7,9	14,9
Anhydrite	5,4	4,2	6,3
Bassanite + Gypse	0,5	0,5	2,6
Akermanite	1,0	1,2	0,0
Amorphe	76,1	45,9	5,8

Tableau I.4-13 : Composition minéralogique des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-0\_S obtenue par DRX.

La composition chimique des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de clinker C3A-0 et laitier est détaillée dans le Tableau I.4-14. Ces mesures sont obtenues par FX. Comme pour les ciments C3A-7\_S, des sulfures sont détectés en plus ou moins grande quantité selon le pourcentage de laitier ajouté.

Oxyde (%)	80S_5,85A_12	42,5S_5,85A_12	5S_7,85A_15
SiO <sub>2</sub>	32,25	26,44	20,32
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9,03	6,47	3,81
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,64	3,96	6,15
CaO	46,70	53,62	60,57
MgO	5,29	3,26	1,27
SO <sub>3</sub>	2,95	3,95	5,31
K <sub>2</sub> O	0,32	0,41	0,53
Na <sub>2</sub> O	0,16	0,13	0,09
SrO	0,06	0,09	0,11
TiO <sub>2</sub>	0,57	0,36	0,22
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,07	0,11	0,17
MnO	0,19	0,14	0,08
Cl	0,01	0,01	0,03
Sulfures	0,49	0,25	0,08
Laitier FX	74,24	37,88	12,12

Tableau I.4-14 : Compositions chimiques des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-0\_S obtenues par FX.

Dans le Tableau I.4-15 sont présentées les caractéristiques physiques (granulométrie, demande en eau et temps de prise) des trois ciments sélectionnés. Il est possible de voir que les temps de prise et demande en eau des ciments ne sont pas les mêmes. Contrairement aux ciments C3A-7\_S, ce n'est pas la distribution granulométrique qui va avoir le plus d'effet sur la demande en eau mais le pourcentage de laitier avec sa surface granuleuse : plus le pourcentage est grand, plus la demande en eau augmente. Concernant le temps de prise, même si les temps de début de prise sont assez proches les uns des

autres, les temps de fin de prise présentent jusqu'à 1h10 de décalage. Ceci est dû à la plus faible réactivité du laitier qui nécessite une activation.

	80S_5,85A_12	42,5S_5,85A_12	5S_7,85A_15
D <sub>10</sub> (µm)	2,7	2,5	2,5
D <sub>50</sub> (µm)	13,0	12,4	14,0
D <sub>90</sub> (µm)	38,0	33,9	42,0
Degré de distribution n Rosin Rammler	1,20	1,20	1,07
Finesse pour laquelle résidu > 36,8 % (µm)	18,2	17,1	19,8
Blaine (cm <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	4044	4222	3864
Masse volumique (g.cm <sup>-3</sup> )	2,97	3,07	3,19
Demande en eau (%)	32,0	30,0	25,5
Début de prise (min)	313	332	301
Fin de prise (min)	505	460	429

Tableau I.4-15 : Caractéristiques des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-0\_S.

#### I.4.2.3.2. Chaleur d'hydratation, résistances mécaniques, retrait et gonflement

Les résultats calorimétriques sont présentés dans le Tableau I.4-16 et les courbes respectivement obtenues par microcalorimétrie isotherme (flux de chaleur et chaleur d'hydratation) et calorimètre de Langavant (échauffement et chaleur d'hydratation) sur les Figure I.4-15 et Figure I.4-17.

		80S_5,85A_12	42,5_5,85A_12	5S_7,85A_15
Microcalorimétrie isotherme	Chaleur d'hydratation 168 h (J.g <sup>-1</sup> )	202	257	269
	1 <sup>er</sup> pic flux de chaleur (mW.g <sup>-1</sup> )	0,70	1,80	2,48
	Abscisse 1 <sup>er</sup> pic (h)	10,3	12,9	12,9
	2 <sup>ème</sup> pic flux de chaleur (mW.g <sup>-1</sup> )	0,63	0,40	-
	Abscisse 2 <sup>ème</sup> pic (h)	62,9	64,2	-
Calorimètre de Langavant	Chaleur d'hydratation 168 h (J.g <sup>-1</sup> )	175	238	282
	Puissance (W.g <sup>-1</sup> )	1,32	2,89	4,62
	Retard (h)	39,2	12,0	11,5
	Q41	132	226	276
	Q120	174	237	279
	Échauffement maximum (°C)	12,2	19,0	24,8
	Abscisse échauffement maximum (h)	44,1	31,3	24,8

Tableau I.4-16 : Mesures des flux de chaleur et des chaleurs d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme et calorimètre de Langavant pour les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-0\_S.

Quelle que soit la méthode de mesure, le ciment ne contenant que 5 % de laitier est le plus exothermique et les réactions d'hydratation se déroulent simultanément. Cependant, le ciment contenant 42,5 % de laitier tend vers un dégagement de chaleur mesuré par microcalorimétrie isotherme identique au ciment ne contenant que 5 % de laitier et les réactions se déroulent également simultanément. Ceci est mis en avant par la Figure I.4-15 : un seul pic sur le flux de chaleur n'est visible contrairement aux autres ciments où deux pics sont visibles. Pour le ciment contenant 80 % de

laitier, il est cette fois-ci possible de remarquer des dégagements de chaleur très faibles ( $175 \text{ J.g}^{-1}$  à  $168 \text{ h}$ ), et deux pics réactionnels en microcalorimétrie qui correspondent d'après Van Rompaey à l'hydratation du clinker puis celle du laitier [Van Rompaey, 2006]. Cette tendance avait également pu être observée pour le ciment contenant 80 % de laitier et du clinker C3A-7.

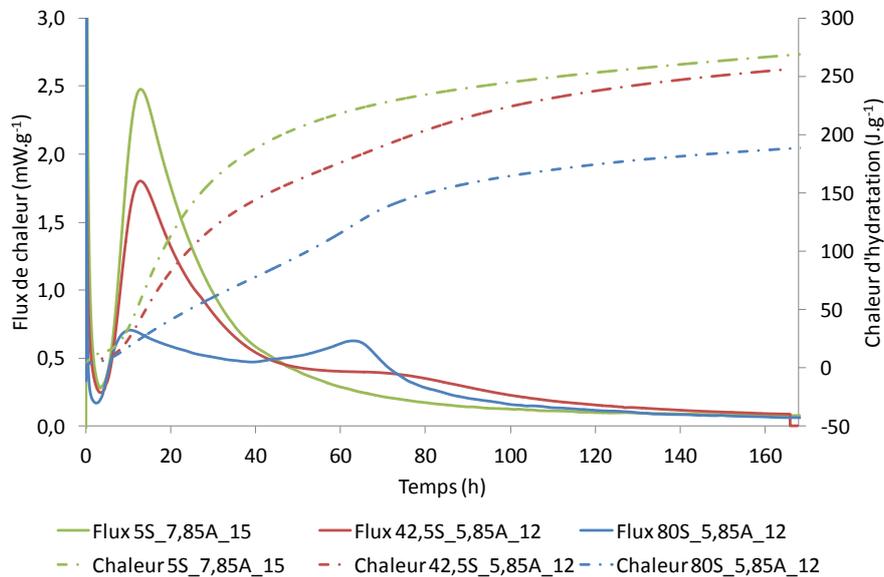


Figure I.4-15 : Evolution des flux de chaleur et des chaleurs d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme pour les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-0\_S.

La Figure I.4-16 ci-dessous montre que le laitier est plus lent à réagir avec un effet pessimum i.e. le ciment avec 42,5 % de laitier réagit moins vite que celui avec 80 % de laitier.

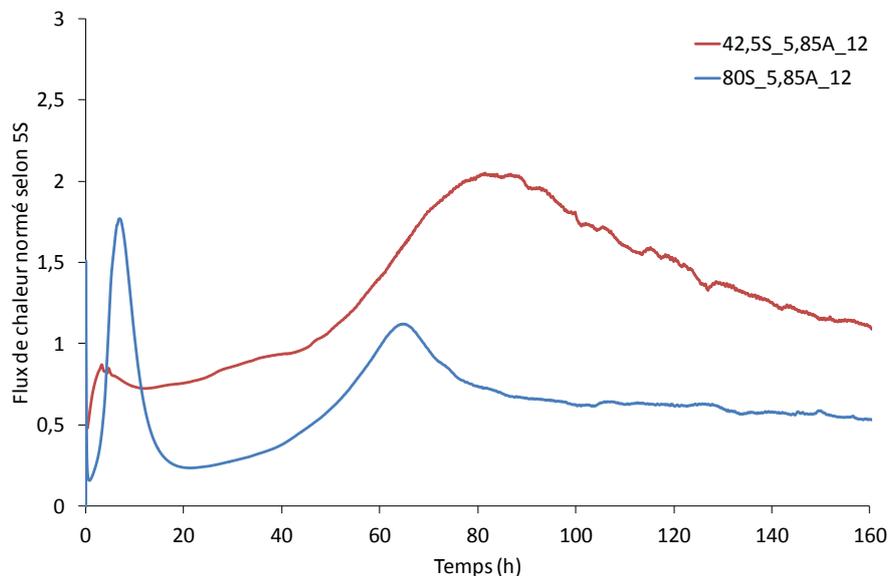


Figure I.4-16 : Evolution du flux de chaleur des ciments contenant 42,5 et 80 % de laitier normé par rapport au ciment n'en contenant que 5 % mesuré par microcalorimétrie isotherme à  $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

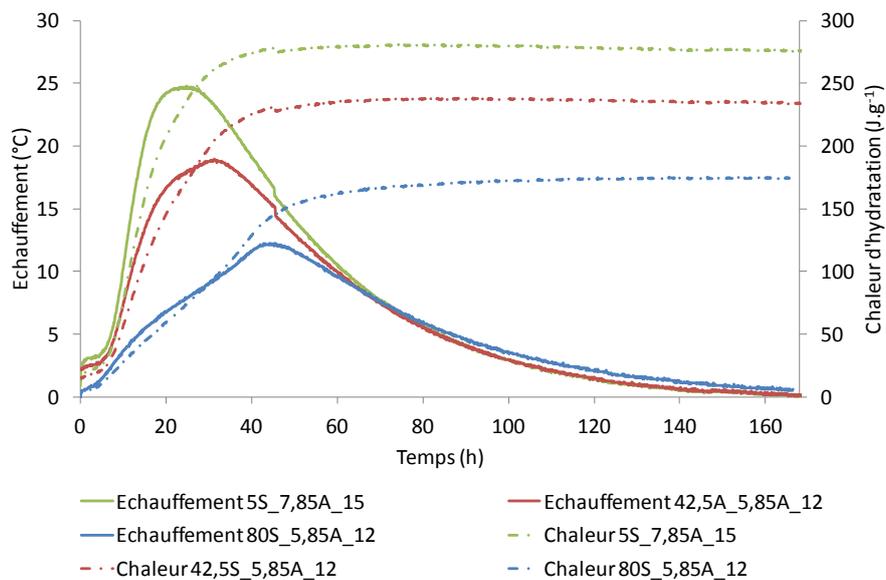


Figure I.4-17 : Evolution des échauffement et des chaleurs d'hydratation mesurés par calorimètre de Langavant pour les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-0\_S.

L'évolution des résistances en compression est détaillée dans le Tableau I.4-17 et sur la Figure I.4-18. Comme pour les chaleurs d'hydratation, les ciments contenant 5 % et 42,5 % de laitier développent des résistances mécaniques plus rapidement que le ciment avec 80 % de laitier. Entre 7 et 55 jours, la présence de 42,5 % de laitier semble accélérer l'hydratation du ciment en facilitant le développement des résistances mécaniques. Il est aussi possible de constater que les résistances mécaniques obtenues sont inférieures à celles développées par les ciments C3A-7\_S étant donné l'absence de C3A dans ces ciments.

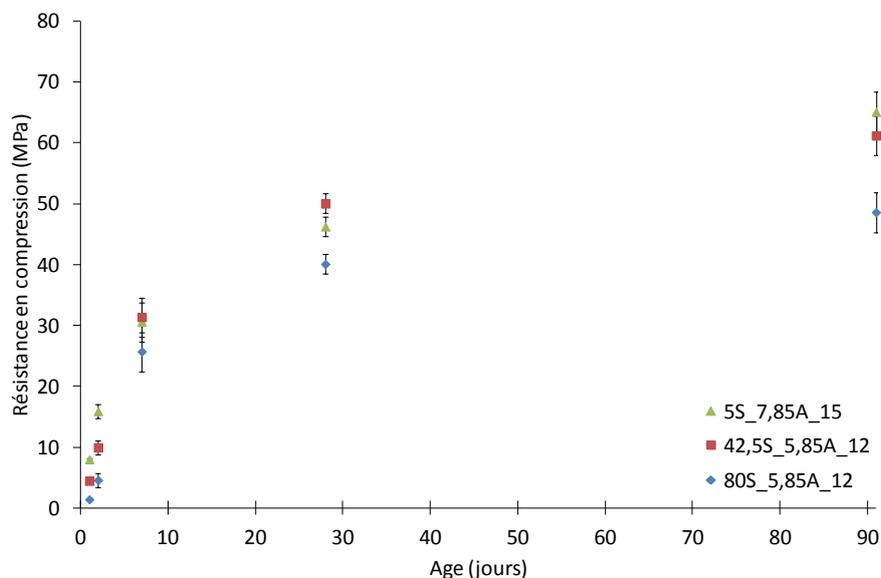


Figure I.4-18 : Comparaison des résistances en compression des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-0\_S.

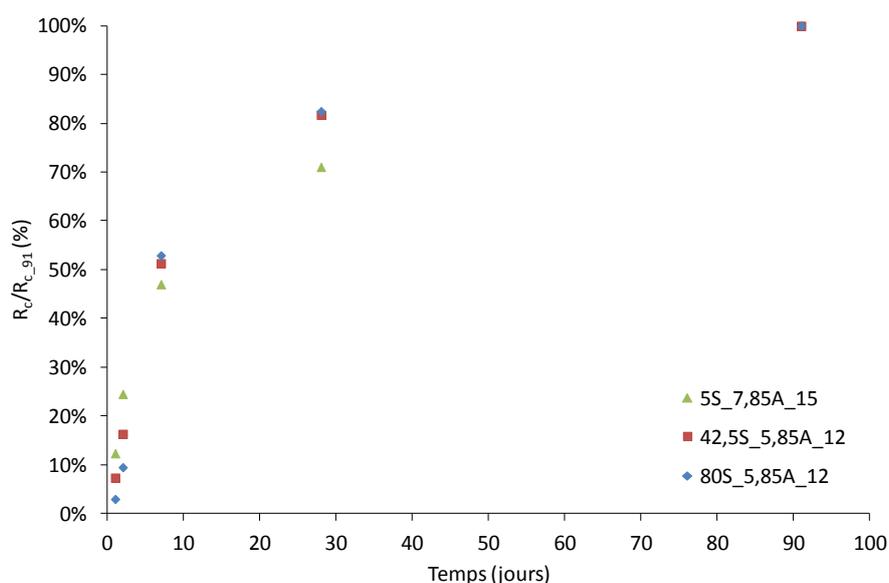


Figure I.4-19 : Evolution des résistances en compression normalisées selon la valeur à 91 jours des trois ciments à base de C3A-0\_S.

La normalisation des résistances en compression selon la valeur à 91 jours montre la faible réactivité du laitier au jeune âge mais aussi, en comparaison du clinker C3A-0, le gain de résistance plus important sur le long terme cf. Figure I.4-19.

Age (jours)	Résistance en compression (MPa)		
	80S_5,85A_12	42,5S_5,85A_12	5S_7,85A_15
1	1,4	4,5	8,0
2	4,6	10,0	15,9
7	25,7	31,4	30,6
28	40,1	50,0	46,3
91	48,6	61,20	65,1

Tableau I.4-17 : Résistances mécaniques en compression des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-0\_S.

Les mesures de retrait et gonflement des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-7\_LL sont détaillées dans le Tableau I.4-18 et sur la Figure I.4-20 et la Figure I.4-21. Les retraits sont exprimés négativement et les gonflements positivement. Toutes les éprouvettes ont été démoulées à 24 h, heure minimale permettant d'avoir une tenue correcte du matériau.

	Age (jours)	80S_5,85A_12	42,5S_5,85A_12	5S_7,85A_15
Retrait ( $\mu\text{m.m}^{-1}$ )	2	-130	-10	-20
	7	-150	-40	-130
	28	-230	-110	-190
	91	-220	-230	-230
Gonflement ( $\mu\text{m.m}^{-1}$ )	2	46	58	44
	7	115	108	75
	28	127	154	127
	91	206	246	208

Tableau I.4-18 : Mesures de retrait et gonflement des trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-0\_S.

Contrairement aux ciments C3A-7\_S, les mesures de retrait tendent toutes vers une même valeur proche de  $230 \mu\text{m.m}^{-1}$  à 91 jours. Il en va de même pour les mesures de gonflement où les valeurs tendent vers  $210 \mu\text{m.m}^{-1}$  à 91 jours sauf pour le ciment avec 42,5 % de laitier qui présente des gonflements plus importants ( $250 \mu\text{m.m}^{-1}$  à 91 jours).

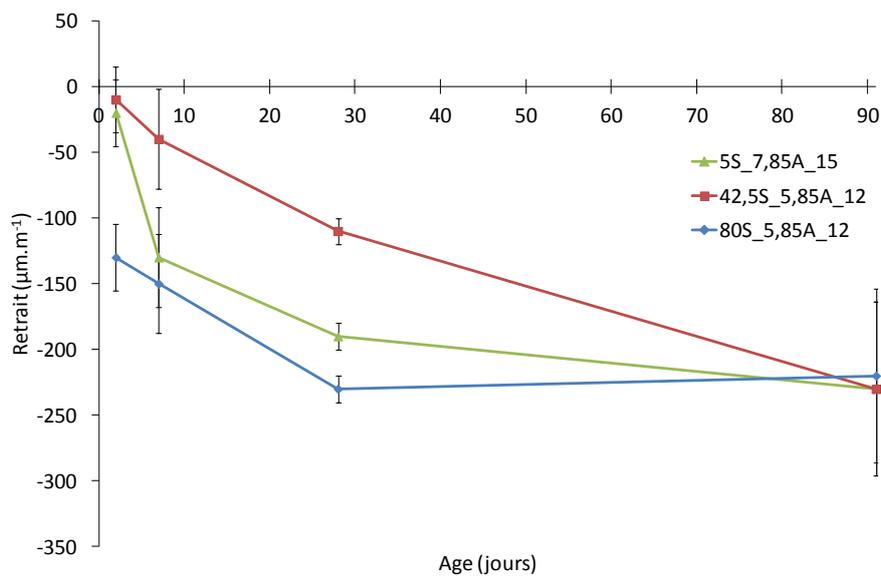


Figure I.4-20 : Comparaison des retraits mesurés sur les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-0\_S.

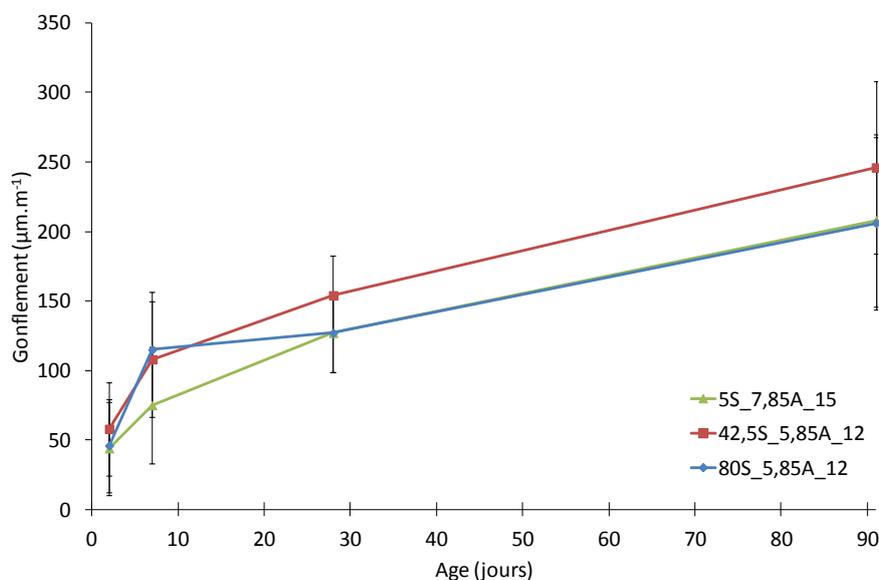


Figure I.4-21 : Comparaison des gonflements mesurés sur les trois ciments sélectionnés pour les essais béton à base de C3A-0\_S.

En comparant les résultats obtenus pour ces ciments sélectionnés, il ressort que la présence de laitier par rapport au filler calcaire diminue la quantité de chaleur dégagée, la montée en résistance et le retrait à long terme, mais présente peu d'effet au jeune âge et sur le gonflement du matériau immergé.

Il en va de même pour la présence seule de C4AF dans le ciment avec laitier pour le dégagement de chaleur, la montée en résistance mais au contraire augmente le retrait et le gonflement mesuré.

#### I.4.2.4. Suivi d'hydratation des ciments sélectionnés

Le suivi de l'hydratation du ciment au cours du temps permet de mieux comprendre les phénomènes qui ont lieu durant l'hydratation. Pour cela, des arrêts d'hydratation par échange de solvant sont faits à différentes échéances. Les échantillons sont concassés, broyés et plongés dans l'acétone puis dans l'éther et filtrés. Ils sont ensuite analysés par DRX. Le dosage des amorphes, c'est-à-dire des hydrates formés - principalement les C-S-H - et du laitier est fait par post-traitement des scans DRX par analyse Rietveld et de la perte au feu à 500 °C indiquant la quantité d'eau liée rapportée à 100 g de ciment. Lorsque du laitier est ajouté dans le ciment, cette méthode de dosage des amorphes devient plus tendancieuse. Il est donc préférable de ne regarder les résultats que de manière qualitative et comparative plutôt que quantitative.

Dans cette partie sont présentés les résultats obtenus pour les ciments sélectionnés pour les essais béton avec l'étude parallèle de l'évolution des phases par DRX et de la mesure du flux de chaleur et de la chaleur d'hydratation par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C. Tous les ciments ont été gâchés à E/C = 0,5. Les graphes DRX pour le suivi d'hydratation au cours du temps sont présentés en ANNEXE E.

#### I.4.2.4.1. Ciments C3A-7\_LL

Dans cette partie sont présentés les résultats obtenus pour les 3 ciments contenant du filler calcaire et du C3A-7. Sur chaque figure représentant l'évolution des phases minéralogiques dans le ciment, les valeurs à  $t = 0$  correspondent au ciment anhydre comme présenté dans les parties I.4.2.1.1, I.4.2.2.1 et I.4.2.3.1. Il est possible de noter que sur les Figure I.4-22, Figure I.4-24 et Figure I.4-26, la quantité de filler calcaire reste constante au cours de l'hydratation du ciment, même s'il est possible, comme l'indique la littérature qu'une faible quantité de celui-ci se dissolvait et réagisse pour former des hydrates.

##### I.4.2.4.1.1 Evolution minéralogique et dégagements de chaleur au cours du temps

Sur la Figure I.4-22 et Figure I.4-23 sont respectivement présentés les résultats obtenus par traitement DRX et par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C. Dès 15 minutes, il est possible de voir la consommation totale des sulfates alcalins, et de quelques grammes de C3S, de C3A et d'anhydrite. A partir du C3S, des sulfates alcalins et de l'anhydrite, les premiers C-S-H se développent. De plus, le C3A et l'anhydrite réagissent pour former les premiers cristaux d'ettringite, bloquant ainsi la réaction d'hydratation du C3A jusqu'à 7h. Sur la Figure I.4-23, le premier pic de chaleur dit pic de mouillage correspond à ces premières réactions chimiques.

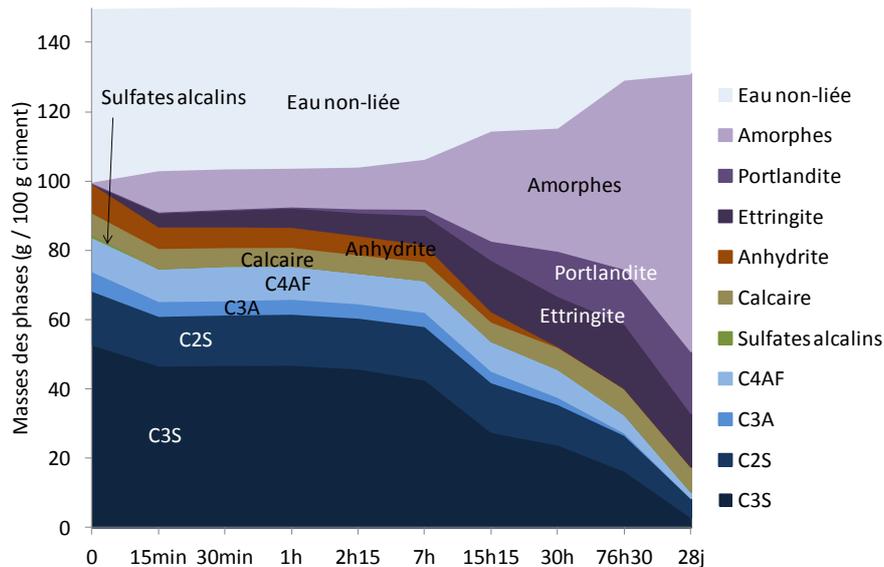


Figure I.4-22 : Evolution des phases minéralogiques au cours du temps mesurée par DRX dans le ciment C3A-7\_5LL\_7,85A\_9 à E/C = 0,5, T = 20 °C.

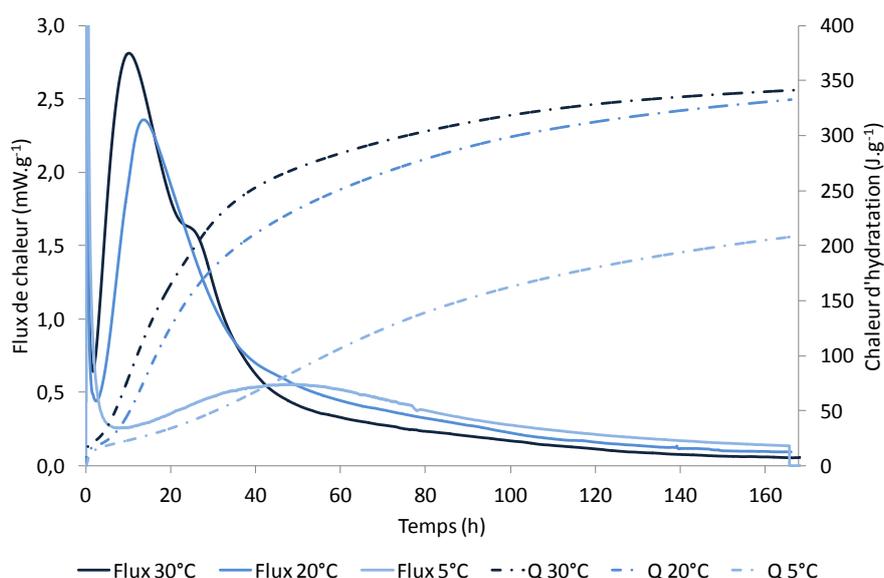


Figure I.4-23 : Evolution du flux de chaleur et de la chaleur d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C pendant 7 jours du ciment C3A-7\_5LL\_7,85A\_9 à E/C = 0,5.

Jusqu'à la fin de la période dormante c'est-à-dire au minimum de flux de chaleur après le pic de mouillage, située aux alentours de 2h15, les quantités des phases minéralogiques varient très peu : le C3S se dissout lentement en solution et les cristaux de C3A dont la surface n'est pas encore recouverte par de l'ettringite et/ou les sulfates en solution réagissent avec les sulfates déjà dissous en solution pour former quelques cristaux d'ettringite. Ce n'est qu'après l'atteinte de la sursaturation en calcium dans la solution que les C-S-H et la Portlandite précipitent massivement avec un dégagement de chaleur important visible sur la Figure I.4-23. Cette étape correspond aux arrêts d'hydratation à 7h (au milieu de la montée du pic thermique) et à 15h15 (au maximum du pic thermique). En effet, il est possible de voir qu'entre  $t = 0$  et  $t = 15h15$ , les quantités détectées par DRX de C3S, C3A, et anhydrite sont divisées par deux et qu'en parallèle les quantités d'ettringite, de Portlandite et d'amorphes atteignent respectivement 13 %, 5 % et 28 %. Les réactions d'hydratation entraînant la précipitation de l'ettringite, la Portlandite et des C-S-H se poursuivent au cours du temps avec une consommation plus ou moins rapide du C3S, C2S, C3A et C4AF selon leur réactivité respective.

Grâce à la Figure I.4-23, il est possible de voir que l'augmentation de la température à laquelle se déroule l'hydratation du ciment a un effet à la fois sur le flux de chaleur et donc la vitesse de réaction des phases anhydres mais aussi sur la quantité totale de chaleur dégagée. A 30 °C, il y a un petit épaulement sur le flux de chaleur vers 30 h qui pourrait correspondre à la déplétion des sulfates avec la conversion de l'ettringite en monosulfoaluminate de calcium. Ceci pourrait être confirmé par des analyses DRX à cette échéance sur pâte de ciment. Cependant, même si le flux de chaleur atteint des valeurs plus élevées qu'à 20 °C, la quantité de chaleur totale dégagée à 30 °C reste assez proche de celle dégagée à 20 °C. A 5 °C au contraire, il est possible de voir que les réactions d'hydratation sont clairement ralenties avec un flux de chaleur très faible et une chaleur d'hydratation quasiment divisée par 1,5 par rapport à 20 °C.

Sur les Figure I.4-24 et Figure I.4-25 sont respectivement présentés les résultats obtenus par traitement DRX et par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C. Étant donné la présence de 20 % de filler calcaire dans ce ciment, il n'est pas possible de détecter les sulfates alcalins par DRX à  $t = 0$ . Cependant, comme pour le ciment C3A-7\_5LL\_7,85A\_9, il est possible de voir que dès 15 minutes, des cristaux de C3S, C3A et d'anhydrite se dissolvent, entraînant ainsi la précipitation des premiers cristaux d'ettringite et de C-S-H, mis en évidence par l'important dégagement thermique du pic de mouillage. Durant la période dormante, les phases anhydres continuent de se dissoudre jusqu'à atteindre la sursaturation de la solution en calcium et ainsi engendrer la précipitation des C-S-H et de la Portlandite à partir de 1h30. Les sulfates présents en solution et n'ayant pas encore réagi sont adsorbés par les cristaux de C3A, bloquant donc leur hydratation. Ainsi, jusqu'à 15h15 (maximum du dégagement de chaleur sur la Figure I.4-25), ce sont principalement la Portlandite et les C-S-H qui vont se développer en consommant le C3S, l'anhydrite et un peu de C2S. Ce n'est qu'une fois les sulfates adsorbés sur les cristaux de C3A consommés, que le C3A sera de nouveau libre de réagir. Ceci est visible avec l'arrêt d'hydratation effectué à 27h qui correspond à l'épaule sur la courbe de flux de chaleur, où l'anhydrite n'est plus détectée par DRX, la consommation du C3A et du C4AF s'accélère ainsi que la précipitation de l'ettringite. L'hydratation du ciment se poursuit au cours du temps jusqu'à atteindre à 28 jours pour 100 g de ciment, 3 g de C3S et 3 g de C2S non consommés, et 16 g de Portlandite, 13 g d'ettringite et 68 g d'amorphes précipités.

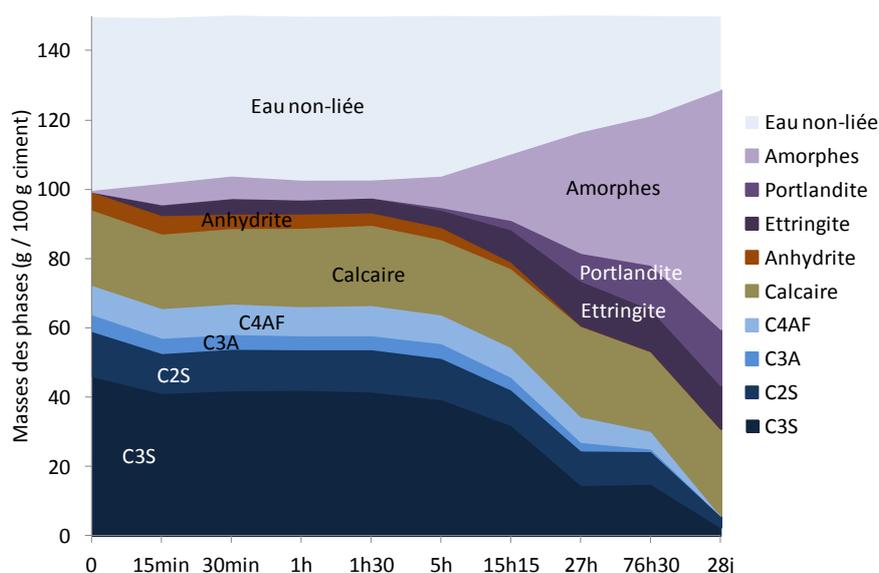


Figure I.4-24 : Evolution des phases minéralogiques au cours du temps mesurée par DRX dans le ciment C3A-7\_20LL\_5,85A\_12 à E/C = 0,5, T = 20 °C.

Comme pour le ciment contenant 5 % de filler calcaire, il est possible de voir que la différence de température entre les mesures de chaleur influe sur la vitesse de réaction cf. Figure I.4-25. Dans le ciment contenant 5 % de filler calcaire, cet épaulement est moins visible étant donné la plus grande quantité de clinker et donc la réactivité plus importante du ciment. Pour le ciment C3A-7\_20LL\_5,85A\_12 à 20 °C, il est possible de voir un épaulement important au niveau du flux de chaleur à 27h correspondant à la formation massive d'ettringite.

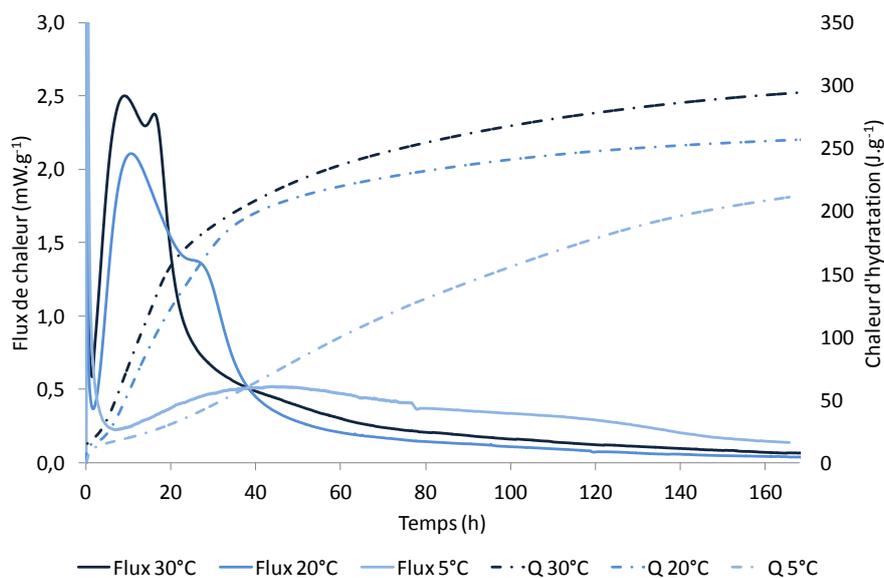


Figure I.4-25 : Evolution du flux de chaleur et de la chaleur d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C pendant 7 jours du ciment C3A-7\_20LL\_5,85A\_12 à E/C = 0,5.

Ceci est toujours visible à 30 °C, mais étant donné l'effet accélérateur de la température sur les réactions d'hydratation, ce pic est beaucoup plus proche du premier situé vers 15h15. Il correspond à l'hydratation du C3A et la formation d'ettringite. Au contraire, à 5 °C, les réactions d'hydratation sont ralenties avec un dégagement de chaleur étalé dans le temps. Il est possible que le pic mesuré ne corresponde qu'à l'hydratation du C3S. De la même façon, des arrêts d'hydratation sur le ciment conservé à cette température pourraient permettre de confirmer ou non ces hypothèses. Enfin, la chaleur d'hydratation totale mesurée à 5, 20 et 30 °C diffère d'une cinquantaine de J.g<sup>-1</sup> entre chaque température.

Sur les Figure I.4-26 et Figure I.4-27 sont respectivement présentés les résultats obtenus par traitement DRX et par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C. Le ciment anhydre contient 35 % de filler calcaire : la quantité de phases réactives est donc plus faible ce qui entraîne une diminution de la quantité de chaleur dégagée par rapport aux deux autres ciments avec 5 et 20 % de filler calcaire. Cependant, comme pour les deux autres ciments, des cristaux de C3S, de C3A et d'anhydrite se dissolvent dès les premiers instants permettant la formation d'hydrates et le blocage de l'hydratation du C3A. Il est possible de voir que la période dormante de ce ciment a une durée similaire à celle du ciment contenant 20 % de filler calcaire proche de 1h30 alors que le ciment ne contenant que 5 % de filler calcaire a une période dormante de 2h15. En accord avec la bibliographie, ceci peut être expliqué par le rôle de site de nucléation du filler calcaire qui accélère la précipitation des premiers hydrates. Ce n'est qu'après cette période dormante que la Portlandite et les C-S-H se développent, avec une accélération entre 9 h et 15h15 qui correspond au maximum de flux de chaleur. Même si les réactions d'hydratation du C3S entraînant la formation de Portlandite et de C-S-H se poursuivent, l'arrêt d'hydratation à 24 h révèle la remise en marche des réactions d'hydratation du C3A, la dissolution quasi complète de l'anhydrite et du C3A et une précipitation importante d'ettringite, visible également sur le dégagement de chaleur et l'épaulement présent. A 28 jours pour 100 g de ciment, il ne reste que 1 g de C3S, 4 g de C2S et 11 g Portlandite, 14 g d'ettringite et 60 g d'amorphes ont précipités.

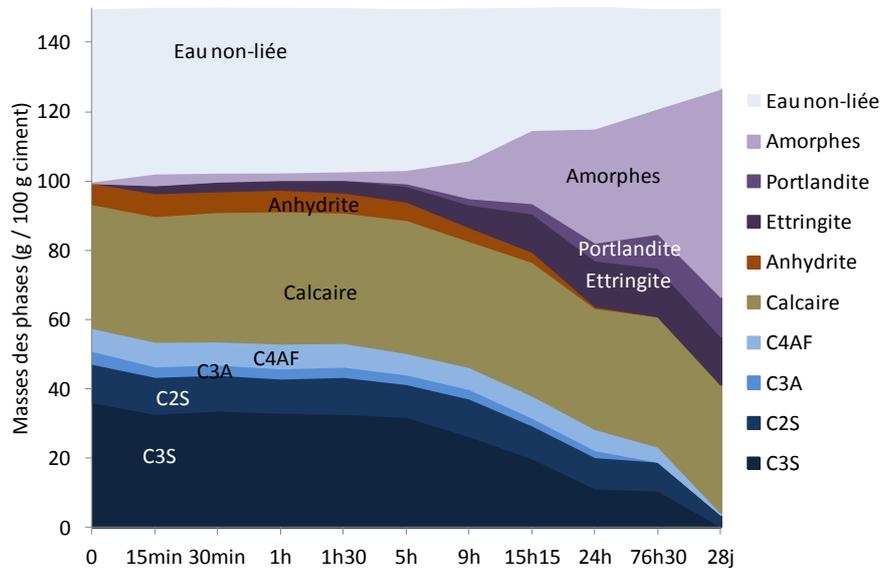


Figure I.4-26 : Evolution des phases minéralogiques au cours du temps mesurée par DRX dans le ciment C3A-7\_35LL\_5,85A\_12 à E/C = 0,5, T = 20°C.

La comparaison des résultats obtenus pour les 3 ciments révèle tout d'abord que la présence de filler calcaire en quantité importante (au moins 20 %) raccourcit la période dormante – passage de 2h15 pour 5 % à 1h30 pour 20 et 35 % de filler calcaire. Ainsi, comme indiqué dans la bibliographie, il semble que le filler calcaire joue le rôle de site de nucléation. Cependant, plus la quantité de filler calcaire ajouté est élevée moins il y a de matière réactive et plus la quantité de Portlandite et de C-S-H formés diminue, en plus de la quantité de chaleur dégagée lors de l'hydratation. La présence de deux pics de chaleur pour les ciments contenant 20 et 35 % de filler calcaire peut être expliquée soit par la présence du filler calcaire qui décale les réactions dans le temps, soit par un effet de la différence d'anhydrite présente avec le ciment ne contenant que 5 % de filler calcaire (5,85 % d'anhydrite contre 7,85 %). A noter enfin que pour ces trois ciments, le C4AF ne semble réagir qu'à partir de 3 jours.

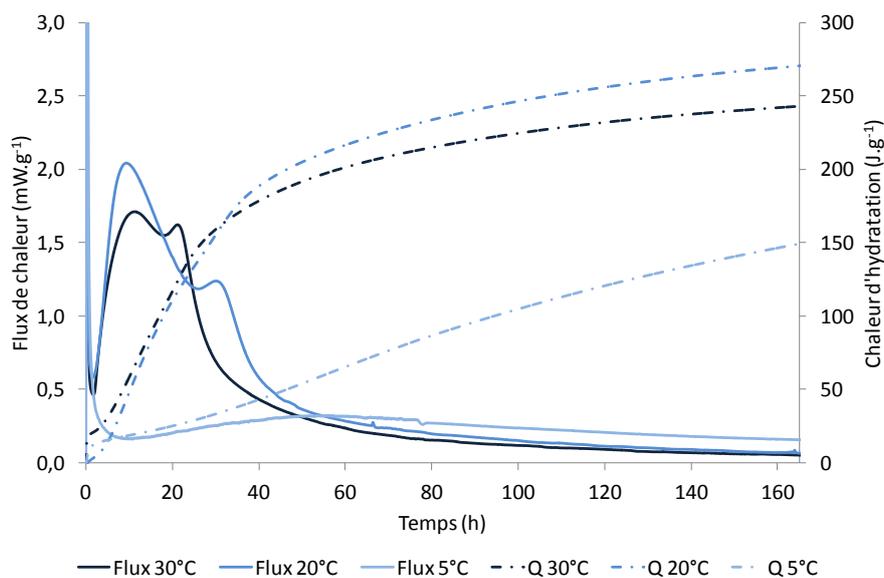


Figure I.4-27 : Evolution du flux de chaleur et de la chaleur d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C pendant 7 jours du ciment C3A-7\_35LL\_5,85A\_12 à E/C = 0,5.

Comme pour les deux autres ciments sélectionnés contenant du filler calcaire, des mesures de chaleur sur pâte pure de ciment sont faites à 5, 20 et 30 °C. Elles montrent que comme pour le ciment contenant 20 % de filler calcaire, le pic de flux de chaleur correspondant à la formation massive d'ettringite est situé plus près de celui correspondant à l'hydratation du C3S lorsque la température est supérieure à 20 °C, ce qui est en accord avec une hydratation plus rapide du ciment. Cependant, le flux de chaleur maximal et donc la chaleur totale dégagée à 30 °C est légèrement inférieure à celle dégagée à 20 °C. Enfin, comme pour les deux autres ciments, les valeurs obtenues à 5 °C sont étalées dans le temps.

#### I.4.2.4.1.2 Conclusion

En comparant l'hydratation de ces 3 ciments contenant 5, 20 et 35 % de filler calcaire, on constate que la présence croissante de filler calcaire décale dans le temps les réactions d'hydratation, mais qu'au jeune âge, la présence de filler calcaire joue le rôle de sites nucléation d'hydrates.

#### I.4.2.4.2. Ciments C3A-7\_S

Dans ce paragraphe sont présentés les résultats obtenus pour les trois ciments contenant du clinker C3A-7 et du laitier sélectionnés pour les plans bétons.

##### I.4.2.4.2.1 Evolution minéralogique et dégagements de chaleur au cours du temps

La Figure I.4-28 représente les résultats obtenus par traitement DRX afin de suivre l'évolution des phases minéralogiques et la Figure I.4-29 présente les mesures de microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C pour le ciment C3A-7\_5S\_7,85A\_15.

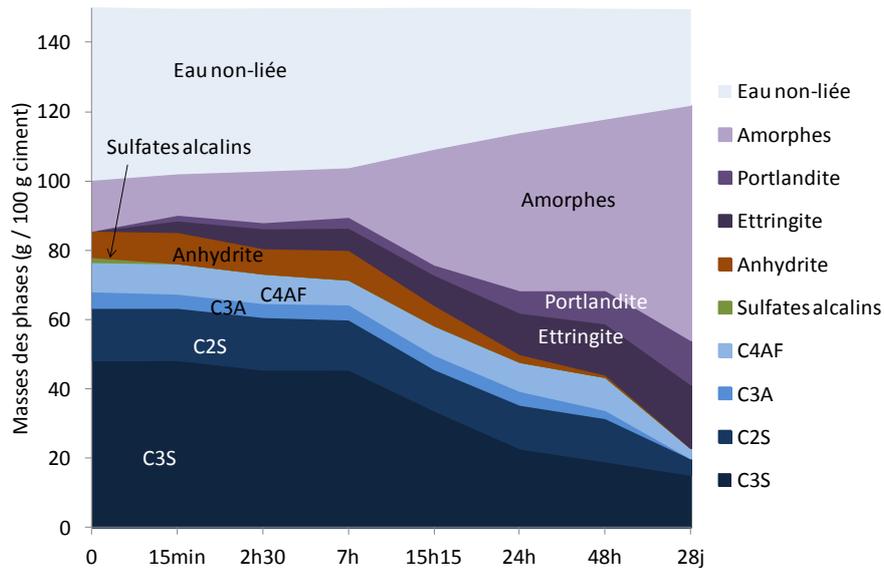


Figure I.4-28 : Evolution des phases minéralogiques au cours du temps mesurée par DRX dans le ciment C3A-7\_5S\_7,85A\_15 à E/C = 0,5, T = 20 °C.

Comme pour le ciment ne contenant que 5 % de filler calcaire, les mesures DRX permettent de détecter la présence de sulfates alcalins. L'arrêt d'hydratation effectué à 15 minutes et qui correspond au début du pic de mouillage niveau dégagement de chaleur présente la disparition des sulfates alcalins ainsi que la précipitation des premiers cristaux d'ettringite et de Portlandite provenant des C3S, C3A, sulfates alcalins et anhydrite. Ce n'est qu'à la fin de la période d'induction (2h30). De 7 h à 15h15 après la gâchée, la quantité de C3S, C2S, C3A et anhydrite évolue fortement : ceci se traduit par la précipitation d'un peu d'ettringite mais surtout de C-S-H. En effet, le peu de Portlandite précipitée semble être consommée pour activer le laitier présent (d'où la quantité constante jusqu'à 15h15). De plus, la quantité d'ettringite détectée semble augmenter : on peut donc supposer que les cristaux de C3A s'hydratent. A la vue de l'évolution du flux de chaleur, il est possible de supposer que les réactions d'hydratation de ce ciment ont lieu en même temps. Ce n'est qu'après 24 h que la quantité de Portlandite détectée croît, ce qui peut signifier que le laitier est activé. L'hydratation se poursuit ensuite avec la consommation du clinker et la précipitation des hydrates.

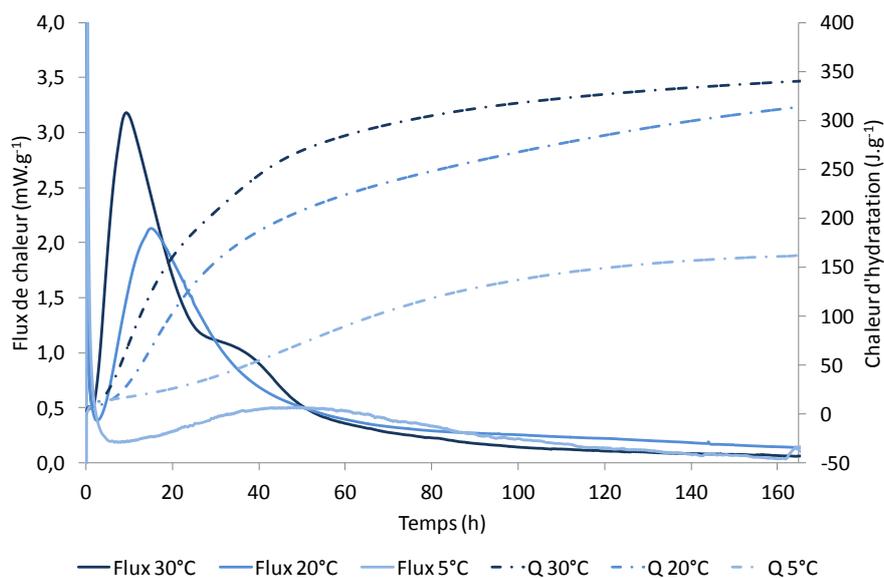


Figure I.4-29 : Evolution du flux de chaleur et de la chaleur d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C pendant 7 jours du ciment C3A-7\_5S\_7,85A\_15 à E/C = 0,5.

Comme pour le ciment ne contenant que 5 % de filler calcaire, le flux de chaleur à 30 °C du ciment C3A-7 avec 5 % de laitier présente deux pics : l'un vers 15h et l'autre vers 30h cf. Figure I.4-29. Il est possible que le deuxième pic corresponde à la déplétion des sulfates. De même, le flux de chaleur dégagé à 5 °C est étendu dans le temps, ce qui donne des chaleurs similaires à 20 et 30 °C et deux fois plus faibles pour le ciment hydraté à 5 °C. Les chaleurs de ce ciment contenant 5 % de laitier, à 20 et 30 °C sont équivalentes à celle dégagée par le ciment contenant 5 % de filler calcaire. Au contraire, la chaleur mesurée à 5 °C est plus proche de celle du ciment contenant 35 % de filler calcaire. Ces similarités peuvent être expliquées par la faible réactivité du laitier, qui même en petite quantité, nécessite une réactivité du clinker et donc une certaine température pour être activé.

La Figure I.4-30 représente les résultats obtenus par traitement DRX afin de suivre l'évolution des phases minéralogiques et la Figure I.4-31 présente les mesures de microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C pour le ciment C3A-7\_42,5S\_3,85A\_12.

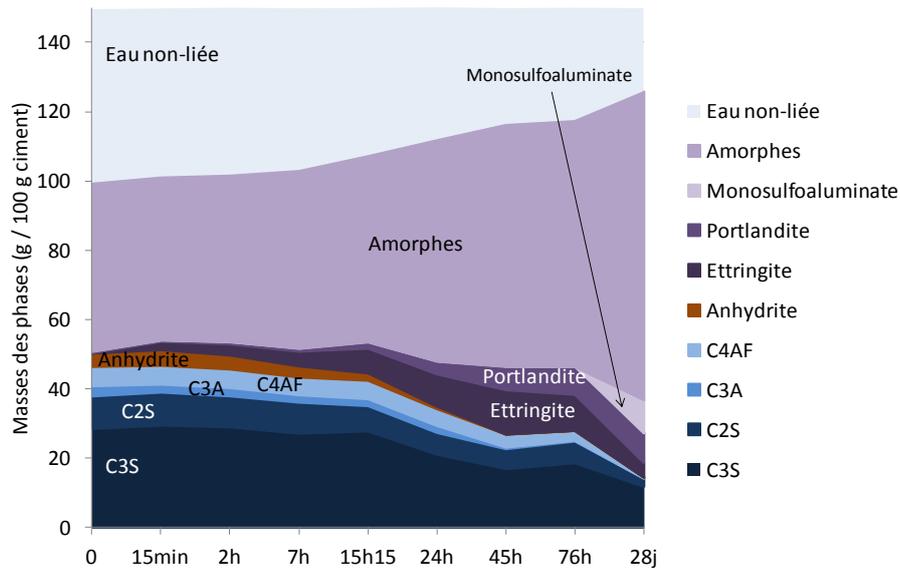


Figure I.4-30 : Evolution des phases minéralogiques au cours du temps dans le ciment C3A-7\_42,5S\_3,85A\_12 à E/C = 0,5, T = 20 °C.

L'arrêt d'hydratation effectué à 15 minutes - situé au début du pic de mouillage du dégagement de chaleur - présente la précipitation des premiers cristaux d'ettringite et de Portlandite provenant des C3S, C3A et anhydrite. La fin de la période d'induction (2h après la gâchée) marque le début de la précipitation de quelques cristaux d'ettringite mais surtout de C-S-H. Cependant, étant donné le caractère amorphe de ceux-ci, il est assez difficile de faire la distinction entre eux et le laitier non réagi. De plus étant donné la faible quantité de Portlandite détectée jusqu'à 24 voire 48 h, il est possible de supposer qu'elle est consommée par l'activation du laitier qui, de ce fait, réagit potentiellement à la place et/ou en même temps que le C3S vu la quasi constance de la quantité détectée. L'hydratation du C3S et du C3A semble pourtant s'accélérer à partir de 24h avec leur consommation et la précipitation de Portlandite et de C-S-H. En regardant l'épaule sur le dégagement de chaleur et la quantité de phases minéralogiques, il est possible d'en déduire qu'aux alentours de 48 h, l'hydratation du C3A reprend. A trois jours, on considère que la plupart des réactions - du clinker et du laitier - ont lieu en même temps et entraînent la formation à 28 jours pour 100 g de ciment de 9 g de Portlandite, 4 g d'ettringite et 89 g d'amorphes correspondants à la fois au laitier n'ayant pas encore réagi ainsi qu'aux C-S-H formés. La présence de si peu d'ettringite à 28 jours peut être expliquée par la conversion de celle-ci en monosulfoaluminate de calcium détecté par la DRX. En effet, ce ciment ne contient que 3,85 % d'anhydrite. Il n'y a donc pas assez de sulfates présents dans le milieu pour réagir avec tous les ions calcium. Aucun pic de chaleur n'étant visible après 3 jours sur les mesures microcalorimétriques, il est possible de supposer que cette conversion se déroule après au moins 7 jours.

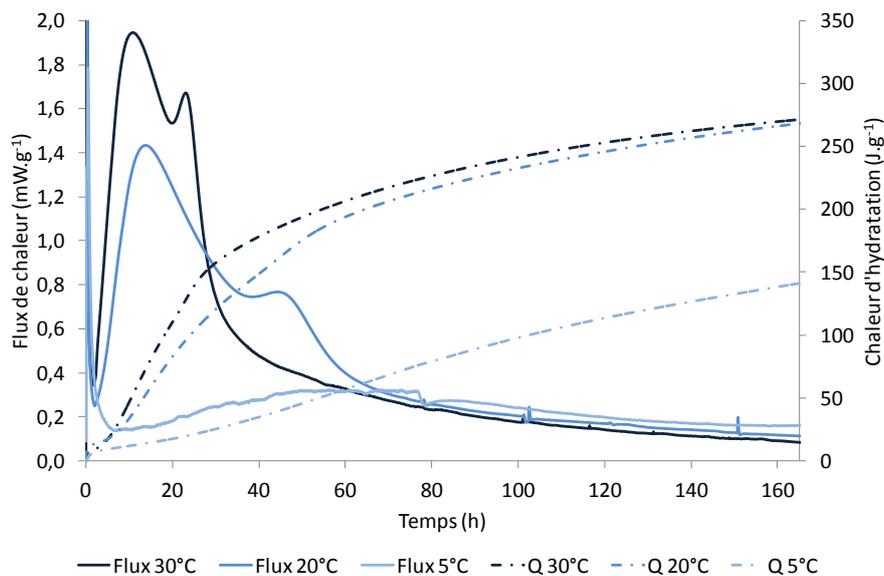


Figure I.4-31 : Evolution du flux de chaleur et de la chaleur d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C pendant 7 jours du ciment C3A-7\_42,5S\_3,85A\_12 à E/C = 0,5.

On voit aussi que l'augmentation de la température accélère les réactions d'hydratation avec le rapprochement visible des deux pics correspondant à l'hydratation du C3S et la précipitation massive de l'ettringite sur le flux de chaleur mesuré à 30 °C. De plus, la diminution de la température ralentit les réactions d'hydratation. Cependant, comme il est possible de la voir sur la Figure I.4-31, la quantité totale de chaleur dégagée est similaire pour les mesures réalisées à 20 et 30 °C. La chaleur d'hydratation sur pâte pure de ciment mesurée à 5 °C est la même que celle obtenue avec le ciment ne contenant que 5 % de laitier.

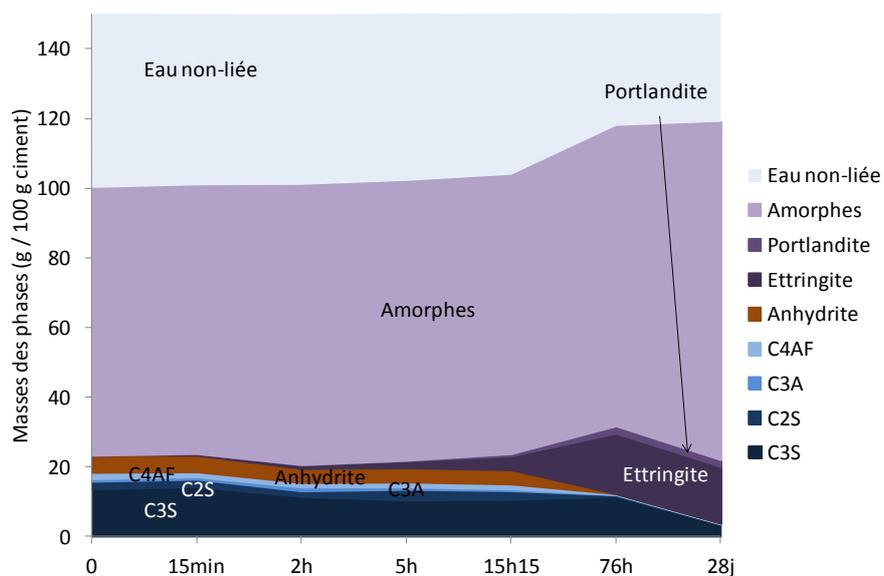


Figure I.4-32 : Evolution des phases minéralogiques au cours du temps mesurée par DRX dans le ciment C3A-7\_80S\_5,85A\_12 à E/C = 0,5, T = 20 °C.

La Figure I.4-32 représente les résultats obtenus par traitement DRX afin de suivre l'évolution des phases minéralogiques et la Figure I.4-33 présente les mesures de microcalorimétrie isotherme à 20 °C pour le ciment C3A-7\_80S\_5,85A\_12. Étant donné la composition de ce ciment et la présence de 80 % de laitier donc 80 % d'amorphes, le suivi d'hydratation par l'étude des phases minéralogiques présentes par DRX se révèle assez tendancieux. De manière générale, il est possible de dire que le C3S semble commencer à réagir aux alentours de 15 h avec une légère précipitation d'hydratation mais surtout la présence d'un pic de chaleur. L'absence de Portlandite pourrait aussi signifier que celle-ci est consommée dans le but d'activer le laitier. Le deuxième pic de chaleur situé vers 76 h semble lui, correspondre à l'hydratation du C3A et du C4AF avec la précipitation massive d'ettringite et la disparition de l'anhydrite. A 28 jours, les phases du clinker sont consommées même si, vu la quantité de laitier, il est assez difficile de réellement quantifier les phases.

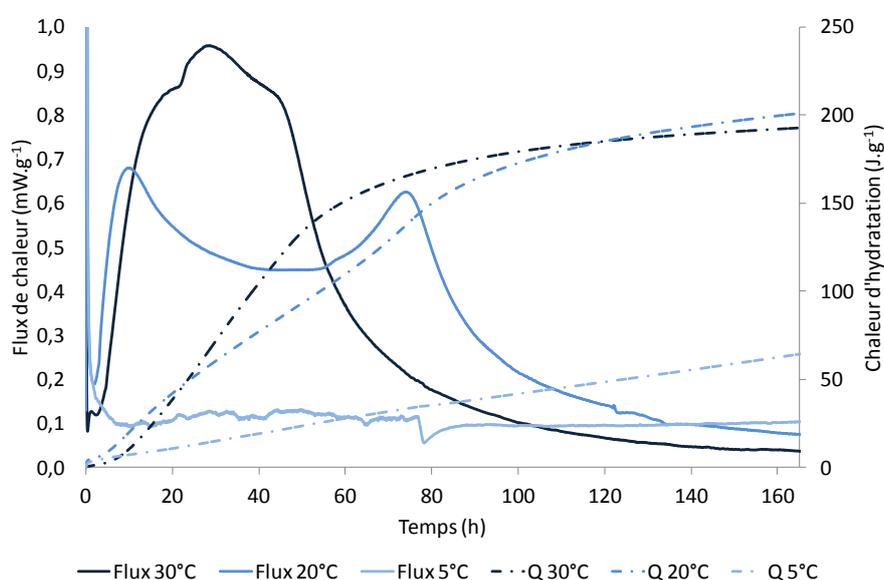


Figure I.4-33 : Evolution du flux de chaleur et de la chaleur d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C pendant 7 jours du ciment C3A-7\_80S\_5,85A\_12 à E/C = 0,5.

A 20 °C, le flux de chaleur est nettement séparé en deux parties avec donc deux réactions distinctes temporellement cf. Figure I.4-33. Par rapport aux autres ciments contenant du laitier, il est possible de voir clairement l'effet de l'augmentation de la température sur la cinétique d'hydratation et d'activation du laitier – composant majoritaire du ciment dans ce cas là. Cependant, la quantité totale de chaleur dégagée est la même que ce soit à 20 ou 30 °C. Enfin, à 5 °C et avec 80 % de laitier, les réactions d'hydratation sont quasi inexistantes. Ainsi, tant que le laitier n'est pas le composant majoritaire du ciment, le clinker s'hydrate de façon semblable avec des dégagements de chaleur similaires quel que soit le pourcentage de laitier.

#### I.4.2.4.2.2 Conclusion

En comparant les résultats obtenus pour ces trois ciments, il est possible d'en déduire que la présence de laitier a un effet retard sur l'hydratation du ciment et principalement sur l'hydratation du C3A plus ou moins mis en évidence selon la quantité de laitier. Kocaba au contraire ne considère pas comme significatif l'effet du laitier sur l'hydratation du C3A, mais démontre un effet accélérateur du laitier

sur le C4AF [Kocaba, 2009]. De plus, plus la quantité de laitier sera importante, moins il y aura de Portlandite formée, celle-ci étant utilisée pour l'activation du laitier. Enfin, lorsque la quantité de sulfates en solution n'est pas assez élevée pour permettre l'hydratation complète du C3A, l'ettringite formée est recombinaée en monosulfoaluminate de calcium.

L'utilisation de laitier ou de filler calcaire avec ce clinker modifie la cinétique de réactivité du ciment avec une activation plus rapide grâce au filler calcaire comme site de nucléation. Il est aussi possible que les hydrates formés soient différents selon le type d'ajout, cependant comme la composition de ceux-ci n'a pas été étudiée de manière plus poussée, ce n'est qu'une supposition.

#### I.4.2.4.3. Ciments C3A-0\_S

##### I.4.2.4.3.1 Evolution minéralogique et dégagements de chaleur au cours du temps

Les Figure I.4-34 et Figure I.4-35 représentent respectivement l'évolution des phases minéralogiques dans le ciment C3A-0\_5S\_7,85A\_12 ainsi que le dégagement de chaleur au cours de son hydratation.

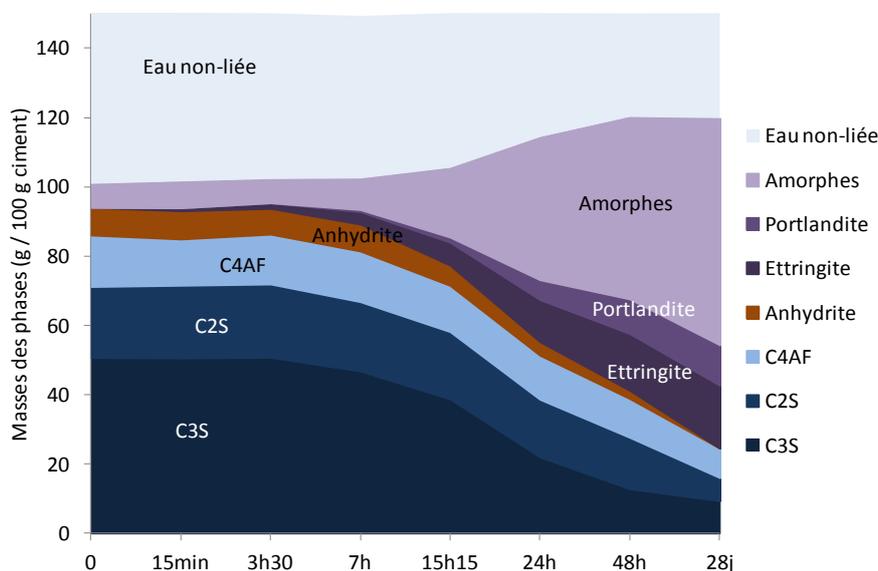


Figure I.4-34 : Evolution des phases minéralogiques au cours du temps dans le ciment C3A-0\_5S\_7,85A\_15 à E/C = 0,5, T = 20 °C.

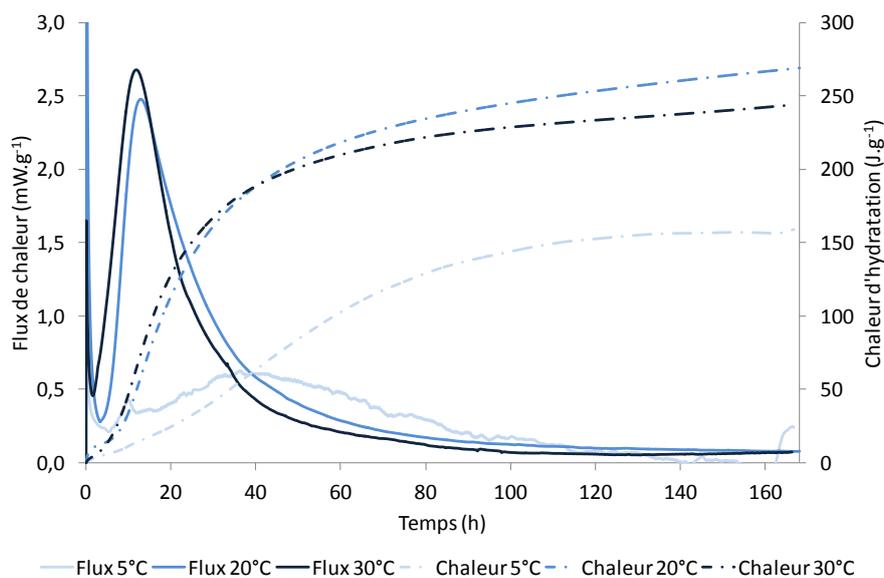


Figure I.4-35 : Evolution du flux de chaleur et de la chaleur d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C pendant 7 jours du ciment C3A-0\_5S\_7,85A\_15 à E/C = 0,5.

Etant donné l'absence de C3A dans le ciment, les ions aluminium ne proviennent que de la dissolution du C4AF. La réactivité de celui-ci est plus lente que celle du C3A. L'arrêt d'hydratation réalisé 15 minutes après la gâchée confirme la réactivité lente du C4AF qui, de ce fait, ne produit que très peu d'ettringite et seulement à partir de 3h30 (fin de la période dormante). L'ettringite se forme à partir du C4AF en donnant soit une ettringite ferreuse, soit une ettringite sans fer et une solution amorphe de fer [Collepari, et al., 1979, Fukuhara, et al., 1981]. A la suite de cela, l'hydratation du ciment se poursuit. La Portlandite n'étant détectée qu'à partir de 24 h, il est possible qu'avant cette échéance, elle serve à activer les 5 % de laitier présents. La présence d'un seul pic thermique laisse à penser que toutes les réactions d'hydratation se déroulent en même temps, malgré la détection à 15h15 d'une diminution de la quantité de C3S et d'une augmentation de la quantité d'amorphes signifiant la formation de C-S-H. A noter également de 15 à 24 h l'augmentation de la quantité d'ettringite formée en parallèle d'une consommation d'anhydrite et de C4AF. Après 28 jours, il est encore possible de détecter des phases anhydres du clinker, et en quantité plus grande par rapport au ciment contenant du C3A.

Comme il est possible de la voir sur la Figure I.4-35, l'augmentation de la température à laquelle est conservée la pâte de ciment – passage de 20 à 30 °C - n'a que peu d'effet sur la cinétique d'hydratation (énergie d'activation de  $10000 \text{ J.mol}^{-1}$ ) du ciment et le dégagement de chaleur total. Par contre, la mesure réalisée à 5 °C révèle un ralentissement de l'hydratation du ciment. En comparant les résultats obtenus pour ce ciment avec ceux obtenus pour le ciment clinker C3A-7 et 5 % de laitier, il est possible de voir que les chaleurs d'hydratation dégagées ici sont inférieures, ce qui est expliqué par l'utilisation d'un clinker ne contenant que du C4AF, phase moins réactive et exothermique que le C3A, et ce quelle que soit la température de travail.

La Figure I.4-36 représente l'évolution cristalline du matériau au cours du temps et la Figure I.4-37 la chaleur dégagée durant les 7 premiers jours. La mise en contact du ciment avec l'eau entraîne la dissolution de quelques cristaux de C3S, C2S et C4AF. Cependant, le développement des hydrates

n'est visible à proprement parler qu'à partir de 7 ou 15 h avec la croissance des C-S-H. Avant cela, il est possible de détecter un peu d'ettringite formée par les premiers cristaux d'anhydrite et de C4AF mis en solution. A partir de 48 h, la quantité de Portlandite mais également d'ettringite se met aussi à croître. Avant cela, la Portlandite est consommée par le laitier pour être activé. Ce n'est qu'à partir de ce moment qu'assez de sulfates absorbés sur le C4AF ont été consommés (transformés en C-S-H) pour permettre l'hydratation de celui-ci. Ces réactions différées dans le temps sont aussi visibles par la présence d'un épaulement sur le flux de chaleur mesuré à partir de 50 h. Après cela, l'hydratation se poursuit avec la consommation du clinker et la précipitation des hydrates.

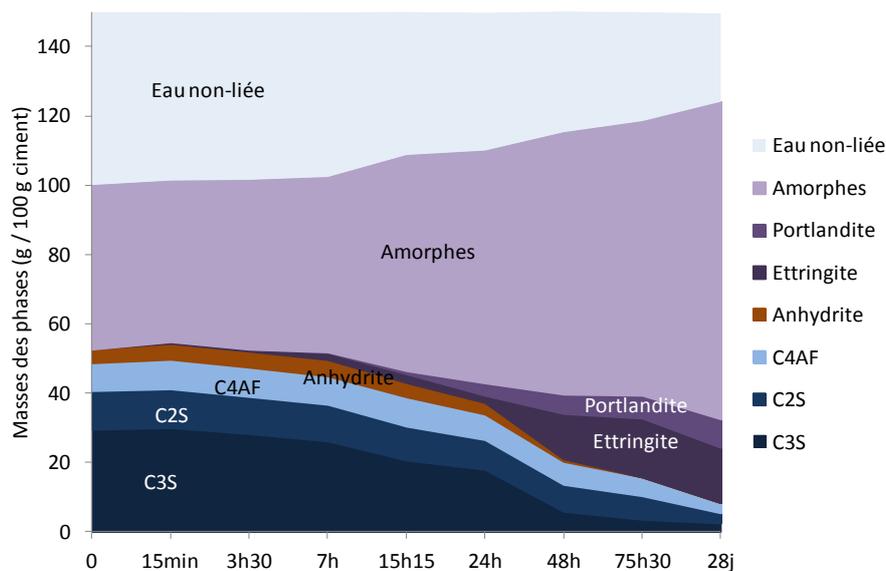


Figure I.4-36 : Evolution des phases minéralogiques au cours du temps mesurée par DRX dans le ciment C3A-0\_42,5S\_5,85A\_12 à E/C = 0,5, T = 20 °C.

Contrairement au ciment ne contenant que 5 % de laitier, la présence de 42,5 % de laitier avec du clinker C3A-0 produit des chaleurs d'hydratation équivalentes à celles mesurées pour le ciment clinker C3A-7 et 42,5 % de laitier.

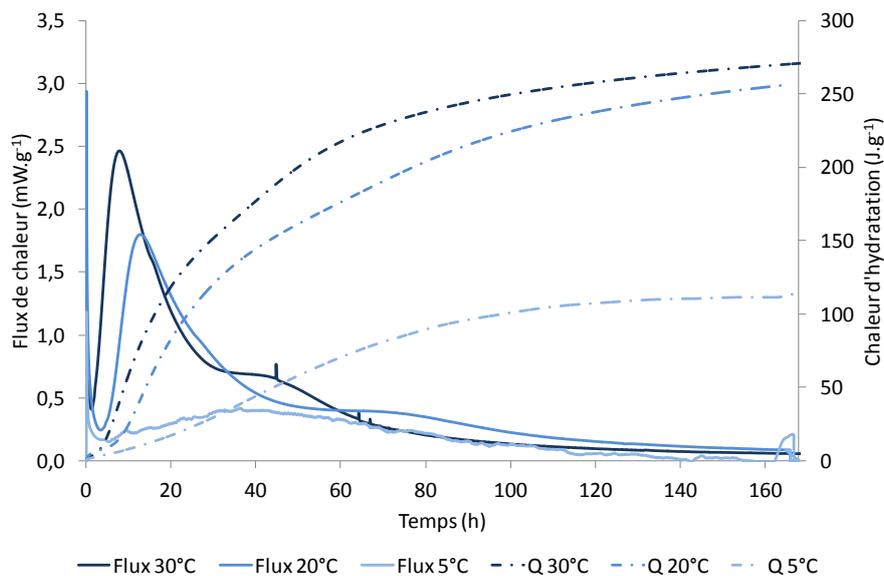


Figure I.4-37 : Evolution du flux de chaleur et de la chaleur d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C pendant 7 jours du ciment C3A-0\_42,5S\_5,85A\_12 à E/C = 0,5.

Enfin, les Figure I.4-38 et Figure I.4-39 présentent respectivement l'évolution minéralogique et thermique du ciment au cours de l'hydratation. Ce ciment contenant 80 % de laitier, soit quasiment 80 % d'amorphes, il est assez difficile de réaliser un suivi d'hydratation étant donné l'incertitude sur les mesures.

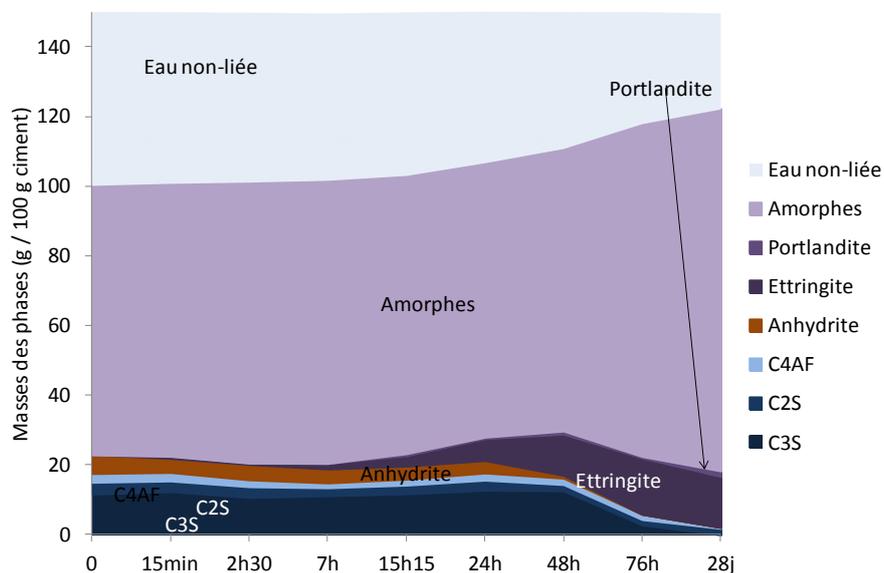


Figure I.4-38 : Evolution des phases minéralogiques au cours du temps dans le ciment C3A-0\_80S\_5,85A\_12 à E/C = 0,5, T = 20 °C.

Cependant, comme pour le ciment contenant 80 % de laitier mais du clinker C3A-7, jusqu'à 48 h, peu d'anhydres sont consommés : seuls quelques cristaux d'ettringite ont précipité à partir du C4AF et de l'anhydrite, la Portlandite étant consommée pour activer le laitier. Ainsi, le premier pic de chaleur correspond à la précipitation des C-S-H à partir du laitier et le deuxième pic de chaleur à la

précipitation de l'ettringite. Après 28 jours, très peu de clinker est encore détecté alors que la quantité d'amorphes et d'hydrates a augmenté.

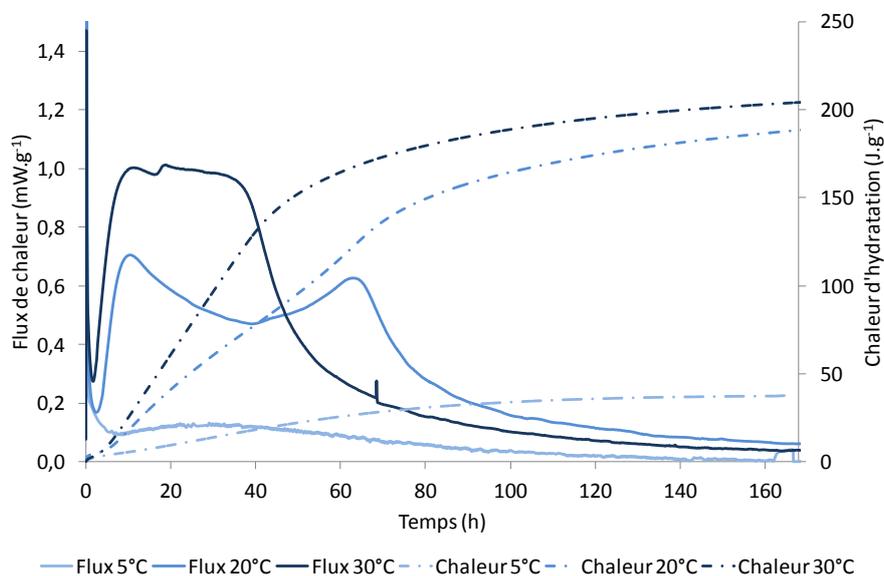


Figure I.4-39 : Evolution du flux de chaleur et de la chaleur d'hydratation mesurés par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C pendant 7 jours du ciment C3A-0\_80S\_5,85A\_12 à E/C = 0,5.

De plus, comme avec le ciment C3A-7\_80S\_5,85A\_12, les effets de température sont notables sur la cinétique d'hydratation et ce particulièrement à 5 °C.

#### I.4.2.4.3.2 Conclusion

Le suivi de l'hydratation des 3 ciments sélectionnés ne contenant pas de C3A révèle que la présence de laitier et l'absence de C3A ralentit les réactions d'hydratation, en comparaison d'un ciment ne contenant pas de laitier et contenant du C3A. Etant donné la difficulté de différencier le laitier amorphe des C-S-H formés, il est difficile d'évaluer le ralentissement des réactions d'hydratation.

Les quantités de chaleurs dégagées à 5, 20 et 30 °C sont décroissantes avec un pourcentage de laitier croissant. De plus, en comparaison avec les ciments C3A-7\_S, les chaleurs d'hydratation mesurées pour les ciments C3A-0\_S sont inférieures.

#### I.4.2.4.4. Conclusion sur les suivis des phases minéralogiques au cours du temps

De manière générale, il est possible de constater que la présence croissante de filler calcaire ou de laitier retarde et sépare les réactions d'hydratation et diminue la quantité de chaleur dégagée. Cette diminution de chaleur est plus importante pour le laitier. Cependant, les résultats obtenus pour les ciments au laitier sont à prendre avec du recul étant donné la non distinction possible entre les amorphes contenu dans le laitier et les C-S-H formés. A noter qu'au très jeune âge, un léger effet d'activation de l'hydratation du clinker par le filler calcaire avec son rôle de site de nucléation est détecté. De plus, l'utilisation de clinker sans C3A ralentit encore plus les réactions d'hydratation. Des essais d'analyse de composition par MEB pourraient peut-être permettre de différencier le laitier et les C-S-H, ainsi que d'évaluer la vitesse de réactivité des ciments avec ou sans C3A.

Les 9 ciments étudiés ont été sélectionnés selon leurs dégagements de chaleur et leurs résistances en compression. De ce fait, les quantités d'ajouts, d'anhydrite et la finesse du ciment varient. Après analyse, il aurait été plus facile d'en tirer des conclusions en ne faisant varier qu'un seul paramètre tel que la quantité d'ajout.

#### I.4.2.5. Energies d'activation des ciments

La réalisation de mesures de chaleur d'hydratation par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C permet à la fois de voir l'influence de la température sur la cinétique de réaction et de calculer les énergies d'activation des ciments.

La Figure I.4-40 présente les courbes brutes de chaleur d'hydratation obtenues par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 30 °C. Sur la Figure I.4-41 sont présentées ces mêmes courbes, mais après recalage en temps équivalent selon l'équation I.2-7. Les courbes obtenues à 5 et 30 °C sont recalées de manière à se superposer avec celle obtenue à 20 °C. Cela permet ainsi de connaître l'énergie d'activation du ciment sur les gammes de température 5 – 20 °C et 20 – 30 °C (cf. Tableau I.4-20).

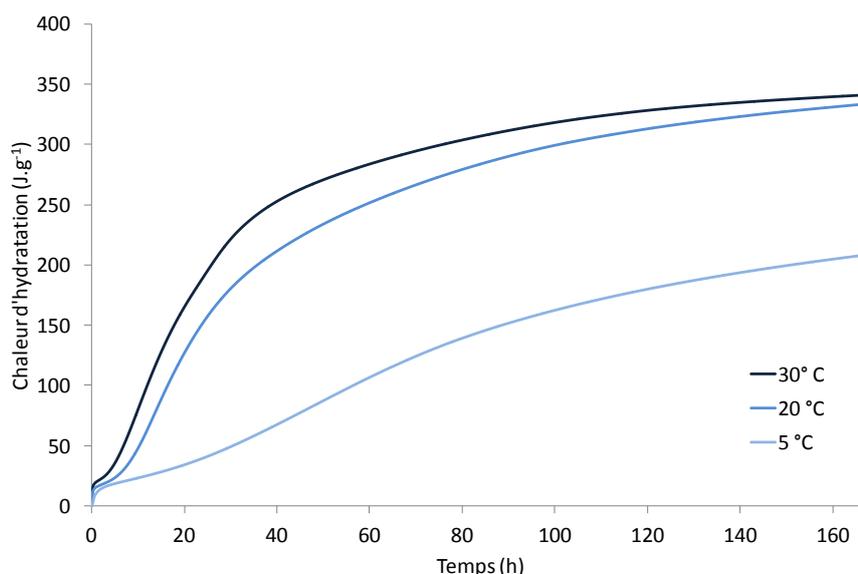


Figure I.4-40 : Chaleur d'hydratation mesurée par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C.

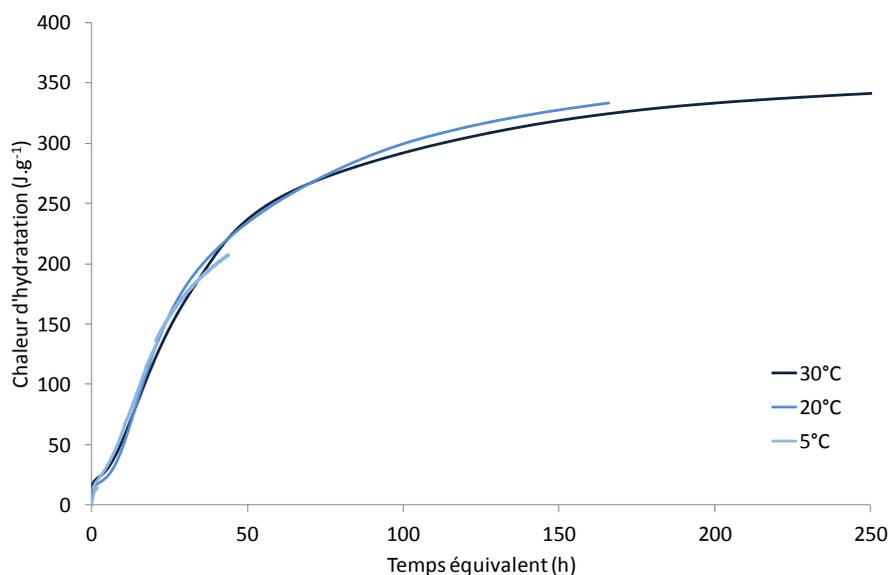


Figure I.4-41 : Chaleur d'hydratation mesurée par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C recalée en temps équivalent.

Dans la partie ci-dessous sont présentées les énergies d'activation obtenues après recalage des courbes en temps équivalent.

#### I.4.2.5.1. Calcul des énergies d'activation et comparaison avec les valeurs bibliographiques

D'après la littérature, l'énergie d'activation du ciment varie selon sa composition cf. I.1.4.2.2. La chaleur d'hydratation de chaque ciment sélectionné a été mesurée par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C. Les résultats obtenus à 5 °C et 30 °C sont recalés en temps équivalent par rapport aux mesures faites à 20 °C. La modification de l'énergie d'activation permet de faire coïncider les résultats et ainsi connaître celle du ciment.

Un premier essai pour recalcr les courbes en temps équivalent à été d'utiliser la formule de Freiesleben – Hansen et Pedersen et la formule de Jonasson présentées dans la partie I.1.4.2.2. Les valeurs obtenues sont présentées dans le Tableau I.4-19.

$E_a$ (J.mol <sup>-1</sup> )	5 °C	20 °C	30 °C
Freiesleben - Hansen et Pedersen	55075	33500	33500
Jonasson	68920	47400	40580

Tableau I.4-19 : Energie d'activation calculée selon les formules de Freiesleben-Hansen et Pedersen et Jonasson [Freiesleben-Hansen and Pedersen, 1977] [Jonasson, 1994].

Cependant, les valeurs obtenues ne permettent pas toujours de faire coïncider les résultats.

Ainsi, le Tableau I.4-20 regroupe les énergies d'activation obtenues après traitement des données expérimentales de manière à recalcr les courbes à 5 et 30 °C sur celle à 20 °C.

	Ciments	5 - 20 °C (J.mol <sup>-1</sup> )	E <sub>a</sub> /R à 5 - 20 °C (K)	20 - 30 °C (J.mol <sup>-1</sup> )	E <sub>a</sub> /R à 20 - 30 °C (K)
C3A-7	5LL_7,85A_9	60000	7220	30000	3610
	20LL_5,85A_12	60000	7220	25000	3010
	35LL_5,85A_12	70000	8420	8000	960
	5S_7,85A_15	60000	7220	35000	4210
	42,5S_3,85A_12	70000	8420	15000	1800
	80S_5,85A_12	70000	8420	20000	2410
C3A-0	5S_7,85A_15	55000	6615	10000	1200
	42,5S_5,85A_12	60000	7220	30000	3610
	80S_5,85A_12	65000	7820	35000	4210

Tableau I.4-20 : Energies d'activation des 9 ciments sélectionnés obtenues après traitement des données expérimentales.

En comparant les valeurs indiquées par la formule Freiesleben - Hansen et Pedersen (valeur d'énergie constante pour  $T > 20$  °C) et celles de Jonasson avec les valeurs obtenues par traitement des données expérimentales, on remarque que les énergies d'activation obtenues expérimentalement pour recaler la courbe à 30 °C sur celle à 20 °C sont généralement inférieures aux valeurs théoriques alors que celles obtenues avec les courbes à 5 °C sont du même ordre de grandeur cf. Tableau I.4-20. De plus, on constate que la présence d'ajout dans les ciments et principalement le laitier, semble avoir un effet sur les énergies d'activation pour les faibles températures. Ceci peut être expliqué par la lente réactivité du laitier, pour qui la température a beaucoup d'effet sur sa cinétique de réaction, ce qui est en accord avec les résultats de Maage [Maage, 1986]. Au contraire, à 30 °C, la présence de filler calcaire semble diminuer l'effet de la température sur la cinétique de réaction. Enfin, la présence ou non de C3A dans le ciment, ne semble pas avoir d'effet notable. Les rapports  $E_a/R$ , également calculés à 20 et 30 °C, sont de façon générale à 20 °C supérieures à 7000 K et à 30 °C inférieures à 3000 K.

#### I.4.2.5.2. Conclusion

L'énergie d'activation des ciments a été calculée grâce à des mesures de chaleur réalisées à différentes températures. Les valeurs obtenues à 20 – 30 °C sont principalement situées aux alentours de 30000 J.mol<sup>-1</sup>. Cette valeur moyenne de 30000 J.mol<sup>-1</sup> ne donne qu'une valeur de 3610 K pour le rapport  $E_a/R$ , bien inférieure à celle utilisée dans les calculs de chaleur d'hydratation des bétons (valeur de  $E_a/R$  égale à 4700 K). La valeur de ce rapport influence la prise en compte de l'échauffement du béton durant l'hydratation dans le calcul du temps équivalent. Pour 5 - 20 °C, il est possible de remarquer que les énergies d'activation sont beaucoup plus importantes (de 60000 à 70000 J.mol<sup>-1</sup>) au point d'atteindre des valeurs que Maage recommande pour des ciments contenant des pouzzolanes. Ceci pourrait être expliqué par la plus grande quantité d'énergie nécessaire pour lancer les réactions d'hydratation lorsque la température est faible [Arrhénius, 1915].

Ainsi, l'effet de la température sur la cinétique de réaction est mis en avant avec les variations de l'énergie d'activation des ciments. Un effet du type de ciment peut aussi être noté avec une variation de l'énergie d'activation selon le type et la quantité d'ajout.

### I.4.3. Conclusion

Grâce à ces essais, il a été possible de mettre en évidence l'effet de l'addition, de la composition du clinker, principalement du C3A et de la finesse sur les caractéristiques du ciment, de l'état frais -

mesure de la demande en eau et du temps de prise – à l'état durci – chaleur d'hydratation et résistances mécaniques. La quantité de C3A et d'addition affecte aussi bien l'état frais et l'état durci au jeune âge du ciment. A plus long terme, c'est l'addition qui va prendre le relais. Enfin, la finesse du mélange peut avoir un effet sur la demande en eau à cause de la distribution granulométrique de celui-ci.

L'analyse de résultats afin d'obtenir des modèles et surfaces de réponses en prenant en compte plusieurs phases dans le clinker n'a pas été possible car celles-ci sont liées entre elles. Par ailleurs, l'analyse ne prenant en compte que les 3 paramètres utilisés pour construire les plans d'expériences ne s'est pas révélée concluante avec des écarts entre le modèle et l'expérimental. Il serait donc nécessaire d'ajouter de nouvelles compositions afin d'augmenter la base de données et d'ainsi parfaire l'analyse statistique.

Après sélection de neuf ciments – 3 par plans d'expériences contenant les 3 niveaux de filler calcaire ou de laitier – dans le but de formuler des bétons, ceux-ci ont été caractérisés de façon plus détaillée avec des arrêts d'hydratation à échéance fixées selon les mesures de flux de chaleur obtenues par microcalorimétrie isotherme à 20 °C. La présence de filler calcaire et de laitier dans le ciment décale dans le temps les réactions d'hydratation, et de façon encore plus visible, lorsque le clinker utilisé ne contient pas de C3A. Un rôle de site de nucléation du filler calcaire au très jeune âge est mis en évidence. Quand le laitier n'est pas composant majoritaire du ciment (%S < 50 %), alors la réactivité du ciment est quasiment la même que ce soit à 20 ou 30 °C.

La réalisation de mesures de chaleur d'hydratation par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C permet à la fois de voir l'influence de la température sur la cinétique de réaction et de calculer les énergies d'activation des ciments.

## **I.5. Conclusion**

A la suite de la réalisation des 3 plans d'expériences et de 45 compositions de ciments, plusieurs analyses ont été menées afin de mettre en évidence l'effet de la composition cimentaire sur le développement et l'évolution des caractéristiques de l'état frais à l'état durci du ciment. De manière générale, au jeune âge, c'est la présence de C3A qui va avoir de l'effet sur les caractéristiques du ciment alors qu'à plus long terme, c'est l'addition qui va les affecter. Il est possible de remarquer un effet de la distribution granulaire sur la demande en eau, et donc sur l'évolution des chaleurs ou des résistances mécaniques. En effet, les ciments fabriqués ici ont des distributions granulaires plus resserrées que les ciments commerciaux. Enfin, il n'est pas nécessaire de sur-broyer le ciment lorsque beaucoup d'ajout est substitué au clinker. Sous la dilution de l'ajout, la finesse perd son efficacité entraînant ainsi le dégagement de la même quantité de chaleur et l'obtention des mêmes résistances en compression.

L'analyse de ces données avec un logiciel statistique n'a pas permis d'obtenir des modèles viables. La solution envisagée pour y parvenir serait de rajouter de nouvelles compositions cimentaires afin d'accroître la base de données.

A la suite de cela, 9 ciments ont été sélectionnés dans le but de les utiliser pour la formulation béton. En effet, l'étape suivante est de passer à l'échelle supérieure en étudiant l'influence de la formulation béton sur les propriétés thermiques et mécaniques de celui-ci. Comme mise en relief par l'analyse brute des résultats, la réalisation d'arrêts d'hydratation selon les mesures faites par microcalorimétrie isotherme indique que la présence d'ajout retarde dans le temps l'hydratation du clinker et diminue ainsi la quantité de chaleur dégagée. La comparaison des chaleurs d'hydratation à 5, 20 et 30 °C permet l'étude de l'effet thermique sur la réactivité du ciment et de l'obtention des énergies d'activation des ciments qui de varient principalement entre 30000 et 40000 J.mol<sup>-1</sup> à 20 °C.

Dans le chapitre suivant, la formulation des bétons, les matériaux utilisés et les résultats thermiques obtenus seront détaillés. Un outil d'aide à la formulation sera aussi présenté.

# **CHAPITRE II. CARACTERISATION DE LA CINETIQUE D'HYDRATATION DE BETONS AVEC AJOUTS AU JEUNE AGE**

Dans le chapitre précédent, une étude de l'effet de la composition cimentaire sur les propriétés du ciment a été réalisée et révèle qu'au jeune âge, c'est surtout la présence de C3A qui affecte ses propriétés alors qu'à plus long terme, c'est l'ajout d'addition dans le ciment qui les impacte. Dans le but de pousser l'analyse et de passer au niveau du béton, 9 ciments ont été sélectionnés afin de fabriquer des bétons. Ceci permet de poursuivre l'analyse et la compréhension des phénomènes et l'influence de paramètres sur les chaleurs d'hydratation et les risques de fissuration.

Ce chapitre se divise donc en une partie bibliographique sur la formulation béton, une partie sur les choix expérimentaux réalisés, une partie sur les techniques utilisées pour confectionner les bétons et enfin une partie sur l'analyse des résultats obtenus.

## **II.1. Formulation des bétons**

Le béton est un matériau formé suite au mélange de ciment, de sable, de gravillons et d'eau, ainsi que d'adjuvants et d'additions si besoin, dont les propriétés se développent durant l'hydratation du ciment [AFNOR, 2012]. L'ajout d'adjuvants et d'additions dans le béton frais modifie les propriétés et le comportement du matériau obtenu. La formulation d'un béton et le type de ciments, granulats, eaux de gâchage, adjuvants utilisables varient selon les besoins de la structure à construire, sa classe d'exposition et les résistances mécaniques visées.

### **II.1.1.Principe**

L'étude de la composition d'un béton permet de formuler le mélange idéal des différents granulats à disposition, ainsi que le dosage en eau et ciment, répondant à un cahier des charges qui concerne le plus souvent la résistance à la compression à 28 jours et la consistance, c'est-à-dire l'affaissement au cône d'Abrams. Il est toutefois possible, pour des chantiers plus spécifiques, de prendre en compte d'autres propriétés comme par exemple, une prise retardée, une résistance élevée au jeune âge, ou un dégagement de chaleur limité comme dans notre cas [Arliguie and Hornain, 2007, de Larrard, 2000]. En plus de répondre au cahier des charges, plusieurs autres aspects sont pris en considération tels que la disponibilité locale (primordiale pour les granulats et l'eau), le caractère techniquement adapté (utilisation de superplastifiant, d'addition ou de ciment adapté à l'environnement), la compatibilité technique (couple ciment/superplastifiant, RAG), la conformité aux normes et l'économie.

### **II.1.2.Optimisation du squelette granulaire**

Une fois le cahier des charges rempli et les matériaux sélectionnés, l'étape suivante consiste à optimiser le squelette granulaire de manière à obtenir le mélange le plus compact possible. Il existe différentes méthodes comme celle de de Larrard - méthode d'empilement compressible - ou Dreux-Gorisse - une méthode graphique.

La compacité d'un mélange polydispersé dépend de 3 paramètres qui sont la taille des grains considérés (obtenue par courbe granulométrique), la forme des grains et la façon dont l'empilement est réalisé.

Le modèle d'empilement compressible de de Larrard permet d'estimer la compacité d'un mélange granulaire en tenant compte de la compacité des classes granulaires, des proportions de chaque classe et de l'énergie de mise en place. Une série d'expériences d'étalonnage, permet de déduire la compacité optimale du mélange selon les conditions aux limites imposées [de Larrard, 2000].

### II.1.3. Qualité de la pâte

La qualité de la pâte est ajustée avec le rapport E/C de manière à atteindre les résistances voulues selon la formule de Bolomey II.1-1 :

$$R_c = G \cdot R_{c\_ciment\_iso} \cdot \left( \frac{C + k \cdot A}{E} - 0,5 \right) \quad \text{II.1-1}$$

Avec  $R_c$  la résistance moyenne en compression du béton à 28 jours (MPa)

$R_{c\_ciment\_iso}$  la classe vraie du ciment à 28 jours (MPa)

$C$  le dosage en ciment du béton ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ )

$k$  l'indice d'activité de l'addition

$A$  le dosage en addition du béton ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ )

$E$  le dosage en eau totale sur matériau sec du béton ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ )

$G$  le coefficient granulaire, fonction de la qualité et de la dimension maximale des granulats

Le rapport E/C est aussi un facteur gouvernant la durabilité du béton (cf. partie II.1.5). La norme NF EN 206/CN impose d'ailleurs dans le tableau NAF.1 des valeurs maximales à ne pas dépasser pour garantir la durabilité d'un béton soumis à différentes classes d'environnement.

### II.1.4. Quantité de pâte

La quantité de pâte est ensuite ajustée de manière à obtenir l'ouvrabilité souhaitée. L'ouvrabilité du béton correspond à la facilité offerte à la mise en œuvre du béton pour le remplissage parfait du coffrage et ferrailage. Il existe différents tests d'ouvrabilité (affaissement au cône d'Abrams, étalement à la table à secousses, maniabilité LCPC).

### II.1.5. Durabilité

#### II.1.5.1. Classes d'exposition du béton

Afin de fabriquer le matériau le plus durable possible, la norme NF EN 206/CN définit plusieurs classes d'exposition du béton selon son environnement, répertoriées dans le Tableau II.1-1 [AFNOR, 2012] :

Désignation de la classe	Description de l'environnement
X	Aucun risque de corrosion ni d'attaque
XC	Corrosion induite par carbonatation
XD	Corrosion induite par les chlorures, ayant une origine autre que marine
XS	Corrosion induite par les chlorures présents dans l'eau de mer
XF	Attaque gel/dégel avec ou sans agent de déverglaçage
XA	Attaques chimiques

Tableau II.1-1 : Classes d'exposition du béton [AFNOR, 2012].

Ces classes d'expositions peuvent être détaillées en sous-classes selon le degré d'exposition à l'humidité et aux agents agressifs.

### II.1.5.2. Différents types d'attaques subies par un béton

Le béton peut être sensible au gel/dégel, à la carbonatation, à la réaction alcali-granulats, à des agressions chimiques ou à la réaction sulfatique interne (RSI) [d'Aloia-Schwartzentruber and Torrenti, 2014]. Ici ne sera détaillée que la sensibilité face à la RSI.

Une fois durci, le béton peut subir une attaque sulfatique interne ou externe. Selon l'intensité de cette attaque, il peut se développer de l'ettringite différée ou de la thaumasite, entraînant ainsi la détérioration ou, dans le pire des cas, la destruction du matériau.

Lors de l'hydratation du ciment, la température augmente suite aux phénomènes exothermiques de dissolution/précipitation des phases. Si la température dans le béton devient trop importante, au-dessus de 65 °C, l'ettringite primaire, issue des réactions entre les sulfates et les aluminates de calcium ne peut pas précipiter. En effet, la solubilité de l'ettringite augmente avec la température et la concentration d'alcalins, ce qui accroît la concentration des ions sulfates qui constituent ainsi une réserve [Al Shamaa, et al., 2015]. Ce sont principalement les pièces en béton de grande taille pour lesquelles la chaleur est difficilement évacuée vers l'extérieur au jeune âge qui sont concernées.

La précipitation de cette ettringite différée dans le temps entraîne des gonflements importants étant donné qu'il n'y a plus de place disponible dans la matrice durcie.

Ainsi, il existe une classification des ouvrages d'art selon le degré du risque RSI encouru en fonction des différents paramètres énumérés ci-dessus. Cette classification se divise en 2 étapes pour ensuite décider du niveau de prévention de l'ouvrage par rapport au risque RSI : le choix de la catégorie de l'ouvrage et la classe d'exposition vis-à-vis de la réaction sulfatique.

Le choix de la catégorie d'ouvrage revient au maître d'ouvrage. Celle-ci dépend de la nature de l'ouvrage, de sa destination, des conséquences des problèmes engendrés sur la sécurité souhaitée et de l'entretien ultérieur de l'ouvrage cf. Tableau II.1-2.

Catégorie	Conséquences	Exemples d'ouvrages ou d'éléments d'ouvrage
Catégorie I	Faibles ou acceptables	Ouvrages en béton de classe de résistance inférieure à C 16/20 Eléments non porteurs des bâtiments Eléments aisément remplaçables Ouvrages provisoires La plupart des produits préfabriqués non structurels
Catégorie II	Peu tolérables	Les éléments porteurs de la plupart des bâtiments et les ouvrages de génie civil (dont les ponts courants) La plupart des produits préfabriqués structurels (y compris les canalisations sous pression)
Catégorie III	Inacceptables ou quasi inacceptables	Bâtiments réacteurs des centrales nucléaires et aérorefrigérants Barrages Tunnels Ponts et viaducs exceptionnels Monuments et bâtiments de prestige Traverses de chemin de fer

Tableau II.1-2 : Exemples d'ouvrages ou d'éléments d'ouvrage classés par catégorie.

Le choix de la classe d'exposition tient compte du fait que l'eau ou une hygrométrie ambiante sont des facteurs nécessaires au développement de la réaction sulfatique interne. Dans le Tableau II.1-3 sont détaillées les différentes classes d'exposition avec des exemples.

Désignation de la classe d'exposition	Description de l'environnement	Exemples informatifs illustrant le choix des classes d'exposition
XH1	Sec ou humidité modérée	Partie d'ouvrage en béton située à l'intérieur de bâtiments où le taux d'humidité de l'air ambiant est faible ou moyen Partie d'ouvrage en béton située à l'extérieur et abritée de la pluie
XH2	Alternance d'humidité et de séchage, humidité élevée	Partie d'ouvrage en béton située à l'intérieur de bâtiments où le taux d'humidité de l'air ambiant est élevé Partie d'ouvrage en béton non protégée par un revêtement et soumise aux intempéries, sans stagnation d'eau à la surface Partie d'ouvrage en béton non protégée par un revêtement et soumise à des condensations fréquentes
XH3	En contact durable avec l'eau : immersion permanente, stagnation d'eau à la surface, zone de marnage	Partie d'ouvrage en béton submergée en permanence Eléments de structures marines Un grand nombre de fondations Partie d'ouvrage en béton régulièrement exposée à des projections d'eau

Tableau II.1-3 : Classes d'exposition de la partie d'ouvrage vis-à-vis de la RSI.

Une fois la catégorie de l'ouvrage et la classe d'exposition vis-à-vis du risque RSI établies, il est possible de définir le niveau de prévention soit de l'ouvrage dans son entier soit par partie pour

adapter au mieux la prévention de risque. Le principe de prévention repose principalement sur la limitation de l'échauffement du béton caractérisé par la température maximale susceptible d'être atteinte au sein de l'ouvrage et par la durée de maintien d'une température élevée cf. Tableau II.1-4.

	XH1	XH2	XH3
Catégorie I	As	As	As
Catégorie II	As	Bs	Cs
Catégorie III	As	Cs	Ds

Tableau II.1-4 : Choix du niveau de prévention.

Les niveaux de prévention désignés par les lettres As, Bs, Cs et Ds correspondent globalement à des températures maximales inférieures à 85 °C pour As, à 75 °C pour Bs, à 70 °C pour Cs et à 65 °C pour Ds.

La précipitation d'ettringite différée provoque des gonflements qui peuvent être expliqués par deux hypothèses se déroulant simultanément [LCPC, 2007] :

- un gonflement en relation avec les pressions de cristallisation associées à la croissance des cristaux d'ettringite,
- un gonflement en relation avec les pressions osmotiques dues à la croissance d'une ettringite colloïdale.

Un gonflement supérieur à 0,1 % génère une diminution de 60 à 75 % des résistances mécaniques du béton et augmente la perméabilité de l'échantillon par la fissuration générée. Dans des bétons particulièrement réactifs, ce gonflement peut atteindre 1 %.

Lorsque l'Aft se forme, le module élastique diminue mais finit par réaugmenter légèrement à cause de la diminution de la porosité due à la formation d'ettringite [Al Shamaa, et al., 2015, Pavoine, et al., 2012].

Le type de ciment, d'eau utilisée, d'ajouts et de granulats doit être pris en considération afin de limiter ces risques. En effet, la teneur en sulfates dans l'eau doit être inférieure à 2000 mg.L<sup>-1</sup> [AFNOR, 2003] et inférieure à 2 % par rapport à l'extrait sec dans les adjuvants [AFNOR, 2012]. Pour le ciment, il faut faire attention aux sulfates provenant directement du clinker sous forme d'arcanite K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, d'aphthitalite K<sub>3</sub>Na(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, de langbeinite Ca<sub>2</sub>K<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> ou en substitution dans le C3S et C2S, ou libérés suite à l'oxydation des pyrites qui libèrent de l'acide sulfurique. Enfin, pour les granulats, la norme NF EN 12620 indique la teneur limite [AFNOR, 2008].

Par ailleurs, il est possible d'utiliser de l'eau fraîche ou d'en remplacer une partie par de la glace afin d'abaisser la température du béton lors du gâchage. La forme de l'ouvrage d'art doit également être prise en considération pour estimer les risques liés à l'échauffement des pièces.

Des exemples d'évolution des résistances mécaniques et du module d'Young sont présentés dans la partie I.1.3 du chapitre I.

## **II.1.6. Propriétés des bétons et effet de la formulation**

Pour limiter les risques liés à la chaleur d'hydratation (RSI, fissuration), il est actuellement courant et prévu par les normes d'utiliser d'autres matériaux – réactifs ou non – à la fois dans le ciment mais également dans le béton [AFNOR, 2012]. En effet, la présence d'additions dans les matériaux cimentaires modifie leurs propriétés au cours du temps [Bessa-Badreddine, 2004]. Même si ces modifications sont liées à certains paramètres des additions (type de cendres volantes, finesse du laitier...) qui peuvent rendre parfois les résultats de la littérature contradictoires, un certain nombre de points fait consensus.

Comme il a été possible de le voir avec l'étude de l'influence de la composition cimentaire sur le dégagement de chaleur, la présence d'ajouts dans le ciment modifie les propriétés de celui-ci et a tendance à diminuer la chaleur d'hydratation du matériau et à modifier les hydrates formés (cf. partie I.4.2.4 du chapitre I), par un effet filler ou un effet physicochimique (cf. partie I.1.2 du chapitre I).

Les variations de besoin en eau et de fluidité dues à la présence d'additions minérales dans le béton peuvent être régulées par l'utilisation d'adjuvants permettant une défloculation des particules fines à l'état frais libérant ainsi l'eau piégée entre les grains solides [Kadri, 1998]. La présence de ces adjuvants peut permettre la diminution du rapport eau sur liant et ainsi augmenter les résistances mécaniques du béton fabriqué.

Pour la résistance, la prise en compte des additions minérales dans le béton se fait au travers de la notion de liant équivalent correspondant à la somme du ciment et de l'addition minérale avec un coefficient d'activité multiplicateur de la quantité d'addition. Il est possible d'estimer les résistances mécaniques obtenues avec ces additions minérales à partir de la formule de Bolomey. A noter cependant que le coefficient d'activité entrant dans la formule de Bolomey par le calcul de liant équivalent dépend du type et de la quantité d'addition, du type de ciment utilisé dans le béton et de l'âge de celui-ci [Cyr, et al., 2000, Khokhar, et al., 2010].

Cette courte revue bibliographique montre que plusieurs paramètres de formulation influent sur les propriétés des bétons. Cette étude a donc pour but de mieux comprendre les effets et interactions entre tous ces paramètres à l'aide d'un plan d'expériences, afin d'en tirer un modèle de formulation correspondant à un cahier des charges préalablement défini.

## **II.2. Plan d'expérience béton**

Comme pour l'étude cimentaire, il est décidé de réaliser des plans d'expérience pour les bétons dans le but de mieux comprendre l'effet d'un maximum de paramètres influents sur les chaleurs d'hydratation et les risques de fissuration. Cependant, contrairement aux plans d'expérience ciment qui ont été dimensionnés pour subir des analyses de surfaces de réponses et d'analyse de variance, étant donné le temps imparti pour la thèse et les coûts financiers, les plans d'expérience béton ne permettront que d'avoir une estimation de l'effet d'un facteur à la fois sur les réponses mesurées et non de l'ensemble des facteurs en même temps.

## II.2.1.Définition

Un grand nombre de paramètres entrent en jeu dans le domaine de la formulation du béton. Cependant, tous n'ont pas le rôle ni la même importance sur les propriétés mécaniques obtenues. Afin de connaître le rôle de chacun, il est possible de réaliser un plan d'expériences, c'est-à-dire une suite d'essais entièrement organisée à l'avance de manière à déterminer, en un minimum d'essais et un maximum de précision, l'influence des différents paramètres possibles, pour optimiser les performances du système étudié. Ici nous avons décidé d'utiliser un plan d'expériences de Taguchi car cette technique permet de simplifier le protocole expérimental en mettant en évidence les effets des facteurs sur la réponse tout en gardant une bonne précision. Dans ce type de plan, les facteurs et les interactions à l'étude sont choisis selon les objectifs définis. Au lieu de chercher à éliminer les facteurs parasites, appelés facteurs bruits, la démarche consiste à minimiser leur impact. Cela consiste à identifier les combinaisons de paramètres qui réduisent les effets des causes, sans s'attaquer directement à celles-ci.

## II.2.2.Sélection des facteurs et de leurs niveaux

Il est décidé d'étudier l'effet du type de ciment introduit dans le béton, du type et de la quantité d'addition, du ratio eau sur liant et de la quantité d'adjuvant fluidifiant. Etant donné qu'il n'est pas possible d'avoir un nombre trop important de niveaux pour chaque facteur – ce qui impliquerait un nombre d'essais à réaliser trop grand – il est décidé que chaque facteur varie sur 3 niveaux seulement. Dans le chapitre précédent, 9 ciments – 3 par plans d'expériences ciment – ont été sélectionnés afin de réaliser les essais bétons. Ici, pour des raisons pratiques, seuls sont fabriqués les bétons avec les trois ciments C3A-7\_LL – notés C1, C2 et C3 pour respectivement C3A-7\_35LL\_5,85A\_12, C3A-7\_20LL\_5,85A\_12 et C3A-7\_5LL\_7,85A\_9 cf. partie I.4.2.1 dans le chapitre I. Ainsi, ce type de plan et la variation de 5 facteurs sur 3 niveaux entraîne la fabrication de 27 bétons différents.

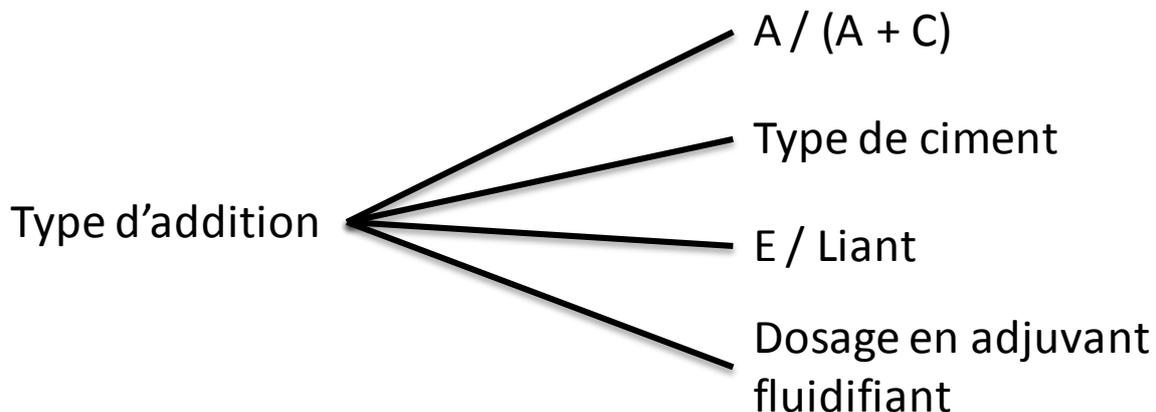


Figure II.2-1 : Schéma récapitulatif de la configuration des facteurs pour les plans d'expérience béton.

Comme on s'intéresse particulièrement à l'influence de la quantité et du type d'addition sur le béton, les plans d'expérience sont définis comme sur la Figure II.2-1 afin de voir aussi les interactions entre le type d'addition et les autres facteurs. Cette configuration de plan d'expérience ne permet pas d'analyser les résultats en surface de réponses mais seulement de voir les effets moyens de chaque facteur ainsi que les interactions entre le type d'additions et le reste.

Les additions sont choisies selon les matériaux les plus utilisés dans les ouvrages d'art : le laitier (S), les cendres volantes (FA) et la fumée de silice (SF). En ce qui concerne les montées en température dans le béton, le laitier et les cendres volantes sont connus pour diminuer les échauffements dans le béton alors que la fumée de silice est connue quant à elle pour favoriser les montées en température. Chacune de ces additions n'est pas utilisée avec les mêmes quantités dans le béton. Afin de ne travailler qu'avec 3 niveaux pour chaque facteur, il est décidé de travailler autour d'une valeur nominale plus ou moins 50 %. Cette valeur nominale ainsi que les autres niveaux des pourcentages d'additions sont détaillés dans le Tableau II.2-1.

	Laitier	Fumée de silice	Cendres volantes
Nominale – 50 (%)	25	4	12,5
Nominale (%)	50	8	25
Nominale + 50 (%)	75	12	37,5

Tableau II.2-1 : Gamme de variation de chaque addition pour 100 kg de ciment.

La quantité de liant totale – ciment plus addition - est fixée à 360 kg par mètre cube de béton et les granulats utilisés sont fixés de manière à avoir un squelette granulaire compact. Le rapport eau sur liant total E/L varie de plus ou moins 0,025 autour de 0,4. Etant donné les faibles variations du rapport E/L et compte tenu des données de la littérature, son effet sur le seuil de percolation sera considéré comme négligeable.

De plus, comme la quantité d'addition varie selon le type d'addition et la volonté d'avoir des bétons dont la consistance varie du S2 au S5, c'est-à-dire d'un affaissement au cône d'Abrams minimal de 50 mm à plus de 220 mm, la quantité d'adjuvant a été adaptée de la même manière avec une variation de plus ou moins 15 % de liant autour de la valeur nominale. Les valeurs nominales ont été obtenues pour chaque famille d'addition et vérifiées sur les formulations les plus difficiles à mettre en place, c'est-à-dire celles contenant du ciment C3 ou de la fumée de silice qui ont tous les deux une forte demande en eau, ou lors de la présence de laitier en grande quantité qui entraîne un caractère « collant ». Les valeurs retenues sont détaillées dans le Tableau II.2-2.

		Pourcentage de superplastifiant (%L)		
		Nominale – 15%L	Nominale	Nominale + 15%L
Niveau des facteurs				
Dosage en adjuvant selon le type d'addition	Laitier	0,38	0,45	0,52
	Cendres volantes	0,51	0,60	0,69
	Fumée de silice	0,85	1,00	1,15

Tableau II.2-2 : Pourcentage de superplastifiant utilisés selon le type d'addition en pourcentage de poudre.

Trois bétons supplémentaires sont également réalisés avec l'utilisation de chaque ciment seul (C1, C2 et C3) afin de servir de références.

### II.2.3.Nomenclature

Afin de faciliter la lecture, une nomenclature est adoptée. Elle reprend les cinq paramètres sélectionnés dans les plans d'expériences. Chaque échantillon portera un nom comme suit :

### Cx\_%Addition\_E/L\_%Adjuvant

Cette nomenclature se divise comme suit :

- Cx correspond au type de ciment utilisé et sera donc remplacé par C1, C2 ou C3,
- %Addition correspond au pourcentage de l'addition et sera donc remplacé par le pourcentage ajouté suivi de la lettre S pour laitier, FA pour les cendres volantes et SF pour la fumée de silice,
- E/L correspond au rapport eau sur liant total (ciment + addition) et sera donc remplacé par le pourcentage correspondant selon chaque béton,
- %Adjuvant correspond au pourcentage d'adjuvant utilisé.

#### **II.2.4. Formulations obtenues**

Dans le Tableau II.2-3 sont présentées les compositions réalisées dans le cadre des essais béton avec les différents niveaux des facteurs.

Essai	Facteurs				
	Type d'addition	A/Lt	Type de ciment	Adjuvant	E/Lt
1	S	Nominale-50	C1	Nominale	0,375
2	S	Nominale-50	C3	Nominale - 15%L	0,4
3	S	Nominale-50	C2	Nominale + 15%L	0,425
4	S	Nominale	C1	Nominale - 15%L	0,425
5	S	Nominale	C3	Nominale + 15%L	0,375
6	S	Nominale	C2	Nominale	0,4
7	S	Nominale+50	C1	Nominale + 15%L	0,4
8	S	Nominale+50	C3	Nominale	0,425
9	S	Nominale+50	C2	Nominale - 15%L	0,375
10	FA	Nominale-50	C1	Nominale	0,375
11	FA	Nominale-50	C3	Nominale - 15%L	0,4
12	FA	Nominale-50	C2	Nominale + 15%L	0,425
13	FA	Nominale	C1	Nominale - 15%L	0,425
14	FA	Nominale	C3	Nominale + 15%L	0,375
15	FA	Nominale	C2	Nominale	0,4
16	FA	Nominale+50	C1	Nominale + 15%L	0,4
17	FA	Nominale+50	C3	Nominale	0,425
18	FA	Nominale+50	C2	Nominale - 15%L	0,375
19	SF	Nominale-50	C1	Nominale	0,375
20	SF	Nominale-50	C3	Nominale - 15%L	0,4
21	SF	Nominale-50	C2	Nominale + 15%L	0,425
22	SF	Nominale	C1	Nominale - 15%L	0,425
23	SF	Nominale	C3	Nominale + 15%L	0,375
24	SF	Nominale	C2	Nominale	0,4
25	SF	Nominale+50	C1	Nominale + 15%L	0,4
26	SF	Nominale+50	C3	Nominale	0,425
27	SF	Nominale+50	C2	Nominale - 15%L	0,375
28	-	-	C1	0,6	0,4
29	-	-	C2	0,9	0,4
30	-	-	C3	0,6 avec Tempo 10	0,4

Tableau II.2-3 : Récapitulatif des compositions des bétons réalisées.

Les formulations en m<sup>3</sup> sont présentées en ANNEXE F.

## II.2.5. Matériaux utilisés

Chaque poudre a été caractérisée avec les techniques détaillées dans la partie I.2.2.1 du chapitre I.

### II.2.5.1. Ciments

Les caractéristiques des trois ciments – notés C1, C2 et C3 - utilisés dans le plan d’expériences béton sont détaillées dans la partie I.4.2.1 dans le chapitre I.

### II.2.5.2. Additions

Dans ces essais, trois additions sont utilisées : du laitier, des cendres volantes et de la fumée de silice. Le laitier provient de la société ECOCEM et est reçu broyé. Les cendres volantes proviennent de la société Carling et la fumée de silice densifiée FS95 DM de la société Condensil. Leurs compositions minéralogiques et chimiques ainsi que leurs caractéristiques physiques respectives sont présentées dans les différents tableaux en Annexe G.1 cf. Tableau G-1, Tableau G-2 et dans le corps du texte pour le Tableau II.2-4. Les diamètres indiqués pour la fumée de silice ont été obtenus par mesure avec effet Venturi sous 4 bars, contrairement aux autres mesures obtenues par granulométrie laser en voie humide. Les courbes granulométriques des additions sont présentées en Annexe G.1 cf. Figure G-1, Figure G-2 et Figure G-3.

En plus de cela, les additions béton ont été caractérisées par rapport à leur indice d’activité comme l’indiquent les normes NF EN 15167-1 (laitier) [AFNOR, 2006], NF EN 450-1 (cendres volantes) [AFNOR, 2012] et NF EN 13263-1 (fumée de silice) [AFNOR, 2009]. Pour le laitier, l’indice d’activité est mesuré à 7 et 28 jours en faisant le rapport des résistances en compression obtenues pour les éprouvettes 50 – 50 laitier ciment et des résistances en compression des éprouvettes 100 % ciment. Pour les cendres volantes, cet indice d’activité à 28 et 91 jours correspond au ratio des résistances en compression des éprouvettes 25 – 75 cendres volantes ciment et celles 100 % ciment. Enfin, l’indice d’activité de la fumée de silice n’est mesuré qu’à 28 jours, et correspond au ratio des résistances en compression des éprouvettes 10 – 90 fumée de silice ciment et celles 100 % ciment.

	D <sub>10</sub> (µm)	D <sub>50</sub> (µm)	D <sub>90</sub> (µm)	Masse volumique (g.cm <sup>-3</sup> )	Blaine (cm <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	Indice d’activité		
						7 j	28 j	91 j
Laitier	2,0	11,0	1,3	2,96	4226	0,645	0,926	-
Cendres volantes	3,4	17,2	7,0	2,31	3359	-	0,832	1,019
Fumée de silice	10,5	58,2	16,4	2,27	-	-	1,212	-

Tableau II.2-4 : Caractéristiques physiques des trois additions utilisées dans les essais béton.

Les bétons sont formulés selon des résistances voulues à 28 jours calculées à partir de la formule de Bolomey. Or, si en plus du ciment une addition est utilisée, le coefficient d’activité de celle-ci est pris en compte dans la formule. Il est habituel de considérer ce coefficient comme constant au cours du temps pour chaque type d’addition comme indiqué dans la norme NF EN 206/CN [AFNOR, 2012]. Cependant comme l’indiquent Cyr et al., celui-ci varie selon la nature du ciment avec lequel l’addition est mélangée, le taux de substitution de l’addition et l’échéance à laquelle la mesure est faite [Cyr, et al., 2000]. Etant donné le temps imparti et le sujet d’étude, nous avons fait le choix de ne pas tester toutes les combinaisons ciments-additions-temps mais seulement celles indiquées dans les normes. Ainsi, dans la suite de l’étude, les coefficients d’activité des additions utilisés sont ceux obtenus à 28 jours.

### **II.2.5.3. Adjuvant**

Toutes les formulations testées ont été réalisées avec l'adjuvant MasterPolyheed 650 de BASF qui est un plastifiant réducteur d'eau à base d'éther de polycarboxylique sauf pour le béton avec le ciment C3 seul, l'adjuvant utilisé est le Tempo 10 de Sika. Les fiches techniques des adjuvants sont présentées en Annexe G.2.

### **II.2.5.4. Granulats**

Concernant les granulats, nous avons travaillé avec 3 types de granulats provenant de la carrière de Saint-Jean le Vieux appartenant à Granulats Vicat : un sable 0/4, un petit granulats 4/11 et un gros granulats 11/22. Tous sont silico-calcaires et concassés-roulés.

Dans notre cas, la méthode de de Larrard avec le modèle d'empilement compressible a été utilisée. La Figure II.2-2 représente le diagramme ternaire obtenu par modélisation avec la méthode d'empilement compressible pour les 3 classes granulaires à disposition lors de l'étude (0/4, 4/11 et 11/22 de la carrière de Saint-Jean le Vieux). Sur cette figure, il est possible d'observer une variation de la compacité du mélange granulaire selon le pourcentage de chaque granulats. A la suite de cela, nous avons donc décidé de choisir des pourcentages de chaque granulats (45 % de 0/4, 18 % de 4/11 et 37 % de 11/22) de façon à être situé dans la zone donnant la plus grande compacité (0,75). Cette valeur 0,75 de compacité impose donc une quantité de pâte de 250 L au minimum pour combler les vides.

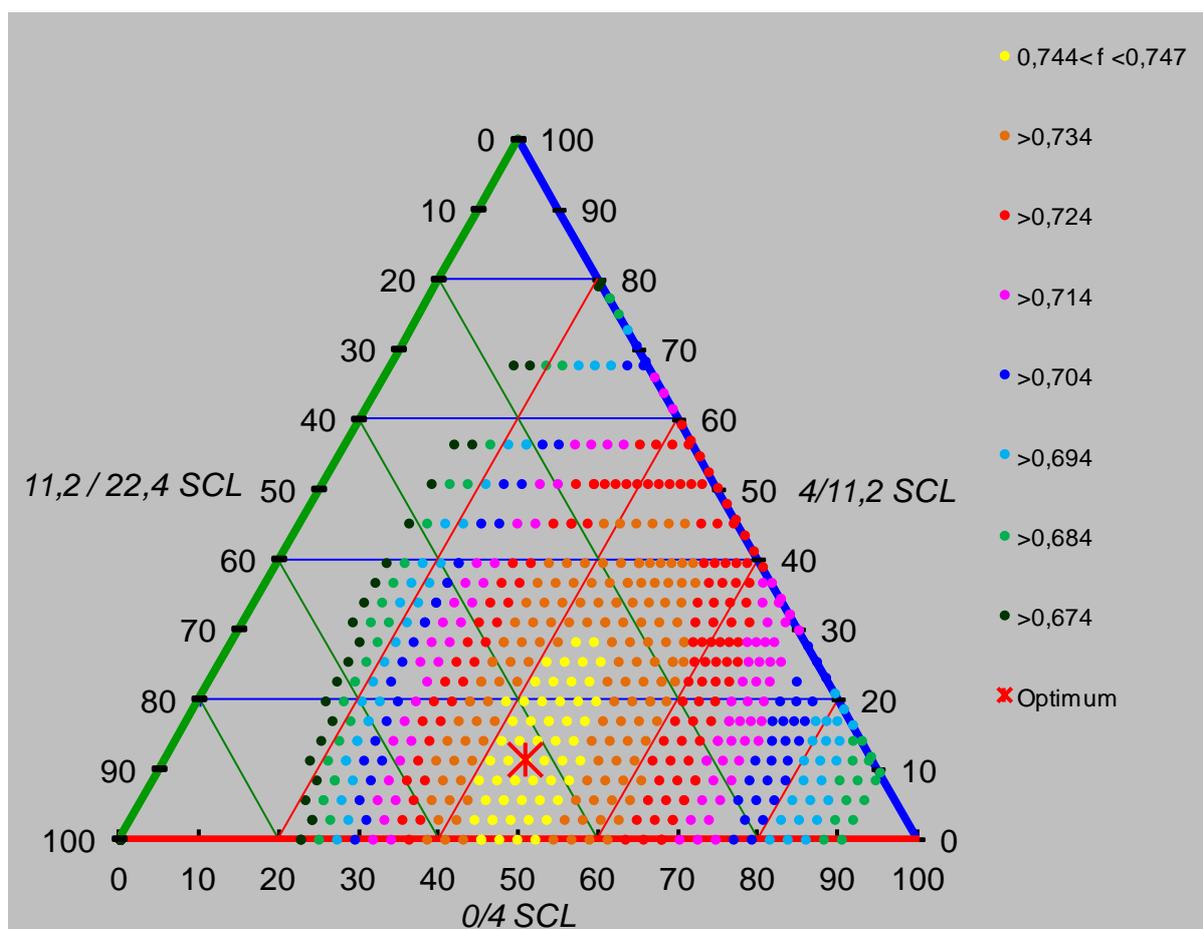


Figure II.2-2 : Diagramme ternaire obtenu après modélisation selon la méthode d'empilement compressible pour les 3 classes granulaires à disposition lors de notre étude, présentant la compacité du mélange granulaire selon le pourcentage de chaque granulat.

Les granulats sont caractérisés selon les normes NF EN 933-1 pour la mesure de granulométrie par tamis, NF EN 933-9 pour la caractérisation des fines au bleu de méthylène, NF EN 1097-2 pour la mesure de la résistance à la fragmentation, NF EN 1097-6 pour la mesure de la masse volumique et le coefficient d'absorption d'eau et NF P18-576 pour la mesure du coefficient de friabilité du sable [AFNOR, 2010, AFNOR, 2012, AFNOR, 2013, AFNOR, 2013, AFNOR, 2014]. Les rapports d'analyse des granulats sont présentés dans l'Annexe G.3.

### II.3. Fabrication et caractérisation du béton

Après sélection des 27 compositions du plan d'expériences et des 3 formulations béton de références avec les 3 ciments sélectionnés, chacune d'entre elle a été fabriquée et caractérisée en laboratoire.

En sortie de malaxeur, des mesures de la température du béton frais, de l'affaissement au cône d'Abrams selon la norme NF EN 12350-2, de la masse volumique selon la norme NF EN 12350-6 et de la teneur en air selon la norme NF EN 12350-7 sont réalisées [AFNOR, 2012, AFNOR, 2012, AFNOR, 2012].

Après mesure des propriétés du béton à l'état frais, les éprouvettes pour les mesures de chaleur d'hydratation par QAB selon la norme PR NF EN 12390-14, de résistance en compression selon la norme NF EN 12390-3 et en traction selon la norme NF EN 12390-6 sont confectionnées [AFNOR, 2016] [AFNOR, 2012, AFNOR, 2012]. Des mesures sont réalisées à 24 h, 48 h, 7 j et 28 j pour les compressions et 24 h, 48 h et 28 j pour les fendages.

Ces techniques d'analyse sont détaillées dans la partie II.3.2.

### **II.3.1. Processus de fabrication**

Afin d'être le plus proche possible des conditions chantier, il a été décidé d'avoir un temps total de malaxage court. Ainsi, le malaxage du béton s'est déroulé en plusieurs parties : tout d'abord le mélange pendant 30 secondes des constituants à sec (granulats, ciment et addition) à la fréquence de 40 Hz, suivi de 30 secondes pendant lesquelles est introduit l'eau, et enfin 2 minutes de malaxage à 60 Hz.

Etant donné le nombre d'éprouvettes à réaliser, 100 L de béton sont fabriqués pour chaque formulation.

### **II.3.2. Techniques d'analyse**

#### **II.3.2.1. Résistances en compression**

Comme pour les ciments, il est décidé de mesurer les résistances en compression pour les échéances 1 jour, 2 jours, 7 jours et 28 jours sur des éprouvettes de béton pour toutes les compositions fabriquées pour les échéances.

La mesure des résistances en compression sur béton s'effectue selon la norme NF EN 12390-3, sur des éprouvettes cylindriques 15\*30 cm confectionnées selon la norme NF EN 12390-2 [AFNOR, 2012, AFNOR, 2012].

#### **II.3.2.2. Résistances en traction**

La mesure des résistances en traction se fait par fendage d'éprouvettes selon la norme NF EN 12390-6 [AFNOR, 2012]. Ses mesures se font sur des éprouvettes cylindriques 15\*30 cm confectionnées selon la norme NF EN 12390-2 [AFNOR, 2012]. Les échéances de mesure sont à 1 jour, 2 jours et 28 jours.

#### **II.3.2.3. Mesure d'échauffement thermique par QAB**

Les calorimètres quasi-adiabatique pour bétons ou QAB sont inspirés des calorimètres semi-adiabatique de type Langavant utilisés pour le ciment cf. Figure II.3-1. Cette méthode d'essai et ce calorimètre ont été mis au point pour mesurer la chaleur dégagée par le béton. Cet essai permet d'estimer la chaleur dégagée par l'hydratation du ciment contenu dans une éprouvette de béton, tout en prenant en compte l'effet de la finesse des anhydres, du rapport E/C, de la présence des granulats, des ajouts et des additifs dans le ciment ainsi que des adjuvants utilisés dans le béton. Les essais se déroulent selon la norme PR NF EN 12390-14 [AFNOR, 2016].

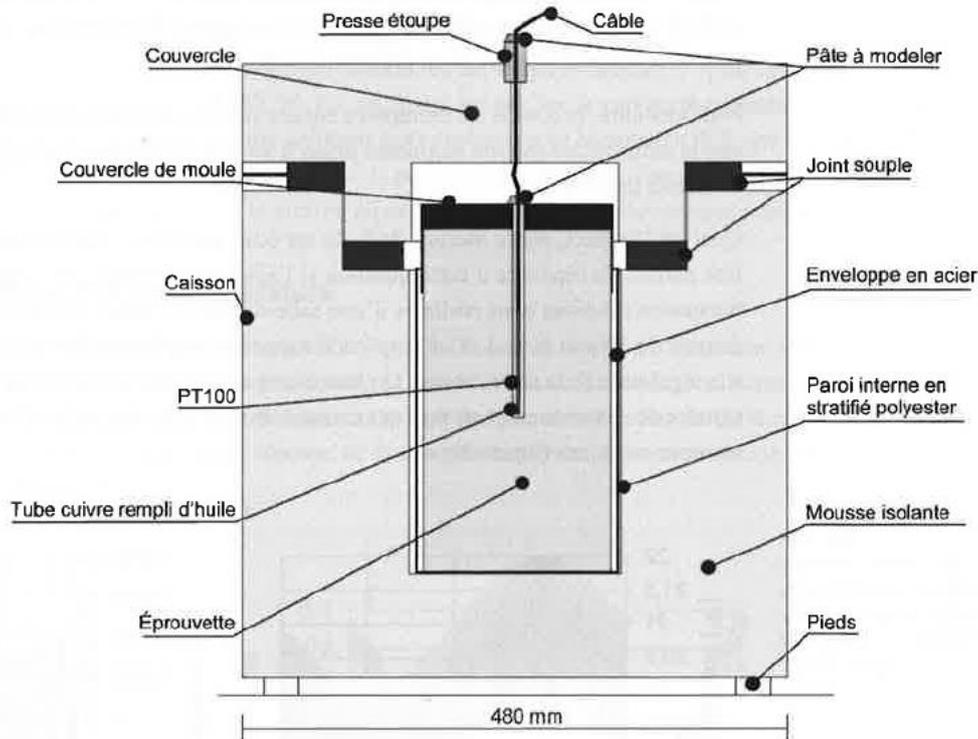


Figure II.3-1 : Schéma en coupe du calorimètre QAB, avec respect des proportions.

Le calorimètre QAB est constitué d'un caisson à double paroi (externe en PVC, interne en polyester armé de fibres de verre) et rempli de mousse polyuréthane de 14 cm d'épaisseur comme isolant. Les éprouvettes utilisées pour réaliser les essais mesurent  $\varnothing 16 \times 32$  cm. Comme pour les essais avec le calorimètre de Langavant, la pièce doit être maintenue à  $(20,0 \pm 1,0)$  °C et les résultats obtenus sont comparés à une référence dont la température ne doit varier que de  $\pm 0,5$  °C maximum.

Pour estimer la quantité de chaleur dégagée lors de l'hydratation du béton, il faut prendre en compte la chaleur accumulée dans le calorimètre et la quantité de chaleur évacuée vers l'extérieur comme indiqué dans le projet de norme PR NF EN 12390-14 [AFNOR, 2016].

$$Q = \left( \frac{C_{th}}{m_c} + C_{cal} \right) \cdot \theta_t + \frac{1}{m_c} \sum_{i=1}^n \bar{\alpha}_i \bar{\theta}_i \Delta t_i \quad \text{II.3-1}$$

Avec :  $C_{th}$  la capacité calorifique du béton ( $J.K^{-1}$ ),  
 $C_{cal}$  la capacité calorifique massique du QAB ( $J.kg^{-1}.K^{-1}$ ),  
 $m_c$  la masse de l'éprouvette de béton (kg),  
 $\theta_t$  la différence de température entre l'éprouvette de béton frais et celle de béton durci (K),  
 $\bar{\alpha}_i = a + b \cdot \theta_i$  le coefficient de conduction thermique, fonction de l'écart de température entre l'éprouvette de béton frais et celle de béton durci ( $J.h^{-1}.K^{-1}$ ). Les coefficients a et b sont caractéristiques du QAB (respectivement en  $J.h^{-1}.K^{-1}$  et  $J.h^{-1}.K^{-2}$ ),  
 $\Delta t_i$  le pas de temps de la mesure (h).

Dans l'étude seront relevées les chaleurs à 41 et 144 heures, notées  $Q_{41}$  et  $Q_{144}$ .

Pour cette étude, 4 QAB sont utilisés : les QAB n° 1 à 3 pour les bétons et le n° 4 pour la référence. Leurs caractéristiques sont détaillées dans le Tableau II.3-1.

	QAB n° 1	QAB n° 2	QAB n° 3	QAB n° 4
$C_{cal}$ (J.k <sup>-1</sup> )	3288	3021	3100	3033
$a$ (J.h <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	346,6	362,6	319,0	317,9
$b$ (J.h <sup>-1</sup> .K <sup>-2</sup> )	0,542	0,555	0,589	0,740

Tableau II.3-1 : Caractéristiques des QAB utilisés.

La capacité thermique de chaque béton est calculée selon la formulation et les capacités de chaque matériau cf. Tableau II.3-2.

	Ciment	Sable	Granulat	Laitier	Cendres volantes	Fumée de silice	Filler calcaire	Eau
$C_{th}$ (J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	770	730	800	760	730	730	850	3800

Tableau II.3-2 : Capacités thermiques des matériaux utilisés dans les formulations béton.

Après analyse des résultats sont relevés la température maximale mesurée  $T_{max}$ , la température adiabatique maximale  $T_{adia\_max}$  atteinte après correction des pertes thermiques et le temps équivalent  $t_{thermo}$  correspondant aux 6 jours de mesure. Pour estimer ce temps, le rapport  $E_a/R$  est calculé à partir de la valeur de l'énergie d'activation des bétons obtenue par la formule de Schindler (en K<sup>-1</sup>) et le calcul est réalisé selon l'équation I.1-45 dans la partie I.1.4.2.1 du chapitre I. Les valeurs sont présentées dans le Tableau II.4-1.

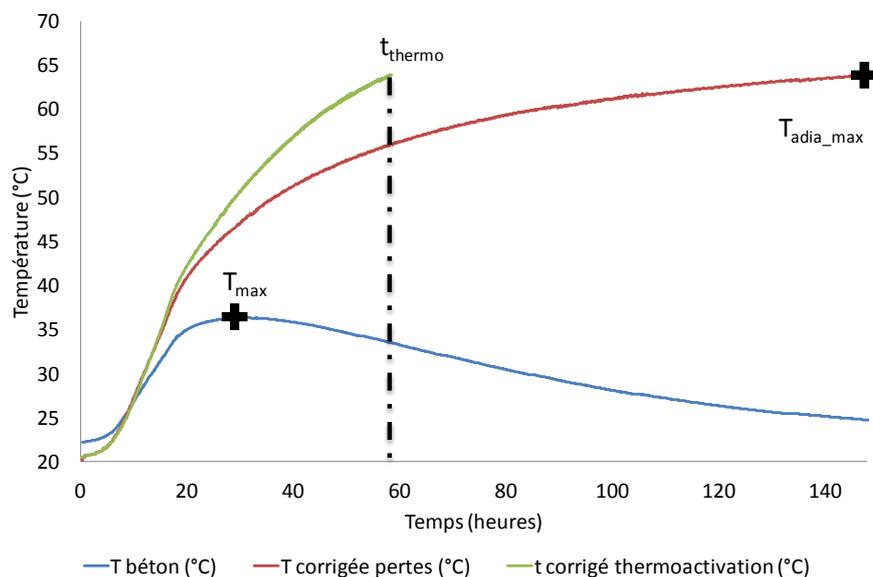


Figure II.3-2 : Evolution de la température mesurée en QAB (bleu), de la température après correction adiabatique (rouge) et après prise en compte de la thermoactivation (vert) du béton C1\_L\_Adj\_0,375.

## **II.4. Analyse des résultats**

Dans cette partie, les résultats obtenus à la suite du plan d'expérience sont présentés et discutés de manière générale, puis analysés par rapport aux effets et interactions, en s'attachant particulièrement à l'état frais et à l'évolution des chaleurs d'hydratation et des résistances mécaniques au cours du temps. Un outil de formulation est aussi mis en place.

### **II.4.1. Récapitulatif des résultats**

Lors de la réalisation de cette campagne expérimentale, un grand nombre de données a été mesuré et collecté, avec pour chaque béton la mesure de la masse volumique, de la teneur en air et de l'affaissement à l'état frais, des résistances en compression à 1, 2, 7 et 28 jours, des résistances en traction à 1, 2 et 28 jours, ainsi que la mesure de la chaleur d'hydratation par QAB dégagée sur une semaine.

Le Tableau II.4-1 récapitule les valeurs obtenues pour chaque béton formulé.

Béton	Affaissement (mm)	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	Teneur en air (%)	Rc Bolomey (MPa)	Rc1 (MPa)	Rc2 (MPa)	Rc7 (MPa)	Rc28 (MPa)	Rf1 (MPa)	Rf2 (MPa)	Rf28 (MPa)	Q <sub>41</sub> (kJ/kg)	Q <sub>144</sub> (kJ/kg)	P (W/kg)	R (h)	T <sub>max</sub> (°C)	T <sub>adia_max</sub> (°C)	t <sub>thermo</sub> (h)	T <sub>adia</sub> anciennes RSI (°C)	T <sub>adia</sub> nouvelles RSI (°C)	N° QAB	E <sub>a</sub> (J.mol <sup>-1</sup> )
1	120	2390	3,0	41,2	10,7	19,3	31,5	48,4	1,3	2,3	3,9	30,0	41,8	0,4	16,5	36,3	63,9	62,1	55,6	53,4	1	35883
2	50	2360	2,5	58,1	17,9	28,4	38,3	48,7	1,9	2,7	4,4	38,9	47,6	0,6	10,6	41,6	69,4	52,3	75,7	69,8	2	37324
3	160	2350	2,9	43,8	10,1	18,3	31,5	44,6	1,2	1,8	4,6	33,8	45,1	0,6	13,8	38,7	66,2	60,0	64,8	59,7	3	36940
4	230	2380	1,9	33,9	3,9	9,6	23,4	39,8	0,4	1,2	3,9	19,8	41,0	0,2	19,0	31,3	51,4	76,8	56,2	48,6	3	39382
5	0	2390	1,9	60,7	11,6	20,2	37,1	49,7	1,2	2,1	4,1	32,0	42,7	0,5	11,0	38,7	64,9	59,2	67,4	58,4	2	41390
6	110	2400	2,6	45,6	6,3	14,4	32,9	46,5	0,8	1,4	3,9	25,1	39,4	0,4	14,1	34,4	60,8	65,6	59,2	50,4	1	40477
7	240	2380	1,8	35,3	1,4	5,3	23,2	41,3	0,0	0,7	3,5	9,2	23,5	0,1	21,1	27,7	44,4	95,0	56,2	40,9	2	43222
8	220	2370	1,8	49,9	2,2	6,5	28,2	43,5	0,0	0,8	3,9	13,5	29,4	0,2	16,0	30,2	50,1	82,4	68,9	50,7	3	46188
9	40	2390	2,8	47,6	2,1	7,1	24,3	36,6	0,0	1,0	3,9	13,7	28,5	0,2	10,3	30,0	50,0	84,5	57,5	42,2	2	44382
10	185	2390	2,8	41,0	14,3	22,9	34,5	41,1	1,5	2,1	3,6	29,5	35,2	0,5	11,5	37,8	57,1	68,6	56,8	56,1	1	34312
11	0	2380	2,4	57,8	23,8	32,5	42,8	48,8	2,2	2,9	4,0	43,9	50,2	1,0	11,5	46,2	72,1	50,8	77,8	73,4	2	35614
12	210	2360	2,5	43,6	12,8	25,0	37,0	47,8	1,5	2,4	4,1	34,3	42,2	0,8	14,9	40,1	63,3	64,5	66,3	62,7	2	35360
13	230	2360	1,9	33,6	7,8	13,4	21,9	29,9	1,1	1,5	3,1	24,1	29,1	0,3	20,3	34,1	49,9	74,9	57,5	54,4	1	35983
14	30	2350	2,1	60,1	17,0	29,4	41,7	48,7	2,1	3,0	4,4	33,4	39,8	0,7	15,5	40,1	61,9	61,0	72,0	66,6	1	37424
15	160	2370	2,8	45,1	11,2	21,1	32,2	44,1	1,3	2,3	3,7	30,9	38,3	0,6	14,6	38,1	59,8	65,2	61,8	56,8	1	37040
16	240	2360	2,1	34,8	3,2	10,9	20,0	30,6	0,0	1,3	2,7	19,7	26,4	0,3	17,3	32,4	47,5	81,5	54,9	49,0	2	37740
17	230	2330	1,8	49,1	6,0	15,4	25,9	37,6	0,6	2,0	3,6	29,2	36,8	0,5	20,6	38,1	57,8	68,3	71,5	62,9	3	39419
18	200	2360	2,9	46,9	7,8	16,2	27,1	37,0	0,9	1,8	3,8	23,6	30,8	0,4	16,7	34,3	52,3	74,0	58,3	51,3	3	38813
19	220	2400	2,2	43,4	16,0	29,5	43,1	55,1	1,8	3,0	4,4	30,7	38,5	0,5	18,1	38,3	60,5	72,8	59,8	58,9	3	30596
20	0	2400	1,5	61,1	9,4	39,7	59,9	72,2	1,2	4,3	5,3	42,7	48,9	1,1	11,5	45,4	70,9	55,4	82,9	77,4	2	31860
21	220	2380	2,0	46,1	13,0	30,6	45,9	61,7	1,7	3,5	5,0	40,1	50,8	1,0	17,7	43,7	72,2	63,0	69,5	65,8	2	31642
22	220	2370	2,5	37,7	12,6	22,3	35,3	48,0	1,5	2,1	4,2	32,2	40,1	0,6	16,7	38,5	61,1	74,7	62,2	61,1	2	28475
23	0	2370	2,0	67,2	17,2	36,6	55,6	69,3	1,6	4,5	5,7	36,3	45,3	0,8	21,3	43,0	67,7	70,8	82,3	74,9	1	29751
24	100	2350	2,9	50,5	17,3	31,3	48,0	62,2	1,9	2,1	5,2	35,1	46,2	0,8	13,4	41,7	68,0	68,2	69,1	64,2	1	29521
25	200	2380	2,4	41,3	12,8	24,4	38,6	57,0	1,6	2,4	4,3	30,8	39,7	0,6	16,8	39,0	61,3	81,4	61,1	59,0	3	26363
26	20	2360	2,2	58,4	24,0	35,1	47,8	61,7	2,5	3,3	4,7	42,9	49,2	1,0	12,8	45,7	70,5	65,1	84,8	77,8	3	27622
27	0	2360	2,0	55,6	14,3	31,8	53,0	70,2	2,0	3,6	5,4	30,3	39,6	0,7	17,9	38,9	61,7	79,1	67,5	61,5	3	27411
28	200	2365	2,0	39,4	13,5	-	-	46,1	-	-	-	31,6	37,6	0,5	12,6	36,4	59,0	55,4	49,3	59,4	1	39832
29	30	2390	2,4	49,0	-	-	-	52,4	-	-	-	38,7	47,3	0,8	16,4	36,2	69,1	44,1	61,0	63,1	2	36712
30	0	2410	2,1	60,2	32,6	40,0	48,3	55,4	2,6	3,3	3,7	39,6	49,5	0,8	12,9	38,7	70,8	49,7	76,6	75,4	1	35458

Tableau II.4-1 : Récapitulatif des résultats obtenus pour chaque béton fabriqué.

#### **II.4.1.1. Etat frais**

Tout d'abord, il est possible de voir que par rapport aux affaissements attendus variant de 50 à 250 mm, certaines valeurs sont en dessous de la limite inférieure, avec un affaissement de 0 : un béton avec laitier, un béton avec cendres volantes, et trois bétons avec fumée de silice. Ceci peut être expliqué par deux choses : le rapport E/L est au niveau le plus bas (0,375) et 4 bétons sur 5 sont fabriqués avec le ciment C3 dont la demande en eau est la plus élevée. Il y a donc très peu d'eau supplémentaire disponible à la mise en place du béton. La combinaison fumée de silice en dosage haut et ciment C2 n'est pas plus fluide pour autant, malgré l'utilisation du ciment C2 dont la demande en eau est inférieure à celle du ciment C3. Cette mesure est expliquée à la fois par la forte réactivité de la fumée de silice mais également par sa forte absorption d'eau. La masse volumique du béton varie de 2330 à 2400 kg.m<sup>-3</sup> avec une moyenne de 2370 kg.m<sup>-3</sup>, valeur classique pour les bétons. A l'état frais, la teneur en air dans les bétons quant à elle varie de 1,5 à 3,0 % ce qui est inférieur à la valeur maximale autorisée selon la norme NF EN 206/CN.

#### **II.4.1.2. Résistances mécaniques**

Selon la composition du béton, l'évolution des résistances mécaniques en compression en traction n'est pas la même, ce qui est normal étant donné les différences de réactivité entre le laitier, les cendres volantes et la fumée de silice, à laquelle il est possible d'ajouter la différence de réactivité du ciment. Cependant, le plus souvent, ce sont les bétons avec laitier ou cendres volantes qui fournissent les résistances les plus faibles et les bétons avec fumée de silice, les résistances les plus élevées. Les variations du rapport E/L semblent également avoir un effet, mais de manière plus marquée au jeune âge : à long terme, les rapports égaux à 0,375 et 0,4 donnent des valeurs proches.

Différentes formules relient la résistance en compression et la composition du béton tel que la formule de Bolomey (cf. équation II.1-1) ou la formule de Féret, qui a été améliorée par de Larrard [de Larrard, 2000].

##### **II.4.1.2.1. Effet du couple ciment–addition sur l'indice d'activité de l'addition**

A l'aide des mesures de résistances mécaniques sur les bétons formulés, il est possible d'évaluer l'effet du couple ciment–addition sur l'indice d'activité de l'addition. Pour cela, les résistances en compression obtenues selon la formule de Bolomey sont comparées avec les résistances en compression mesurées sur les bétons et l'indice d'activité de l'addition est retenu lorsque la correspondance entre les deux est la meilleure. Ainsi, dans le Tableau II.4-2 sont présentés les indices d'activité des additions mesurées selon la norme NF EN 15167-1 pour le laitier, NF EN 450-1 pour les cendres volantes et NF EN 13263-1 pour la fumée de silice, les indices d'activité indiqués dans la norme NF EN 206/CN et ensuite les 4 dernières colonnes correspondent aux indices d'activité retenus pour les meilleures corrélations formule de Bolomey – mesures expérimentales.

	Valeurs mesurées selon les normes NF EN 15167-1, NF EN 450-1 et NF EN 13263-1	Valeurs données dans l'EN 206/CN	Estimées de manière à avoir la meilleure corrélation possible entre les Rc Bolomey et celles mesurées			
			Sans distinction du ciment	C1	C2	C3
S	0,93	0,90	0,85	0,95	0,80	0,65
FA	0,83	0,60	0,65	0,75	0,50	0,50
SF	1,21	2,00	2,35	2,40	2,25	1,45

Tableau II.4-2 : Récapitulatif des valeurs d'indices d'activité trouvés selon chaque type d'addition, de ciment, mesurés ou selon la norme NF EN 206/CN.

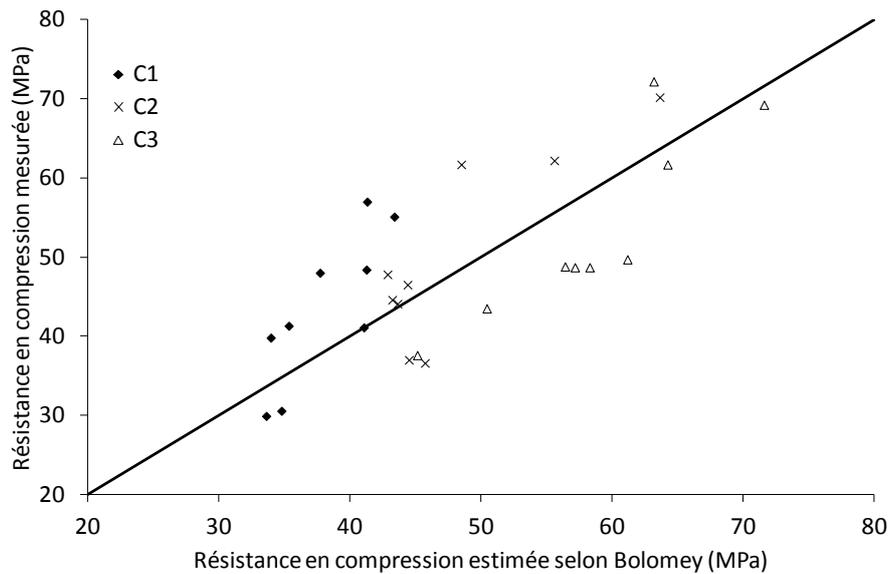


Figure II.4-1 : Comparaison entre les résistances en compression mesurées et estimées selon la formule de Bolomey avec modification de l'indice d'activité de l'addition selon le type de ciment utilisé (cf. 3 dernières colonnes du Tableau II.4-2).

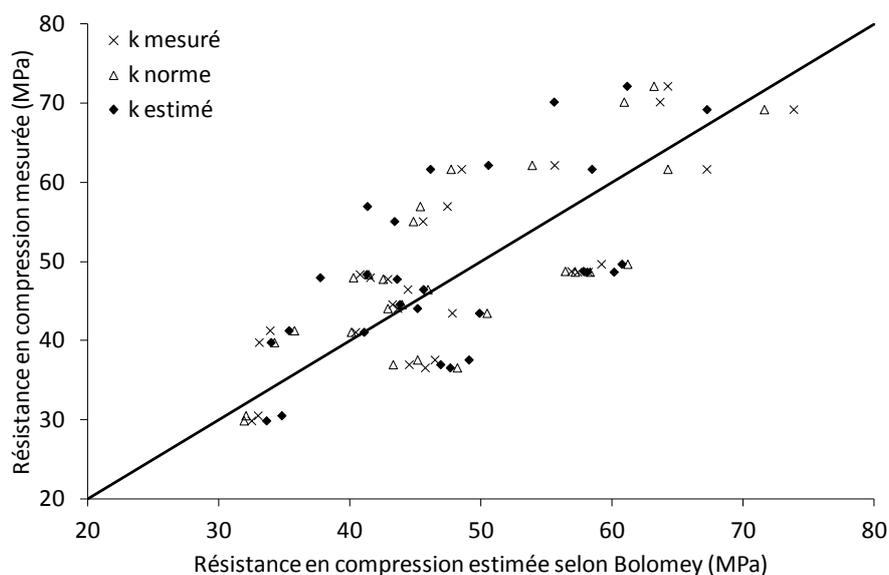
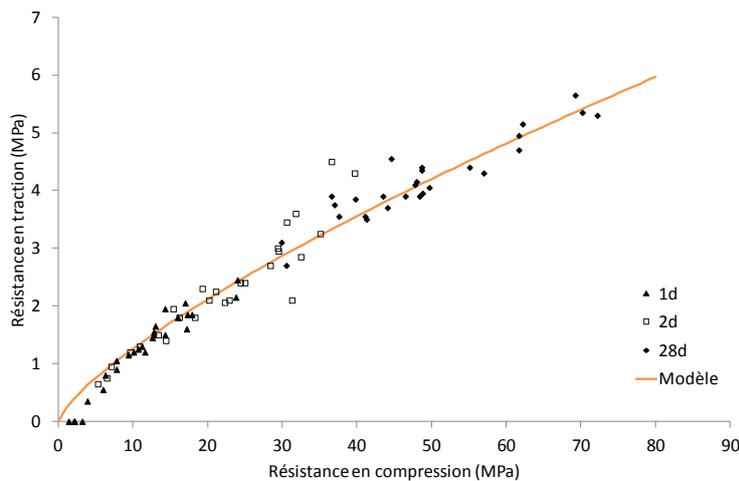


Figure II.4-2 : Comparaison entre les résistances en compression mesurées et estimées selon la formule de Bolomey avec modification de l'indice d'activité de l'addition selon ceux indiqués dans la norme NF EN 206/CN, ceux mesurés selon la norme NF EN 206/CN ou ceux permettant d'avoir la meilleure correspondance entre les deux sans distinction du ciment (cf. 3 premières colonnes du Tableau II.4-2).

La Figure II.4-1 présente les résultats obtenus pour les 3 types de ciments et la Figure II.4-2 donne les résultats obtenus sans distinction de ciment utilisé avec les valeurs indiquées et mesurées selon la norme NF EN 206/CN et celles optimisées pour chaque couple ciment-addition. L'étude des indices d'activation obtenus en différenciant le type de ciment révèle une variation de 30 à 40 % des indices d'activation pour les 3 combinaisons ciment-addition. Cependant, la valeur moyenne de l'indice d'activité du laitier, des cendres volantes et de la fumée de silice pour C1, C2 et C3 est proche de celle indiquée dans la norme NF EN 206/CN. De même, la valeur obtenue par optimisation pour les 3 ciments sans distinction est proche de la valeur normative. En comparaison, la valeur de l'indice d'activité mesuré pour nos additions est pour le laitier située entre celles optimisées pour le ciment C1 et C2, pour les cendres volantes égale à celle optimisée avec le ciment C1 et pour la fumée de silice proche de celle optimisée avec le ciment C3. Ainsi, il existe une interaction entre le ciment et l'addition qui influe sur leur réactivité respective. Dans la suite de l'étude, les indices d'activité utilisés sont toujours pris égaux à ceux mesurés expérimentalement selon les 3 normes indiquées pour les additions (cf. 1<sup>ère</sup> colonne du Tableau II.4-2).

#### II.4.1.2.2. Relation entre les résistances mesurées en compression et traction

Neville présente la relation existante entre les résistances en compression et celles en traction comme étant une fonction puissance, où a et b sont deux constantes cf. II.4-1 [Neville, 2000].



$$R_t = a \cdot R_c^b \quad \text{II.4-1}$$

Figure II.4-3 : Relation entre les résistances en compression et en traction à partir des formulations bétons.

Sur la Figure II.4-3 est présentée l'évolution des résistances en traction en fonction des résistances en compression à 1, 2 et 28 jours. La courbe en orange correspond à l'équation modèle avec respectivement pour valeurs de a et b 0,23 et 0,75. En comparaison, à partir de 566 essais, Oluokun a trouvé a et b respectivement égaux à 0,21 et 0,69 [Oluokun, 1991].

### II.4.1.3. Estimation de la température en pièce massive selon les recommandations RSI

Afin d'estimer la montée en température dans les pièces massives, il est possible soit de faire des mesures en QAB et d'en déduire la température en condition adiabatique, soit de calculer directement la température adiabatique selon les recommandations RSI, ancienne ou nouvelle version. L'ancienne version des recommandations prend en compte dans le calcul la composition du béton (quantité de ciment, d'addition et d'eau efficace), la température et la masse volumique du béton à l'état frais, ainsi que des résistances en compression à 2 et 28 jours, de la chaleur à 41h et l'épaisseur de la pièce à confectionner [LCPC, 2007]. Les nouvelles recommandations se veulent plus proches de la température qui sera réellement mesurée et prennent en compte pour cela la chaleur d'hydratation à 120h, ce qui permet d'avoir une meilleure prise en compte de la réactivité du béton dans le temps. A noter également que dans les nouvelles recommandations, le coefficient permettant la prise en compte des additions varie par rapport aux anciennes recommandations [IFSTTAR, 2017].

La Figure II.4-4 présente la comparaison entre la température adiabatique calculée selon les anciennes et les nouvelles recommandations RSI par rapport à la température adiabatique obtenue d'après les mesures QAB.

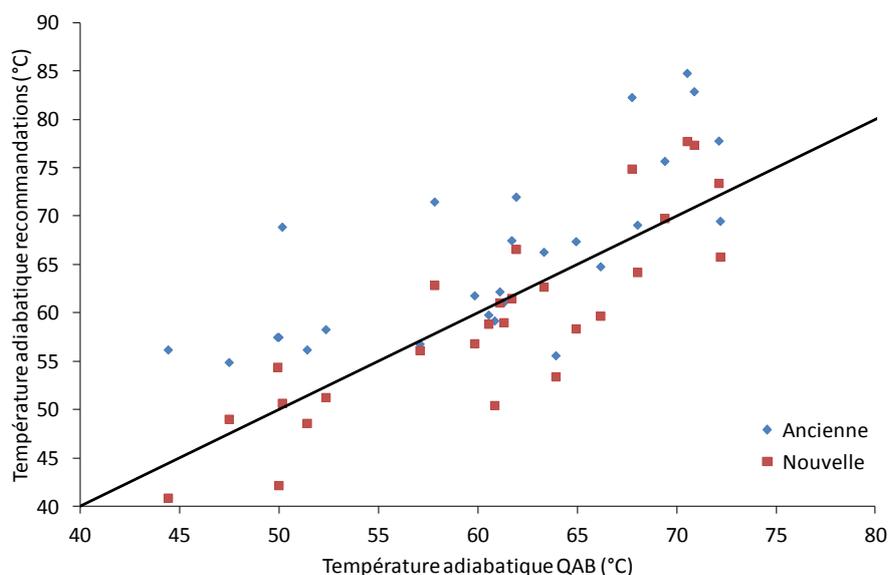


Figure II.4-4 : Comparaison des températures adiabatiques calculées selon les anciennes et les nouvelles recommandations RSI.

A noter que les mesures réalisées sur les bétons fabriqués ont été utilisées pour faire ces nouvelles recommandations. On constate que les nouvelles recommandations sont un peu moins sécuritaires que les anciennes, mais que l'écart avec les valeurs calculées d'après les mesures QAB est plus faible.

## II.4.2. Analyse des effets et interactions des facteurs

Après avoir présenté les résultats obtenus lors de ces essais de manière générale, dans cette partie est effectuée l'analyse des résultats selon la méthode des effets et interactions dans la volonté de savoir quels sont les facteurs les plus influents sur les caractéristiques du béton.

Toutes les figures présentées ci-dessous se divisent en deux où les effets moyens sont en noir et les interactions entre chaque type d'addition et les autres facteurs sont en bleu pour l'interaction du laitier (S), en rouge pour l'interaction des cendres volantes (FA) et en vert pour l'interaction de la fumée de silice (SF). Les interactions s'interprètent en les comparant avec la tendance générale des effets. Si les évolutions sont identiques avec seulement un décalage vertical, alors il n'y a pas d'interaction entre le type d'addition et les autres facteurs. Si les tendances sont inverses alors il y a une forte interaction entre le type d'addition et les autres facteurs.

### II.4.2.1. Influence des facteurs sur l'état frais

La connaissance des caractéristiques du béton à l'état frais, et particulièrement de la teneur en air et de l'affaissement du béton est importante pour la mise en place de celui-ci. La Figure II.4-5 représente les effets et interactions des différents facteurs sur l'affaissement du béton à l'état frais. De façon générale, la présence de laitier ou de cendres volantes confère au béton un affaissement plus important que lorsque de la fumée de silice est utilisée. Ceci est dû à la surface spécifique élevée de la fumée de silice qui absorbe une grande quantité d'eau et à une agglomération des particules de fumée de silice qui emprisonne ainsi une certaine quantité d'eau, en laissant moins disponible pour la fluidité du béton

par rapport au laitier et aux cendres volantes. La différence d'affaissement entre les bétons avec cendres volantes et ceux avec laitier est expliquée par la surface sphérique des cendres volantes [Ramachandran V. S., 1995] contrairement à celle du laitier [Boudchicha, 2007]. Plus la quantité d'addition utilisée dans le béton est importante, plus l'affaissement de celui-ci est élevé, sauf lorsqu'il s'agit de fumée de silice.

De par son rôle fluidifiant, la présence d'adjuvant augmente l'affaissement du béton jusqu'à une certaine quantité. Cependant, l'effet de l'adjuvant n'est pas total car le temps de malaxage n'est pas optimisé selon la volonté de travailler en « condition chantier ». Aussi le pourcentage optimal d'adjuvant lorsqu'il est dépassé peut provoquer une ségrégation du béton. La nature de l'addition interagit peu avec l'adjuvant, même si Bessa-Badreddine indique que plus la taille des additions diminue, plus le besoin en adjuvant est grand [Bessa-Badreddine, 2004]. Enfin, l'augmentation du rapport eau sur liant, par effet de dilution quelle que soit l'addition, augmente l'affaissement.

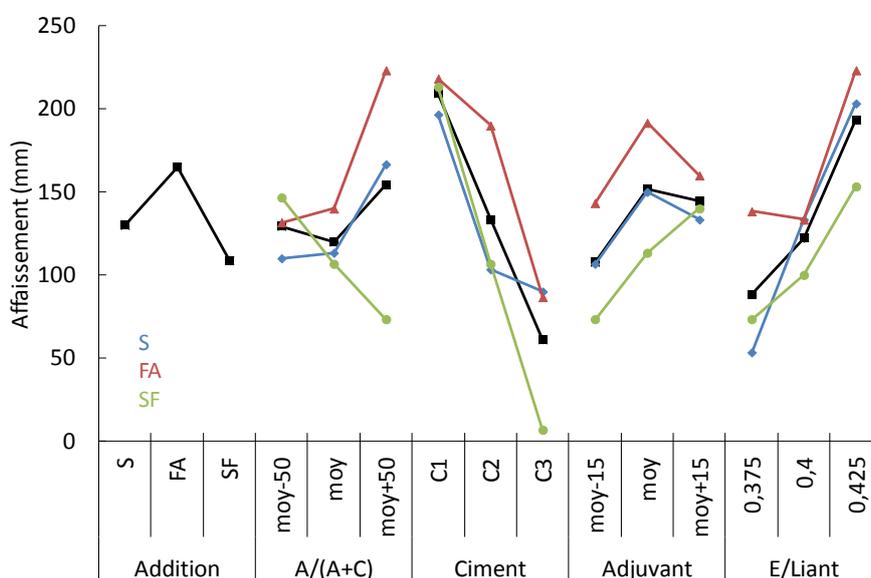


Figure II.4-5 : Graphe des effets et interactions des facteurs sur l'affaissement du béton.

#### II.4.2.2. Influence des facteurs sur la chaleur dégagée

En plus de l'étude de l'état frais, il est important de connaître la quantité de chaleur afin d'évaluer la température interne de la pièce et le risque de réaction sulfatique interne. L'analyse des résultats obtenus par mesure de chaleur QAB permet d'avoir la chaleur totale dégagée lors de l'hydratation à 41 heures cf. Figure II.4-6 et à 144 heures cf. Figure II.4-7. De façon générale, la présence et l'augmentation de la quantité d'additions dans le béton ont pour effet de diminuer la quantité de chaleur produite. Cet effet est malgré tout moins visible lorsque la fumée de silice est utilisée comme addition, à la fois étant donné la quantité substituée qui est moins importante comparée aux autres additions, mais aussi de par sa réactivité plus élevée. Le laitier et les cendres volantes dégagent moins de chaleur que la fumée de silice, que ce soit à 41 h ou 144 h. En effet, ils réagissent lentement et nécessitent une activation, alors que la fumée de silice est très réactive grâce à sa finesse et son rôle de sites de nucléation [Kadri, 1998]. La différence de chaleur dégagée entre le laitier et les cendres

volantes s'amenuise avec le temps pour atteindre des valeurs équivalentes, voire supérieures pour le laitier à 144 h, ce qui est en accord avec les coefficients d'activité mesurés.

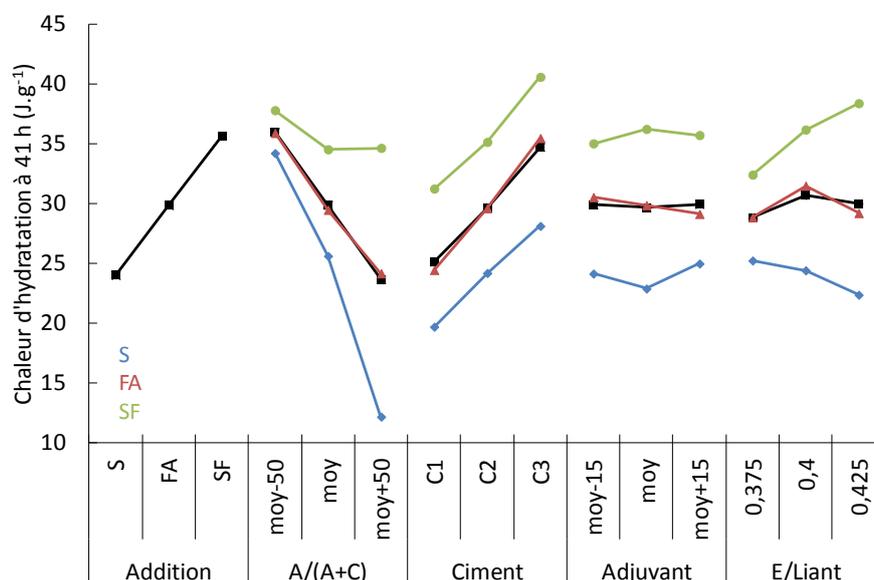


Figure II.4-6 : Graphe des effets et interactions des facteurs sur la quantité de chaleur mesurée à 41 h en QAB du béton.

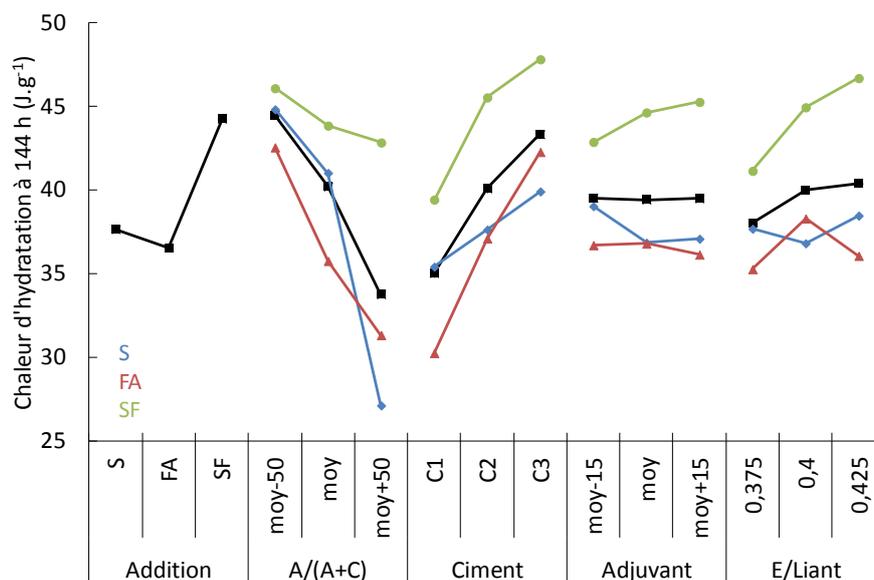


Figure II.4-7 : Graphe des effets et interactions des facteurs sur la quantité de chaleur mesurée à 144 h en QAB du béton.

Comme pour l'affaissement du béton, il est possible de remarquer un effet du type de ciment sur la chaleur d'hydratation à 41 et à 144 h quel que soit le type d'addition utilisée. Plus la partie clinker est diluée (présence de filler calcaire), plus la chaleur dégagée est faible. Contrairement à l'affaissement, le pourcentage d'adjuvant utilisé n'a aucun effet sur le dégagement de chaleur, quels que soient l'échéance ou le type d'addition. Enfin, de manière générale, le rapport eau sur liant n'a pas d'effet au jeune âge et ne semble en avoir que très peu à 144 h. Cependant, il est possible de remarquer une

légère différence d'évolution pour les bétons avec fumée de silice lorsque le rapport E/L augmente. La quantité de chaleur d'hydratation augmente avec le rapport E/L : il y a davantage d'eau disponible pour les réactions d'hydratation.

Les graphes d'effet et d'interaction de la température maximale et de la température adiabatique mesurée en QAB sont présentés dans l'ANNEXE H cf. Figure H-1 et Figure H-2.

### II.4.2.3. Influence des facteurs sur les résistances mécaniques

En plus de la chaleur dégagée lors de l'hydratation du béton, il est intéressant d'étudier la montée des résistances en compression. Les Figure II.4-8 et Figure II.4-9 représentent respectivement les effets et interactions des facteurs sur les résistances en compression à 2 jours et à 28 jours.

Il est possible de trouver une similitude entre les effets et interactions des chaleurs d'hydratation et ceux des résistances en compression. Ainsi, la présence de fumée de silice permet d'avoir de meilleures résistances en compression par rapport aux cendres volantes et au laitier à 2 et 28 jours ce qui est en accord avec les indices d'activité mesurés. De plus, comme l'indique Pertué, ces différences de résistances au jeune âge peuvent être expliquées par les différences de cinétiques d'hydratation des additions, mises en évidence lors des mesures de chaleur [Pertué, 2008]. Cependant, de par la plus grande quantité de laitier utilisée par rapport aux cendres volantes, les résistances à 2 jours des bétons avec laitier sont plus faibles que celles des bétons avec cendres volantes (moins de ciment). Même si au jeune âge, il est difficile de voir une interaction entre le type de ciment et le type d'addition, les résultats à plus long terme, mettent en avant le comportement d'un couple ciment-addition avec principalement l'effet du laitier et de la fumée de silice avec les ciments.

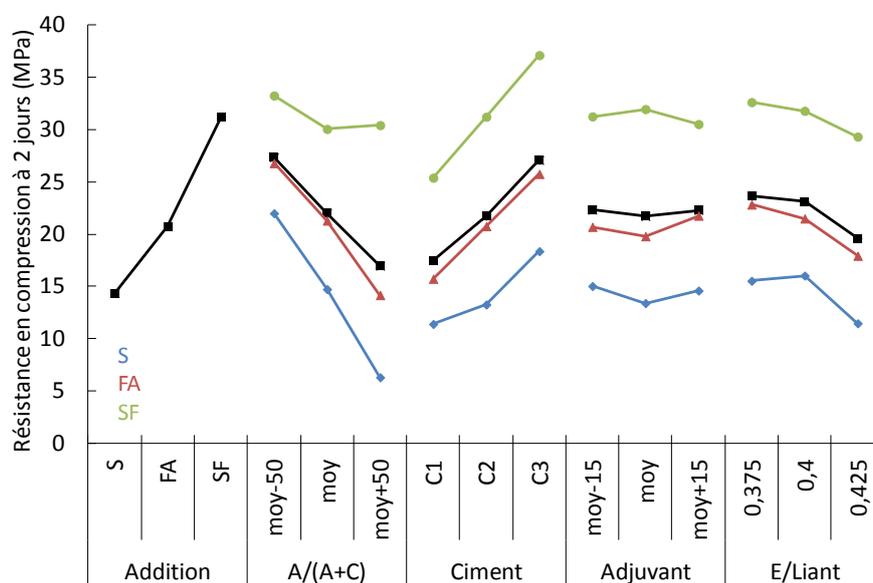


Figure II.4-8 : Graphe des effets et interactions des facteurs sur les résistances en compression à 2 jours du béton.

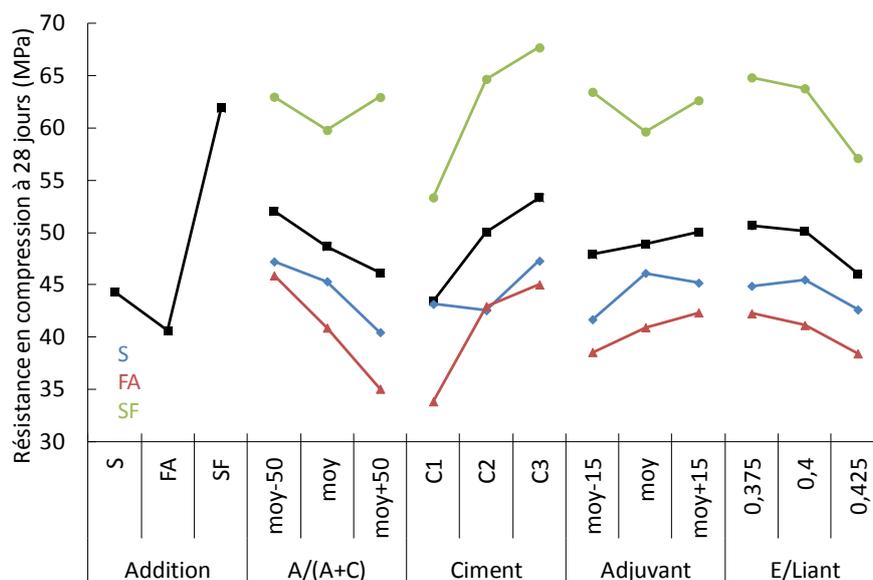


Figure II.4-9 : Graphe des effets et interactions des facteurs sur les résistances en compression à 28 jours du béton.

Les résistances diminuent avec la quantité d'addition utilisée, et ce, sans grande interaction avec le type d'addition si ce n'est pour la fumée de silice grâce à sa forte réactivité. Le pourcentage d'adjuvant utilisé n'a pas d'effet sur les résistances en compression quel que soit l'âge et le type d'addition. Enfin, il est possible d'observer un léger effet de l'augmentation du rapport E/L sur les résistances en compression sans interaction avec le type d'addition. Compte tenu que les teneurs en air occlus sont voisines pour tous ces bétons, cet effet est bien imputable à la porosité de la pâte qui augmente avec le rapport E/L.

Il est aussi nécessaire d'étudier les résistances en traction du béton afin d'estimer ses risques de fissuration au jeune âge. En comparant les Figure II.4-10 et Figure II.4-11 qui présentent respectivement les résistances en traction à 2 et 28 jours avec les graphiques obtenus pour les résistances en compression à 2 et 28 jours, des évolutions similaires sont constatées avec l'obtention de meilleures résistances en traction lorsque de la fumée de silice est utilisée plutôt que du laitier ou des cendres volantes et que quel que soit le type d'addition, l'augmentation de la quantité d'addition ajoutée engendre une diminution des résistances en traction. A noter qu'à long terme, les bétons avec laitier acquièrent de meilleures résistances en traction que les bétons avec cendres volantes. Ceci est en accord à la fois avec les résultats des résistances en compression ainsi qu'avec l'évolution des coefficients d'activité des additions. Cependant, le couple ciment-addition semble cette fois-ci avoir peu d'effet.

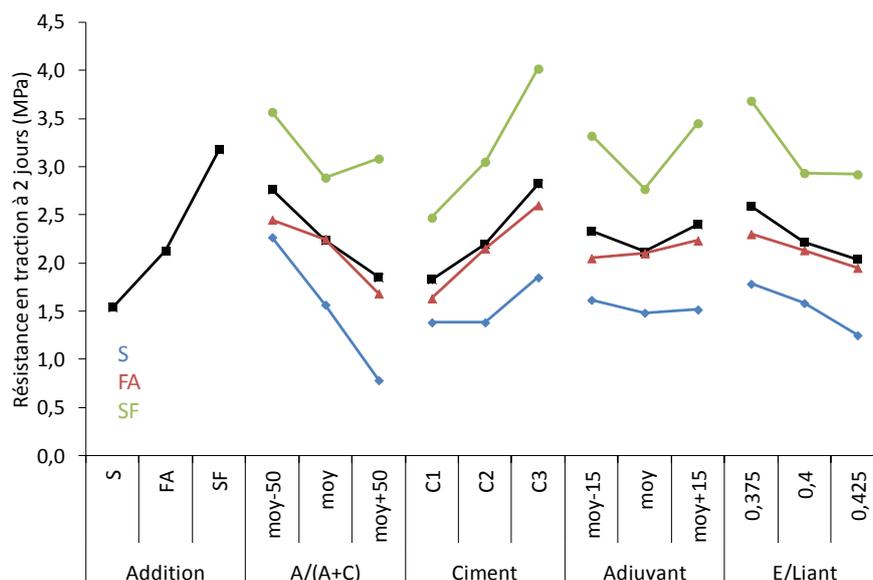


Figure II.4-10 : Graphe des effets et interactions des facteurs sur les résistances en traction à 2 jours du béton.

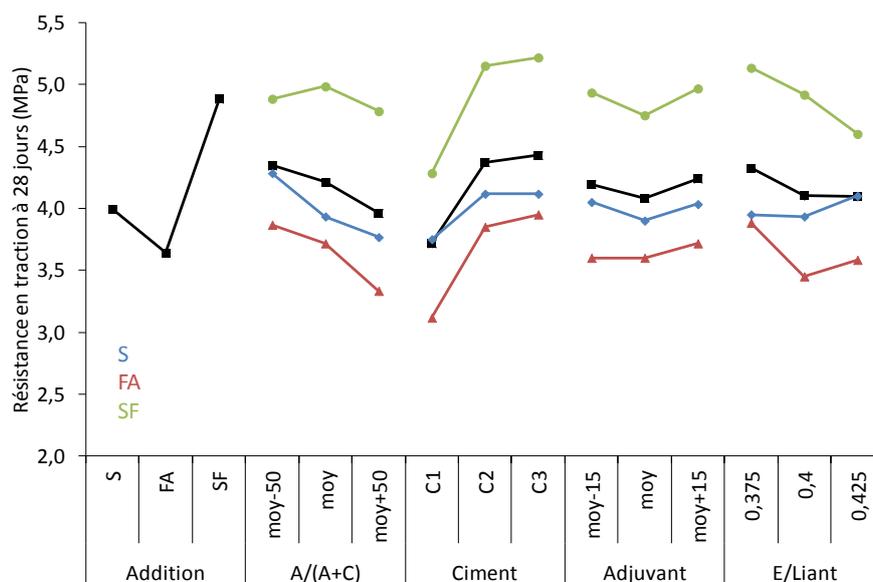


Figure II.4-11 : Graphe des effets et interactions des facteurs sur les résistances en traction à 28 jours du béton.

Enfin, le pourcentage d'adjuvant n'a pas d'effet alors que l'augmentation du rapport E/L implique une légère diminution des résistances en traction. Il est possible de voir qu'à 2 jours, l'utilisation d'eau en quantité plus importante pour les bétons avec fumée de silice donne des résistances en traction constantes alors qu'à 28 jours, les résistances semblent diminuer. En effet, la présence de plus d'eau permet d'avoir un béton plus fluide et de meilleures résistances au jeune âge étant donné l'augmentation de la quantité d'eau disponible pour hydrater le ciment et non absorbée par la fumée de silice, alors qu'à long terme la création de porosité, suite à une quantité d'eau plus importante, induit une diminution des résistances en traction.

#### II.4.2.4. Conclusion

Grâce à ces essais, il a été possible de mettre en évidence l'effet du type et du pourcentage d'addition, de la composition du ciment, du rapport E/L et de la quantité d'adjuvant, de l'état frais - mesure d'affaissement – à l'état durci – chaleur d'hydratation et résistances mécaniques. L'affaissement du béton est influencé par le couple ciment-addition ainsi que par la quantité d'eau et d'adjuvant utilisée, permettant ainsi de défloculer les particules solides et de libérer de l'eau pour la fluidité et l'hydratation du béton. De manière générale, l'affaissement du béton augmente avec le pourcentage d'addition, mais de façon moindre avec les bétons contenant de la fumée de silice.

Une fois le béton durci, le rapport E/L et le pourcentage d'adjuvant ont peu d'effet comparé au type d'addition et de ciment sur les chaleurs d'hydratation. Plus la quantité d'addition ajoutée est grande, plus la chaleur dégagée est faible. La cinétique d'hydratation est plus rapide avec des bétons contenant de la fumée de silice que du laitier ou des cendres volantes. Concernant les résistances mécaniques, que ce soit au jeune âge ou à plus long terme, le couple ciment-addition est à prendre en compte en plus du coefficient d'activité de l'addition. L'utilisation d'un rapport E/L élevé peut être préjudiciable par rapport à l'existence d'une porosité résiduelle.

### II.4.3. Equations modèles et outil de formulation

#### II.4.3.1. Equations modèles obtenues

L'analyse des effets et interactions permet d'obtenir des modèles sur le domaine d'étude pour les différentes réponses mesurées selon chaque facteur. Dans notre cas, il a été décidé de ne pas prendre en compte les modèles correspondant au pourcentage d'adjuvant étant donné ses faibles effets et interactions sur les réponses mesurées.

Ainsi, de manière générale, une réponse  $X$  est calculée selon l'équation II.4-2, et correspond à la somme de la valeur moyenne de la réponse  $X$  du plan d'expérience pour l'addition A, la variation induite par le pourcentage d'addition, la variation induite par le rapport E/L et la variation induite par le type de ciment C.

$$X = \bar{X}_A + \Delta X_{\%A} + \Delta X_{\frac{E}{L}} + \Delta X_C \quad \text{II.4-2}$$

Les équations II.4-3, II.4-4 et II.4-5 correspondent aux variations induites par le type de ciment, le rapport E/L et le pourcentage d'addition. Celles-ci sont égales à la différence entre la valeur moyenne de la réponse  $X$  mesurée sur le plan d'expériences pour l'addition A et le ciment C ou les fonctions  $f_X(\%A)$  et  $f_X(E/L)$  - obtenues par analyse des graphes d'effets et d'interactions de la réponse  $X$  - et la valeur moyenne de la réponse  $X$  mesurée sur le plan d'expériences pour l'addition A.

$$\Delta X_C = \bar{X}_C - \bar{X}_A \quad \text{II.4-3}$$

$$\Delta X_{\frac{E}{L}} = f_X\left(\frac{E}{L}\right) - \bar{X}_A \quad \text{II.4-4}$$

$$\Delta X_{\%A} = f_X(\%A) - \bar{X}_A \quad \text{II.4-5}$$

Les valeurs de  $\Delta X_{\%A}$  et  $\Delta X_{\frac{E}{L}}$  sont ensuite exprimées sous forme d'équation en fonction de %A ou E/L.

Dans le Tableau II.4-3 sont présentées en exemple les équations modèles obtenues et utilisées pour calculer les résistances en compression à 28 jours selon le type d'addition et le ciment C1. A noter que les équations  $\Delta X_{\%A}$  et  $\Delta X_{\frac{E}{L}}$  sont utilisables quel que soit le type de ciment.  $\Delta X_{C1}$  est calculée selon le type d'addition en faisant la différence entre  $\bar{X}_{C1}$  et  $\bar{X}_A$  indiqués dans le tableau. Les autres équations correspondant à la température maximale et adiabatique maximale mesurée en QAB, les résistances en compression à 2 jours, les chaleurs d'hydratation à 41h et 144h ainsi que l'affaissement sont présentées dans l'ANNEXE I. Les valeurs moyennes  $\bar{X}_A$  et  $\bar{X}_C$  peuvent être obtenues à partir du Tableau II.4-1.

	$\bar{X}_A$	$\Delta X_{\%A}$	$\Delta X_{\frac{E}{L}}$	$\bar{X}_{C1}$
S	44,44	$-0,14. \%A + 6,64$	$-45,33. \frac{E}{L} + 18,04$	43,18
FA	40,80	$-0,43. \%A + 10,737$	$-76,67. \frac{E}{L} + 30,45$	42,87
SF	62,48	$-0,004. \%A + 0,03$	$-154,33. \frac{E}{L} + 61,18$	45,23

Tableau II.4-3 : Exemple d'équations obtenues à la suite du plan d'expériences pour calculer les résistances en compression à 28 jours selon le type d'addition et le ciment C1.

### II.4.3.2. Validation des équations modèles

Une fois les équations modèles construites, celles-ci ont été testées sur le domaine expérimental et les valeurs obtenues avec ces équations comparées avec les valeurs expérimentales des 30 bétons formulés. Pour caractériser l'erreur l'indicateur RMSE est utilisé. Le RMSE (root mean square error) est la racine carrée de la moyenne arithmétique des carrés des écarts entre les prévisions et les observations. Il donne l'écart-type de l'erreur de prédiction du modèle et donc une indication de sa précision. La température maximale et la température adiabatique maximale mesurée en QAB, les résistances à 2 et 28 jours et les chaleurs d'hydratation à 41 et 144 heures, les RMSE sont respectivement égaux à 4 °C, 11 °C, 8 MPa, 10 MPa, 3 kJ.kg<sup>-1</sup> et 10 kJ.kg<sup>-1</sup>. Le modèle semble mieux estimer les résistances en compression et le dégagement de chaleur au jeune âge qu'à plus long terme.

Pour l'affaissement du béton, il y a plus de 120 mm de RMSE. Cet écart conséquent peut être expliqué par les équations obtenues qui ont du mal à prendre en compte le côté sec du béton et l'absorption d'eau par le ciment ou les additions.

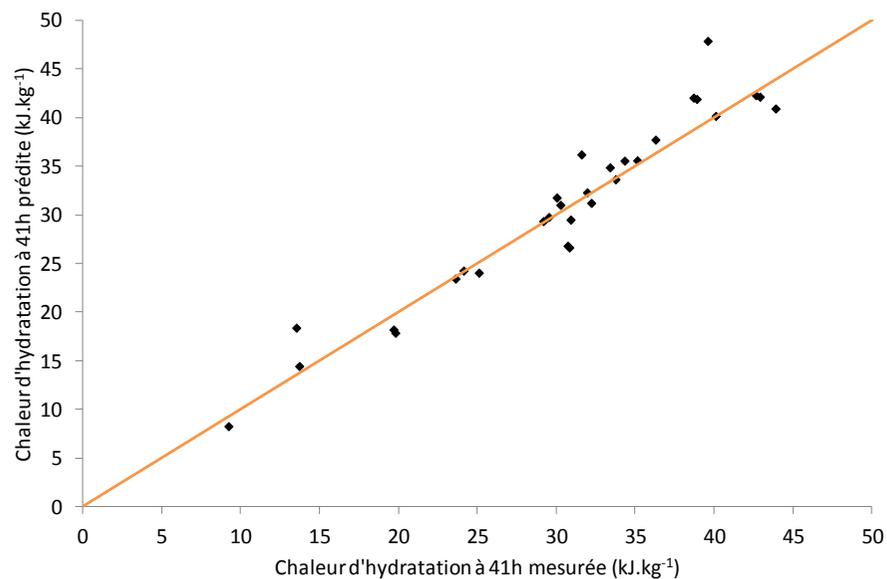


Figure II.4-12 : Comparaison de la chaleur d'hydratation à 41 h mesurée et prédite selon le modèle pour les 30 bétons fabriqués dans le plan d'expériences.

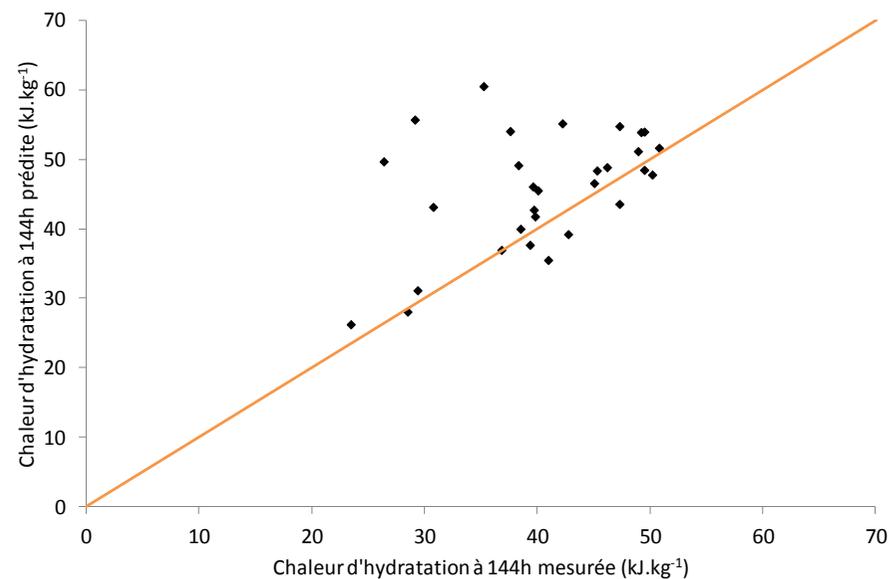


Figure II.4-13 : Comparaison de la chaleur d'hydratation à 144 h mesurée et prédite selon le modèle pour les 30 bétons fabriqués dans le plan d'expériences.

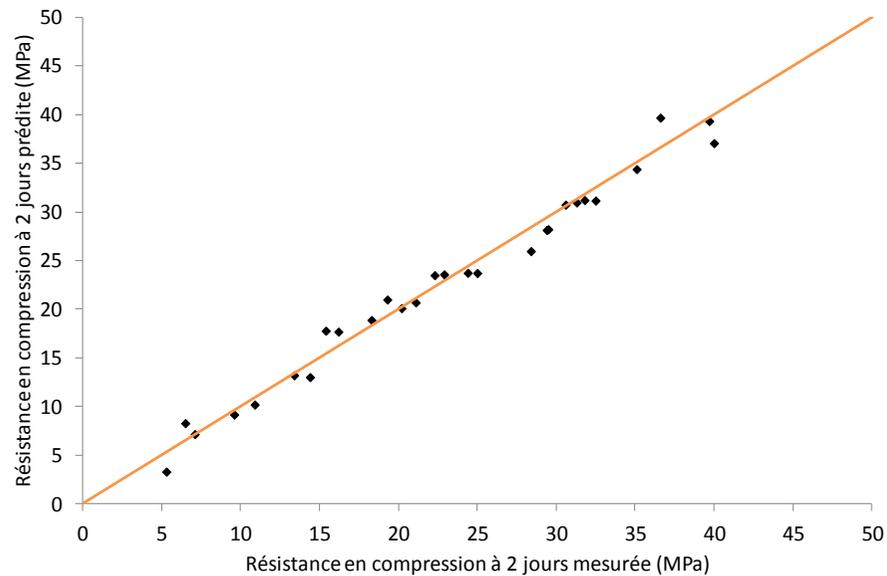


Figure II.4-14 : Comparaison de la résistance en compression à 2 jours mesurée et prédite selon le modèle pour les 30 bétons fabriqués dans le plan d'expériences.

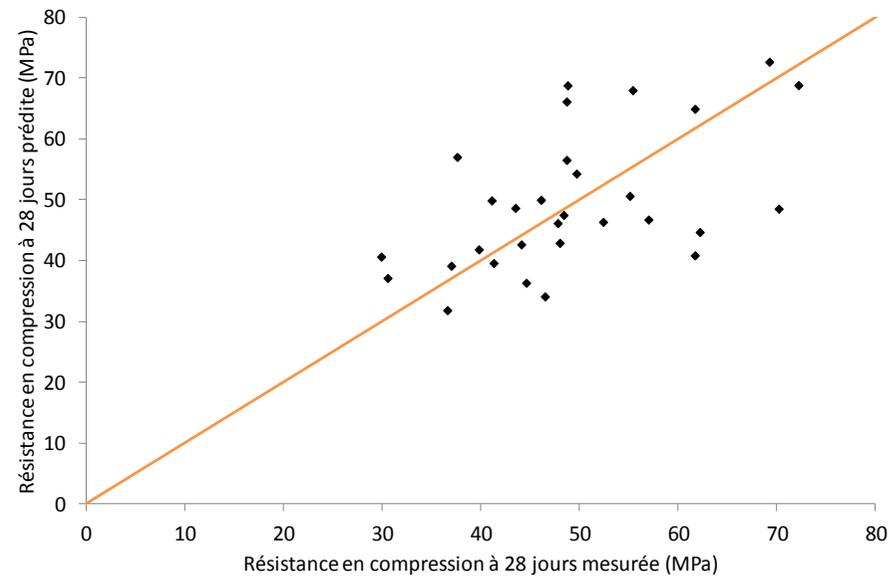


Figure II.4-15 : Comparaison de la résistance en compression à 28 jours mesurée et prédite selon le modèle pour les 30 bétons fabriqués dans le plan d'expériences.

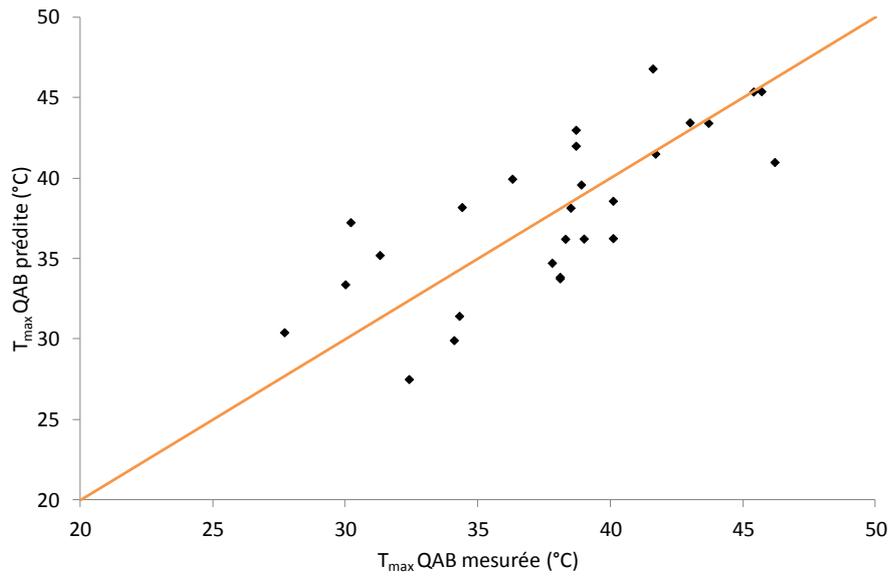


Figure II.4-16 : Comparaison de la température maximale en QAB mesurée et prédite selon le modèle pour les 30 bétons fabriqués dans le plan d'expériences.

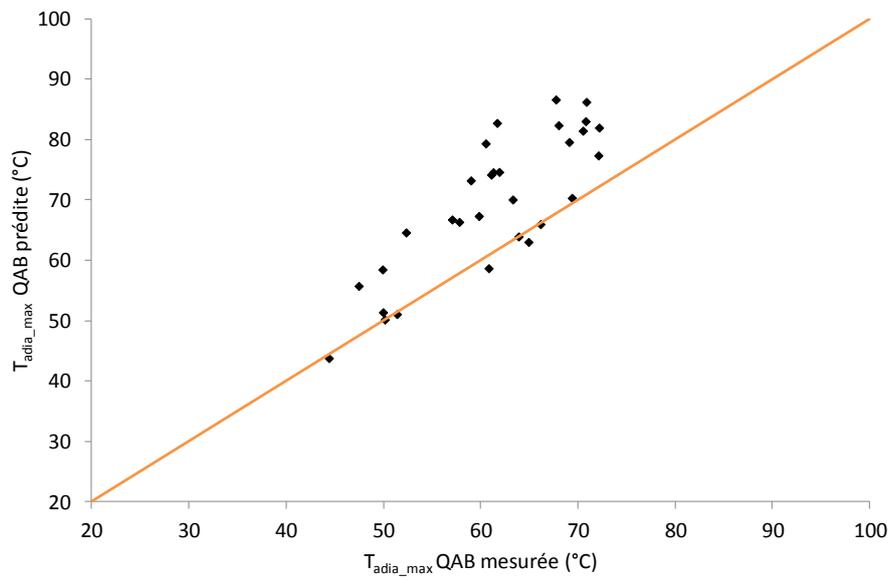


Figure II.4-17 : Comparaison de la température adiabatique maximale en QAB mesurée et prédite selon le modèle pour les 30 bétons fabriqués dans le plan d'expériences.

### II.4.3.3. Outils de formulation et réponse à un cahier des charges

La combinaison de ces modèles permet ensuite la mise en place d'un outil de formulation béton respectant un cahier des charges établi.

Dans cette partie sont présentés les résultats de l'outil de formulation obtenus selon un cahier des charges avec la volonté de minimiser la température maximale mesurée lors de l'essai QAB.

Pourcentage d'addition selon la norme EN 206/CN dans le tableau NAF 1	$0 < S < 0,4$ $0 < FA < 0,3$ $0 < SF < 0,1$
Rapport E/L <sub>eq</sub>	$0,3 < E/L_{eq} < 0,6$
L <sub>eq</sub> (kg)	$280 < L_{eq} < 400$
Volume de pâte	$V_{p\grave{a}te} \geq 250 \text{ L}$
T <sub>max</sub> QAB (°C)	T <sub>max</sub> minimale
R <sub>c</sub> 28j pour C30 (MPa)	38 MPa

Les paramètres variables de cet outil sont le type et la quantité de ciment, le type et la quantité d'addition et la quantité d'eau. Les bornes de travail sont définies selon la norme NF EN 206/CN dans le tableau NAF 1 [AFNOR, 2012] pour une classe d'exposition XC4 et présentées dans le Tableau II.4-4. A noter que comme pour les essais du plan d'expériences, l'outil de formulation est construit pour des bétons à squelette granulaire fixe.

Tableau II.4-4 : Cahier des charges retenu.

Le volume de pâte est calculé selon l'équation II.4-6.

$$V_{p\grave{a}te} = \frac{E}{L} \cdot L_{tot} + \frac{m_{add}}{\rho_{add}} + \frac{L_{tot} - m_{add}}{\rho_c} \quad \text{II.4-6}$$

Le Tableau II.4-5, présente les différentes formulations testées et les réponses obtenues à chaque fois – température maximale mesurée en QAB, résistance en compression à 2 et 28 jours, et chaleur d'hydratation à 41 et 144 heures. Tout d'abord, il est possible de noter que toutes les formulations présentées atteignent au moins 38 MPa à 28 jours comme demandé et que la température maximale moyenne en QAB est de l'ordre de 35 °C avec un maximum à 44 °C. L'ajout de fumée de silice dans les bétons conduit à des résistances à 28 jours dépassant de plus 20 MPa la résistance visée (formulation 7 à 9). Les formulations 1, 3 et 6 quant à elles donnent des résistances à 28 jours comprises entre 50 et 60 MPa.

Trois formulations permettent d'atteindre des résistances en compression entre 38 et 40 MPa (formulations 2, 4 et 5). Or, comme il l'a été montré précédemment, la présence de laitier dans le béton augmente la chaleur dégagée et conduit à des températures plus importantes par rapport à un béton contenant des cendres volantes (écart de plus de 10 °C entre les bétons avec laitier et ceux avec cendres volantes). Sur les deux bétons restants (formulations 4 et 5), c'est le béton contenant le ciment le plus substitué en filler calcaire (C1) qui permet de limiter au maximum l'échauffement thermique (28,4 °C), tout en atteignant les résistances mécaniques nécessaires (formulation 4).

N° formulation	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Type A	S			FA			SF		
Type C	C1	C2	C3	C1	C2	C3	C1	C2	C3
Liant équivalent (kg)	389	387	390	364	390	280	395	400	395
A/A+C	0,40	0,40	0,40	0,30	0,30	0,30	0,10	0,10	0,10
E/L <sub>eq</sub>	0,30	0,30	0,30	0,47	0,47	0,60	0,30	0,30	0,32
T <sub>max</sub> QAB (°C)	37,0	40,0	43,9	28,4	31,5	31,5	31,9	36,6	40,7
T <sub>adia_max</sub> QAB (°C)	65,0	70,7	73,2	56,2	63,1	59,5	82,0	88,3	89,4
R <sub>c</sub> 2 jours (MPa)	23,3	25,2	30,3	10,4	15,3	8,35	30,4	36,2	42,0
R <sub>c</sub> 28 jours (MPa)	50,0	40,6	59,6	38,0	38,0	50,4	60,7	58,6	80,0
Q <sub>41</sub> (kJ.kg <sup>-1</sup> )	30,2	35,0	41,8	22,0	27,4	33,8	16,6	24,0	31,3
Q <sub>144</sub> (kJ.kg <sup>-1</sup> )	36,9	39,1	41,4	53,5	47,4	42,4	32,7	38,8	43,1

Tableau II.4-5 : Formulations des bétons testées pour répondre au cahier des charges présenté dans le Tableau II.4-4.

Lorsqu'en plus de minimiser la température maximale obtenue en QAB et avoir 38 MPa à 28 jours, l'on veut atteindre 20 MPa à 2 jours, on obtient les formulations présentées dans le Tableau II.4-6. Les bétons 1 à 3 et 7 à 9 répondants déjà aux critères – résistance à 2 jours supérieure ou égale à 20 MPa incluse – ne sont pas modifiés.

N° formulation	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Type A	S			FA			SF		
Type C	C1	C2	C3	C1	C2	C3	C1	C2	C3
Liant équivalent (kg)	389	387	390	388	400	400	395	400	395
A/A+C	0,40	0,40	0,40	0,30	0,30	0,30	0,10	0,10	0,10
E/L <sub>eq</sub>	0,30	0,30	0,30	0,36	0,42	0,47	0,30	0,30	0,32
T <sub>max</sub> QAB (°C)	37,0	40,0	43,9	31,6	33,1	35,3	31,9	36,6	40,7
T <sub>adia_max</sub> QAB (°C)	65,0	70,7	73,2	63,4	66,6	68,3	82,0	88,3	89,4
R <sub>c</sub> 2 jours (MPa)	23,3	25,2	30,3	20,0	20,0	20,0	30,4	36,2	42,0
R <sub>c</sub> 28 jours (MPa)	50,0	40,6	59,6	45,5	41,6	59,5	60,7	58,6	80,0
Q <sub>41</sub> (kJ.kg <sup>-1</sup> )	30,2	35,0	41,8	21,2	27,0	33,0	16,6	24,0	31,3
Q <sub>144</sub> (kJ.kg <sup>-1</sup> )	36,9	39,1	41,4	63,4	71,1	77,0	32,7	38,8	43,1

Tableau II.4-6 : Formulations des bétons testées pour répondre au cahier des charges présentés dans le Tableau II.4-4 additionné d'une résistance à 2 jours égale à 20 MPa.

Cette fois-ci, on remarque que toutes les formulations obtenues atteignent au moins 20 MPa à 2 jours, contrairement aux formulations précédentes où les bétons avec cendres volantes atteignaient difficilement 15 MPa et que de manière générale, la température maximale en QAB n'excède pas 44 °C. Ainsi, si l'on s'intéresse à la température maximale en QAB et donc à une pièce dont la taille reste inférieure à 80 cm de diamètre, les bétons avec cendres volantes ne sont plus les seuls à être

compétitifs au niveau du faible échauffement cf. bétons 7 à 9 avec fumée de silice, et contrairement aux attentes, les bétons avec laitier sont même les plus exothermiques avec des résistances en compression à 2 jours moins intéressantes que les bétons avec fumée de silice. Si au contraire, c'est une pièce de taille plus importante qui est étudiée et dont la température sera plus proche de la température adiabatique maximale, il est possible de voir que, quelle que soit la formulation, la température est proche des 65 °C et atteint même les 80 voire 90 °C dans le cas des bétons avec fumée de silice. Ces températures élevées risquent d'entraîner le développement de RSI si les autres conditions (temps, sulfates...) sont présentes. Dans ce cas-là, on constate que les formulations avec cendres volantes, puis avec laitier sont à favoriser.

#### **II.4.4. Conclusion**

A la suite de ces essais, il est possible de voir qu'en plus du type et de la quantité d'addition, le couple ciment-addition est à prendre en compte lors de la formulation du béton selon les caractéristiques attendues. En effet, celui-ci a un effet à la fois à l'état frais sur l'affaissement du béton mais aussi lorsque le béton durcit sur les résistances du béton. En plus de cela, l'adjuvant a majoritairement un effet sur l'état frais, alors que le rapport E/L influence l'état frais, et durant le durcissement du béton (dégagement de chaleur et le développement des résistances en compression et en traction).

Enfin, ces essais ont permis le développement d'un outil de formulation à partir de ces essais prenant en compte plusieurs contraintes imposées. L'outil de formulation mis en œuvre ici permet d'optimiser la formulation du béton selon les facteurs limitant, que ce soit la température mesurée ou les résistances mécaniques, pour une classe d'environnement donnée.

Dans le futur, il serait intéressant d'améliorer cet outil de formulation afin de mieux modéliser l'affaissement du béton à l'état frais et de prendre également en compte d'autres facteurs limitants tels que le coût économique et l'impact environnemental.

#### **II.5. Sélection des bétons**

A la suite de ce plan d'expériences et de la réalisation de 30 bétons permettant l'étude de l'effet de la formulation sur les propriétés thermiques et mécaniques à l'état frais et lors du durcissement du béton, il a été décidé de poursuivre cette étude au jeune âge du béton de manière un peu plus poussée. Pour cela, 9 formulations bétons sont sélectionnées selon différents critères : les résistances à 28 jours égales à 50 ou 70 MPa ou de faibles chaleurs d'hydratation à 6 jours. En effet, l'évaluation des risques de fissuration des pièces critiques en béton se fait à la fois par rapport au développement des résistances mécaniques et à l'élévation de température dans celles-ci.

Il en résulte que 2 bétons sont sélectionnés selon leurs résistances en compression à 28 jours égales à 50 MPa. Les deux sont constitués de ciment C3, avec soit 50 % de laitier, soit 25 % de cendres volantes : C3\_50S\_0,375\_0,518 (B1) et C3\_25FA\_0,375\_0,69 (B2). Sont ensuite sélectionnés 2 bétons avec 70 MPa de résistance en compression à 7 jours, qui contiennent soit du ciment C2 et 12 % de fumée de silice, soit du ciment C3 pur : C2\_12SF\_0,375\_1,15T10 (B3) et C3\_0A\_0,4\_0,7T10 (B4).

2 bétons dont les échauffements thermiques mesurés en QAB sont faibles sont aussi ajoutés à l'étude. Ils contiennent du ciment C1 et 75 % de laitier ou 37,5 % de cendres volantes : C1\_75S\_0,4\_0,518 (B5) et C1\_37,5FA\_0,4\_0,69 (B6). Enfin, 3 bétons dont le clinker ne contient pas de C3A et dans lesquels seul le pourcentage de laitier varie dans le ciment et qui atteignent 45 MPa à 28 jours C3A-0\_5S\_0,49\_0,00 (B7), C3A-0\_42,5S\_0,42\_0,20 (B8) and C3A-0\_80S\_0,39\_0,50 (B9). Le choix de ces trois derniers bétons avec seulement une variation de la quantité de laitier dans le liant s'est fait afin de n'avoir qu'un effet de l'addition et d'ainsi pouvoir mieux voir le rôle de la formulation sur les phénomènes mis en jeu lors des montées en résistances/dégagement de chaleur/fissuration. Les formulations de ces bétons sont récapitulées dans le Tableau II.5-1.

N° formulation	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9
Type A	S	FA	SF	-	S	FA	-	-	-
Type C	C3	C3	C2	C3	C1	C1	C3A-0_5S	C3A-0_42,5S	C3A-0_80S
Liant (kg)	360	360	360	360	360	360	360	360	360
A/A+C	0,50	0,25	0,12	-	0,75	0,375	-	-	-
0 - 4	873	859	867	865	871	854	829	854	862
4 - 11	349	344	347	346	348	341	332	342	345
11 - 22	715	706	713	711	716	702	682	702	709
E/L	0,375	0,375	0,375	0,40	0,40	0,40	0,49	0,42	0,39
Adjuvant (%)	0,518	0,69	1,15	0,70	0,518	0,69	0,00	0,20	0,50

Tableau II.5-1 : Formulations béton sélectionnées pour la poursuite des essais au jeune âge.

Dans le Tableau II.5-2 sont récapitulées les caractéristiques des bétons sélectionnés pour la poursuite de l'étude.

	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9
$Q_{41}$ (J.g <sup>-1</sup> )	32,0	33,4	32,2	39,6	9,2	19,7	41,3	28,2	8,6
$Q_{144}$ (J.g <sup>-1</sup> )	42,8	39,8	41,2	49,6	23,5	26,4	49,5	40,9	25,9
$T_{max}$ (°C)	38,7	40,1	35,5	38,7	27,7	32,4	38,3	31,1	25,7
Rc 1 jour (MPa)	11,6	17,0	29,2	32,6	1,4	3,2	10,9	5,8	0,0
Rc 7 jours (MPa)	37,1	41,7	57,8	48,3	23,2	20,0	34,0	32,1	33,9
Rc 28 jours (MPa)	49,7	48,7	76,8	73,9	41,3	30,6	46,4	48,1	45,4
Rf 1 jour (MPa)	1,2	2,1	2,0	2,6	0,0	0,0	1,7	1,3	0,0
Rf 2 jours (MPa)	2,1	3,0	3,6	3,3	0,7	1,3	2,4	2,2	1,7
Rf 28 jours (MPa)	4,1	4,4	5,4	3,7	3,5	2,7	3,5	3,5	3,3

Tableau II.5-2 : Récapitulatif des caractéristiques mesurées des bétons retenus pour les essais jeune âge.

## II.6. Conclusion

A la suite de ces essais, il est possible de voir qu'en plus du type et de la quantité d'addition, le couple ciment-addition est à prendre en compte lors de la formulation du béton selon les caractéristiques attendues. En effet, celui-ci a un effet à la fois à l'état frais sur l'affaissement du béton mais aussi lorsque le béton durcit sur les résistances du béton et sur le dégagement de chaleur. En plus de cela, l'adjuvant a majoritairement un effet sur l'état frais, alors que le rapport E/L influence l'état frais, et lors du durcissement du béton avec le dégagement de chaleur et le développement des résistances en compression et en traction.

Enfin, ces essais ont permis le développement d'un outil de formulation à partir de ces essais prenant en compte plusieurs contraintes imposées. L'outil de formulation mis en œuvre ici permet d'optimiser la formulation du béton selon les facteurs limitant, que ce soit la température dans un essai adiabatique ou les résistances mécaniques, pour une classe d'environnement donnée.



# **CHAPITRE III. COMPORTEMENT MECANIQUE DE BETONS AVEC AJOUTS AU JEUNE AGE – ETUDE EXPERIMENTALE**

A la suite de l'étude réalisée dans le chapitre précédent, 9 bétons ont été sélectionnés dans le but de poursuivre leur caractérisation au jeune âge et d'évaluer leur risque de fissuration. Ainsi, les essais suivants sont effectués : un suivi de l'évolution du module d'Young statique et dynamique, du fluage sous chargement, des déformations endogènes, et le développement d'un nouvel essai à l'anneau.

Dans un premier temps, un état de l'art et une présentation des techniques d'analyse utilisées sont présentés. Les résultats obtenus sont ensuite comparés et discutés.

## **III.1. Etat de l'art sur les techniques d'analyse utilisées**

Dans cette partie sont présentées les références bibliographiques existantes et les techniques d'analyse utilisées lors de nos essais.

### **III.1.1. Evolution du module d'Young**

Comme indiqué dans la partie I.1.3.3 du chapitre I, la connaissance de l'évolution du module d'Young au cours du temps, et surtout au jeune âge est importante pour la prédiction des contraintes et des risques de fissuration du béton. Dans cette partie sont présentées les techniques expérimentales utilisées pour mesurer le module d'Young dynamique et statique au cours du temps, puis les deux modules obtenus sont comparés.

#### **III.1.1.1. Module dynamique**

##### **III.1.1.1.1.1 Techniques expérimentales**

Il existe différentes techniques d'analyse pour mesurer le module d'Young dynamique. Le FreshCon, technique que nous avons utilisée lors de cette étude, sera détaillée en dernier.

La première, BT PULS (Béton Transmission Par Ultra Son) a été développée à l'IFSTTAR. Elle permet à l'aide d'ondes de compression (P) circulant verticalement du bas vers le haut à travers l'éprouvette cylindrique 11 cm par 22 cm, d'en déduire l'évolution du module d'Young dynamique cf. Figure III.1-1 [Boulay, et al., 2013, Delsaute, et al., 2016]. Cette technique ne permet pas d'avoir des ondes de cisaillement.

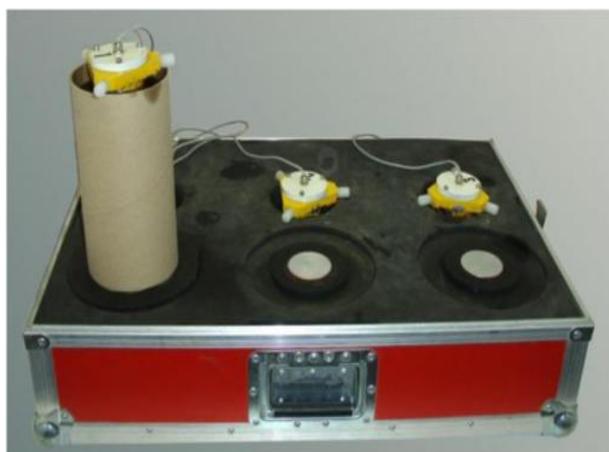


Figure III.1-1 : Système de mesure BT PULS permettant la mesure du module d'Young dynamique [Delsaute, et al., 2016].

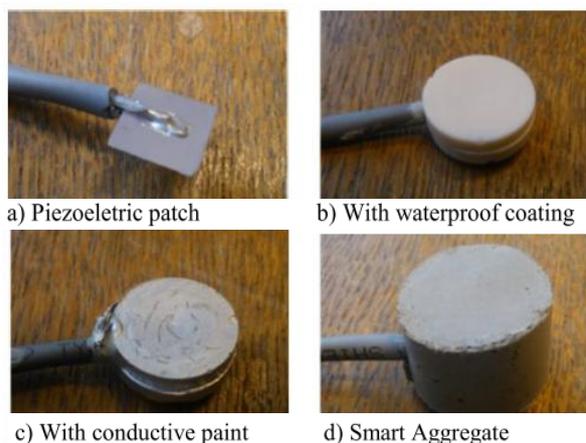


Figure III.1-2 : Dispositif de mesure SMAGs [Delsaute, et al., 2016].

La seconde, SMAGs (Smart Aggregates), contrairement à BT PULS ou au FreshCon, permet de faire varier les conditions hydriques ou mécaniques appliquées à l'échantillon. Cette technique a été développée par Gu et al. [Gu, et al., 2006] afin de mesurer la résistance du béton avec des excitations harmoniques, puis pour évaluer l'état d'endommagement et l'évolution des propriétés élastiques par étude de l'amplitude et de la fréquence du signal réceptionné. L'ULB-BATir a modifié cette technique afin de suivre l'évolution des ondes de compression (P) et du développement de fissure dans le béton par sollicitation avec des ondes ultrasonores [Delsaute, et al., 2016, Dumoulin, et al., 2012]. Le module d'Young est évalué avec BT PULS et SMAGs en prenant une valeur constante du coefficient de Poisson.

Enfin, il est possible de mesurer le module d'Young dynamique à l'aide du Freshcon - dispositif développé à l'Université de Stuttgart [Reinhardt and Grosse, 2004]. Des ondes de compression (P) et de cisaillement (S) circulent à travers le béton à la fréquence de 0,5 MHz pour les ondes P et 0,25 MHz pour les ondes S cf. Figure III.1-3. La mesure de la vitesse des ondes à travers le béton se fait à l'aide d'un émetteur et d'un récepteur situé à chaque extrémité des moules. La distance séparant les deux capteurs doit être supérieure à 3 fois la taille maximale des granulats utilisés dans la formulation béton.

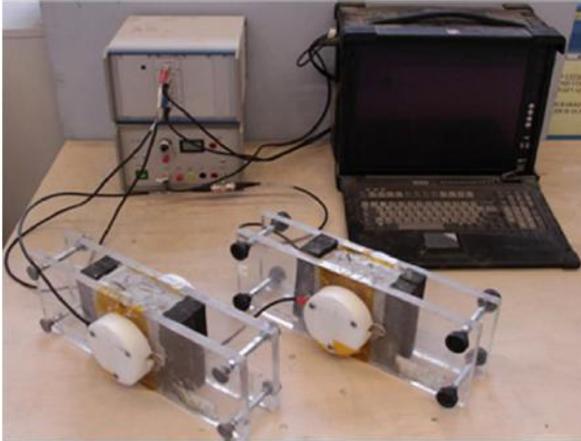


Figure III.1-3 : Dispositif de mesure du module d'Young et du coefficient de Poisson – FreshCon.

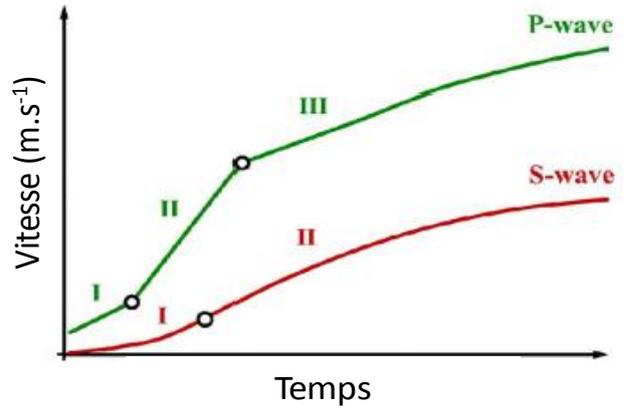


Figure III.1-4 : Evolution des ondes P et S au jeune âge [Carette and Staquet, 2015].

L'évolution des ondes P et S est présentée sur la Figure III.1-4 [Carette and Staquet, 2015]. Il est possible de voir que les ondes P évoluent en 3 temps : une évolution rapide lors de l'étape I, expliquée par les réactions d'hydratation et le début de prise du matériau ; suivie de l'étape II avec la poursuite du durcissement du matériau et l'apparition d'un point d'inflexion ; enfin l'étape III et l'atteinte d'un palier au cours duquel la rigidité n'évolue quasiment plus. Au contraire, les ondes S n'évoluent qu'en 2 temps : une évolution lente de la vitesse des ondes S par rapport aux ondes P lors de l'étape I, avec l'atteinte d'un point d'inflexion lors de la percolation du matériau, suivi de l'étape II correspondant à la poursuite de l'hydratation jusqu'à stagnation des propriétés. A noter que les ondes P sont plus sensibles à la quantité d'air présente dans le béton au jeune âge que les ondes S.

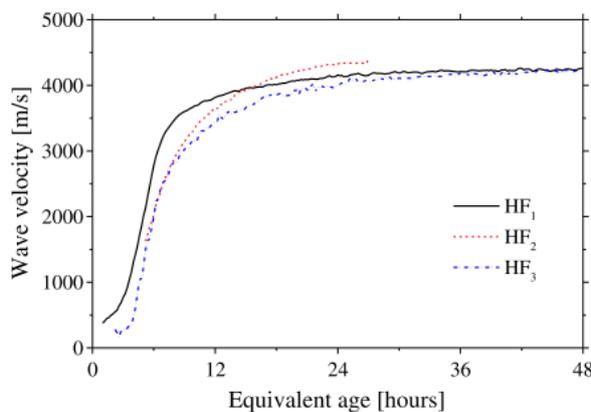


Figure III.1-5 : Comparaison de la vitesse des ondes P mesurées avec le FreshCon (HF<sub>1</sub>), BT PULS (HF<sub>2</sub>) et SMAGs (HF<sub>3</sub>) [Delsaute, et al., 2016].

La Figure III.1-5 montre l'évolution de la vitesse des ondes de compression avec les 3 techniques d'analyse : le FreshCon (HF<sub>1</sub>), BT PULS (HF<sub>2</sub>) et SMAGs (HF<sub>3</sub>) [Delsaute, et al., 2016]. Il est possible de voir que ces 3 techniques donnent des résultats similaires, avec cependant une évolution des ondes P légèrement différentes au jeune âge – principalement avant la prise  $t_0$  - avec le FreshCon. Ceci peut être expliqué par une différence de quantité d'air contenue dans les moules – moule en acier pour SMAGs, difficile à vibrer contre des moules plus légers et facilement vibrables pour le FreshCon.

Après analyse des vitesses des ondes, il est possible de remonter au module d'Young, au coefficient de Poisson et au module de cisaillement dynamiques, dès la sortie du malaxeur selon les équations III.1-1, III.1-2 et III.1-3.

$$E_d = V_p^2 \cdot \rho \cdot \frac{(1 + \nu_d)(1 - 2\nu_d)}{1 - \nu_d} \quad \text{III.1-1}$$

$$\nu_d = \frac{V_p^2 - 2V_s^2}{2V_p^2 - 2V_s^2} \quad \text{III.1-2}$$

$$G_d = \frac{E_d}{2 + 2\nu_d^2} \quad \text{III.1-3}$$

Avec :  $E_d$  le module d'Young dynamique,  
 $\nu_d$  le coefficient de Poisson dynamique,  
 $G_d$  le module de cisaillement dynamique,  
 $\rho$  la masse volumique,  
 $V_p$  la vitesse des ondes P,  
 $V_s$  la vitesse des ondes S.

La Figure III.1-6 présente l'évolution de la vitesse des ondes de compression, de la vitesse des ondes de cisaillement, du module d'Young dynamique et du coefficient de Poisson dynamique pour différentes pâtes de ciment contenant ou non des additions minérales (laitier et filler calcaire ici) et gâchées à 3 E/C [Delsaute, 2017]. Delsaute montre que la vitesse des ondes P et S et donc le module d'Young dynamique augmentent avec la diminution du rapport E/C : la quantité d'eau affecte l'hydratation du matériau. Il en va de même pour la présence d'additions minérales qui retarde l'hydratation du matériau. En effet, le filler calcaire ne réagit qu'au très jeune âge avec le C3A présent dans le ciment pour former des sulfoaluminates et carboaluminates hydratés [Talero, et al., 2017], et seulement à hauteur de 5 % massique, puis est considéré comme inerte [Matschei, et al., 2007]. De ce fait, le remplacement de ciment par un matériau moins réactif – laitier ou filler calcaire au jeune âge - a pour effet d'augmenter le rapport E/C et donc de retarder la prise [Carette and Staquet, 2015].

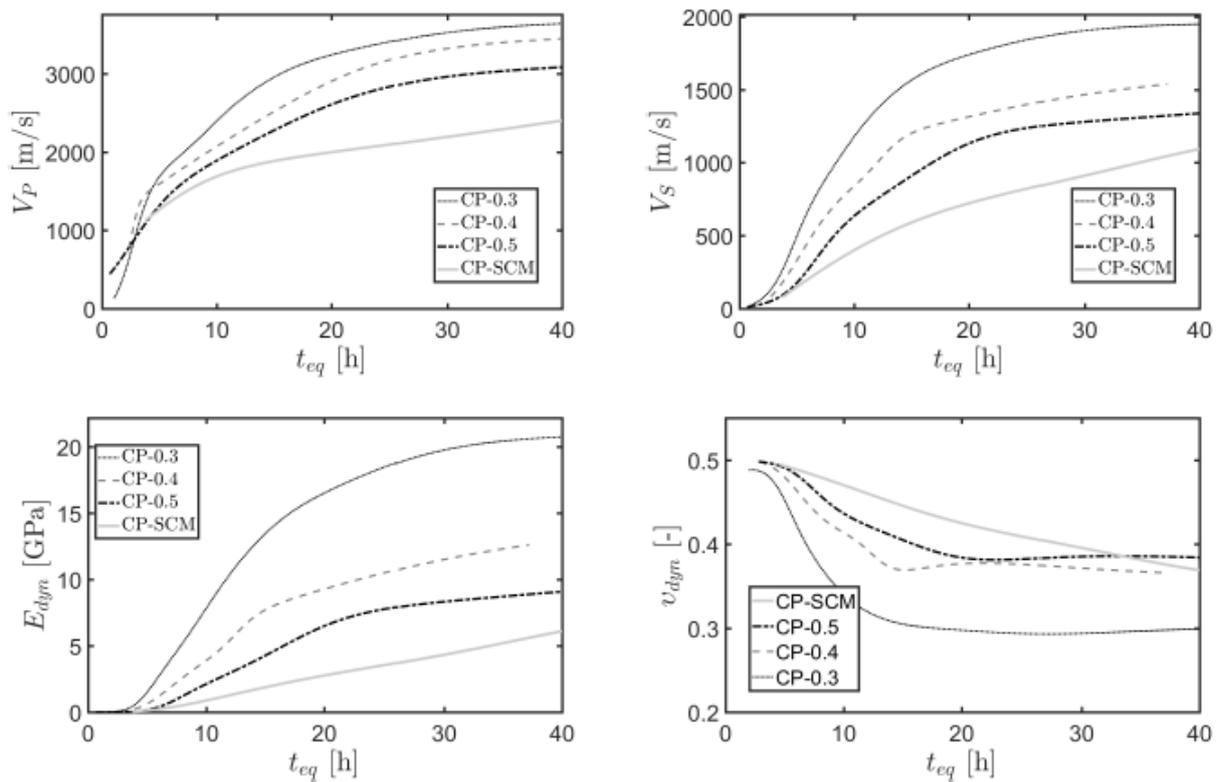


Figure III.1-6 : Evolution de la vitesse des ondes P, de la vitesse des ondes S, du module d'Young dynamique et du coefficient de Poisson dynamique selon différents rapports E/C et avec ou non des additions minérales [Delsaute, 2017].

### III.1.1.1.1.2 Processus de prise

L'analyse de la dérivée des vitesses des ondes P et S et du module d'Young permet de définir 4 périodes durant le processus de prise du matériau comme présenté sur la Figure III.1-7. Ces 4 étapes sont définies par les dérivées de la vitesse des ondes P, de la vitesse des ondes S et du module d'Young. Lors de l'étape 1, une lente augmentation de vitesse des ondes P est d'abord observée, jusqu'à la fin de la période dormante. Ensuite, la vitesse des ondes P augmente jusqu'à une vitesse maximale, ce qui termine la première étape, après quoi les propriétés mécaniques commencent à se développer. Au cours de l'étape 2, les premiers hydrates commencent à précipiter ce qui conduit à une percolation solide progressive. Le début de prise est situé à la transition entre la 2<sup>ème</sup> et la 3<sup>ème</sup> étape. La 3<sup>ème</sup> étape se caractérise par une évolution rapide du module d'Young dynamique. Cela correspond à la prise du matériau. Il est intéressant de noter que l'étape 3 est également caractérisée par l'évolution rapide du coefficient de Poisson dynamique et de la résistance à la pénétration (aiguille de Vicat), en raison de la transition rapide entre un fluide avec des particules en suspension et d'un matériau viscoélastique. La fin de prise est située à la fin de l'étape 3. L'étape 4 correspond au processus de durcissement pendant lequel la quantité de chaleur dégagée ne fait que croître [Carette and Staquet, 2015].

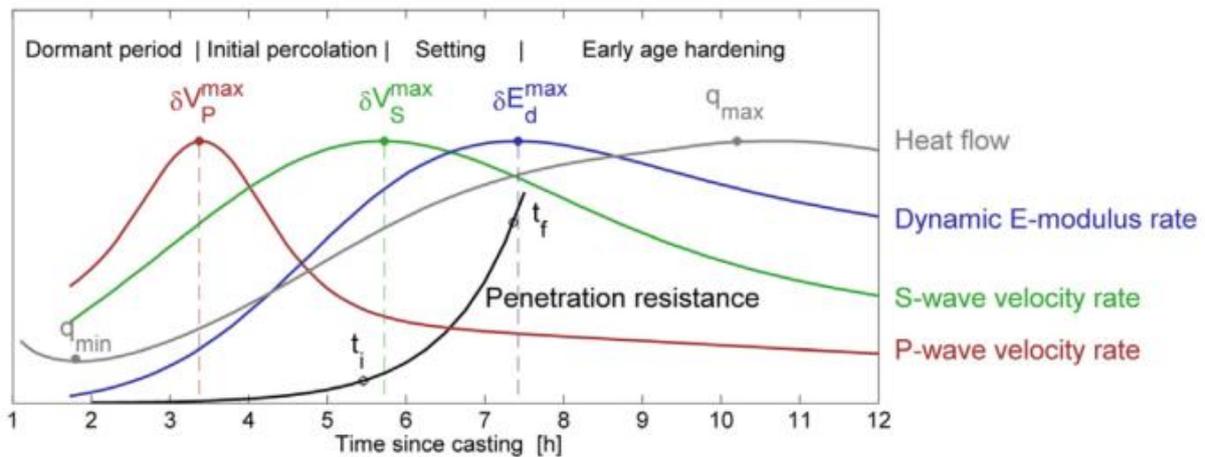


Figure III.1-7 : Définition des 4 étapes lors du processus de prise du matériau à partir des mesures des vitesses des ondes de compression et de cisaillement [Carette and Staquet, 2015].

Delsaute indique que le début de prise du matériau peut être détecté de manière plus précise en considérant le module d'Young et une valeur comprise entre 160 et 200 MPa, malgré la dépendance du module d'Young avec les ondes P, qui elles-mêmes varient selon la teneur à l'état frais du matériau [Delsaute, 2017]. Il pourrait donc être envisagé de considérer le module de cisaillement dynamique G, car celui-ci ne dépend que des ondes S, moins sensibles à la teneur en air à l'état frais du matériau, avec un début de prise pour une valeur de G comprise entre 50 et 70 MPa. Delsaute et Krüger et al. indiquent que le module d'Young dynamique varie linéairement selon la teneur en air à l'état frais. Or la teneur en air varie selon le rapport E/C et la présence d'addition dans le béton. Ainsi, l'augmentation du rapport E/C et la substitution du ciment par des additions minérales ont pour effet d'augmenter la teneur en air et donc de diminuer le module d'Young dynamique du matériau [Delsaute, 2017, Krüger, et al., 2016].

Pour la fin de prise, le maximum de la dérivée du module d'Young semble être le paramètre le plus approprié pour sa détection.

Dans notre étude, le FreshCon a été utilisé et étant donné le diamètre maximal de 22 mm des granulats, il a été décidé de travailler avec un écartement de 75 mm entre l'émetteur et le récepteur. Dans notre cas, les mesures ont été faites selon les intervalles de temps présentés dans le Tableau III.1-1 ci-dessous.

Intervalle de mesure		Fréquence de mesure (min)
0h00	5h30	10
5h30	18h30	5
18h30	151h30	10
151h30	312h00	60

Tableau III.1-1 : Récapitulatif des fréquences de mesures utilisées pour le FreshCon lors de nos essais.

### III.1.1.2. Module statique

Ici sont présentées différentes techniques permettant de suivre l'évolution du module d'Young statique, cependant lors de notre étude, seuls BT JASPE et les essais comme indiqués dans la norme ISO 1920-10 ont été utilisés.

#### III.1.1.2.1.1 Techniques expérimentales

La mesure du module d'Young statique se fait de deux manières : à échéances fixes sur des éprouvettes en béton soumises à 3 cycles de chargement comme indiqué dans la norme ISO 1920-10 [AFNOR, 2010] cf. Figure III.1-8, et en continu à l'aide du dispositif BT JASPE [Boulay, et al., 2013] ou selon l'essai TSTM [Delsaute, et al., 2016].

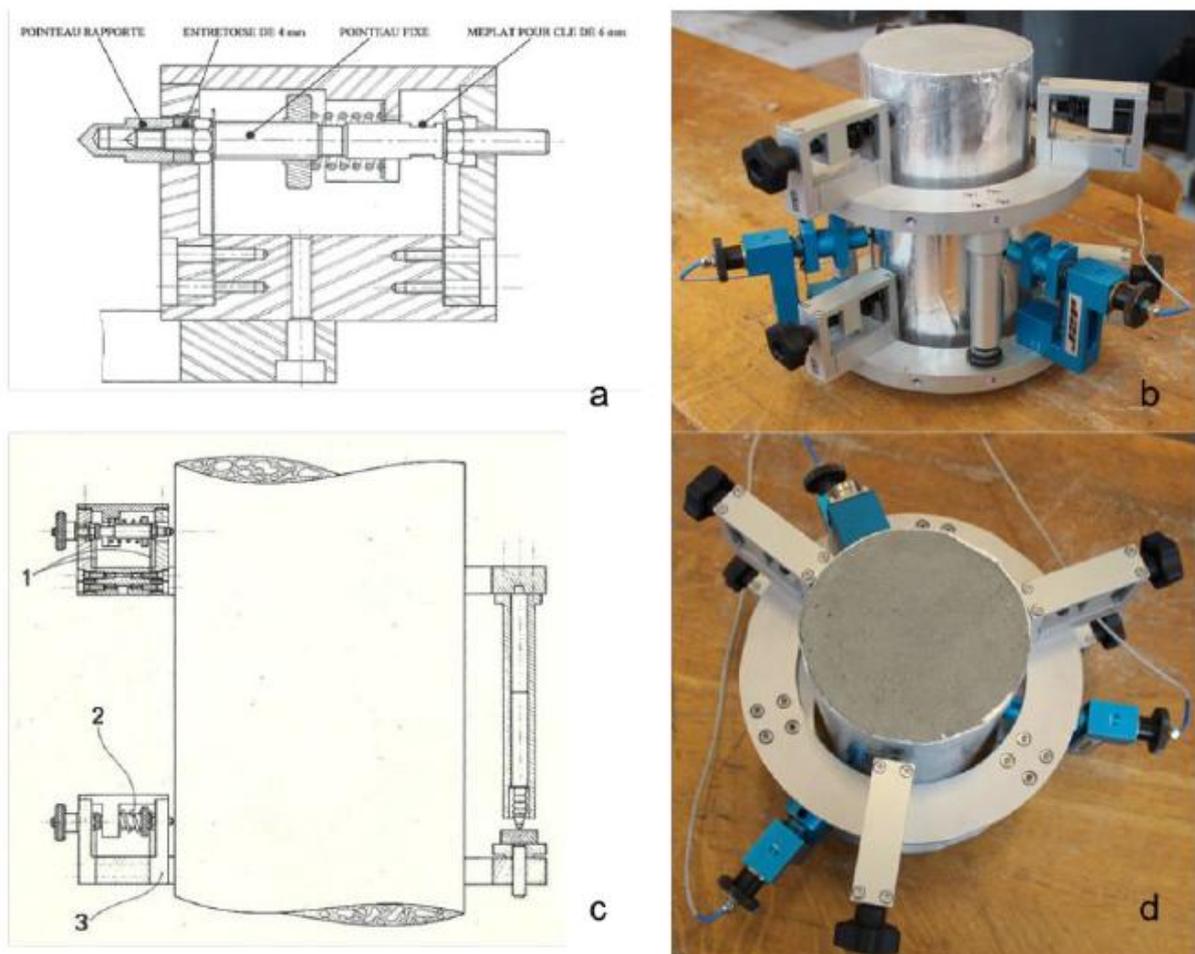


Figure III.1-8 : Instrumentation J2P permettant la mesure du module d'Young et du coefficient de Poisson statiques à échéances fixes par mesure des déplacements longitudinaux et transversaux [Boulay, et al., 2013].

L'ULB-BATir a développé une technique d'analyse en continu permettant de suivre l'évolution du module d'Young à partir de la prise du matériau, en utilisant l'appareil TSTM (Temperature Stress Testing Machine) [Delsaute, et al., 2016]. Dans cet essai, le béton est coulé dans un moule en forme de I, avec d'un côté une partie fixe en acier et de l'autre une partie mobile sur laquelle sera exercé l'effort afin d'imposer un chargement jusqu'à 20 % de la résistance du béton à l'instant  $t$  cf. Figure III.1-9. Le

déplacement est mesuré au milieu de l'éprouvette comme indiqué sur la Figure III.1-9 b à l'aide de capteurs fonctionnant avec des courants de Foucault. Une feuille de plastique est placée entre le moule et le béton afin de limiter les échanges hydriques et de limiter au maximum les frottements générés lors de chaque déplacement. Une régulation thermique est aussi mise en place afin d'être en conditions isothermes. Des mesures sont réalisées toutes les heures. Le module d'Young est ensuite calculé entre 30 et 80 % du chargement imposé lors de chaque essai.

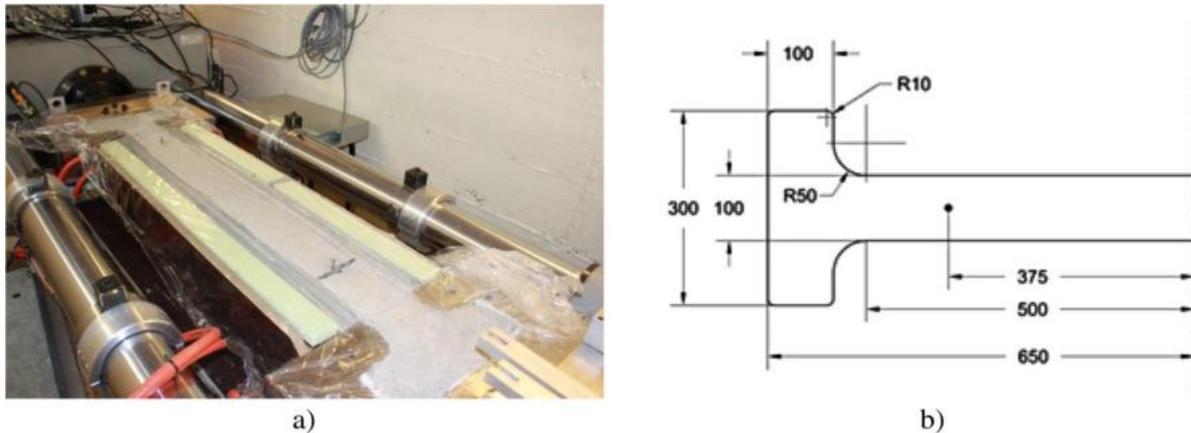


Figure III.1-9 : Instrumentation TSTM pour la mesure du module d'Young statique en continu, a) photo ; b) dimensions de l'échantillon [Delsaute, et al., 2016].

Enfin, la mesure de l'évolution du module d'Young en continu peut se faire par cycles de chargement toutes les 15 minutes d'une éprouvette de béton confinée dans un moule d'acier et dont la température est régulée (circulation d'eau autour du moule). La Figure III.1-10 présente le bâti BT JASPE : le moule fait 100 mm de diamètre interne, 102 mm de diamètre externe et 254 mm de haut. Au centre du moule est placé un thermocouple afin de mesurer la température du béton. Une couche de graisse, préalablement déposée sur les parois du moule, limite le déplacement d'eau et de fines particules présentes dans le béton et facilite également le démoulage. Trois colonnes - sur lesquelles reposent les capteurs de déplacement LVDT (Linear Variable Differential Transformer) - sont fixées à 120° sur la base du moule. Une fois le béton placé à l'intérieur du moule jusqu'à la hauteur d'environ 200 mm, le piston est posé. La présence de trous dans la partie inférieure du piston (cf. Figure III.1-11) permet l'évacuation de l'eau de ressuage afin que le piston soit toujours en contact avec le béton. Cependant, la dessiccation à travers ces trous n'est que minime sous la pression exercée par le piston. Les trois bras en haut du piston permettent de fixer les LVDT permettant le contrôle du déplacement imposé.

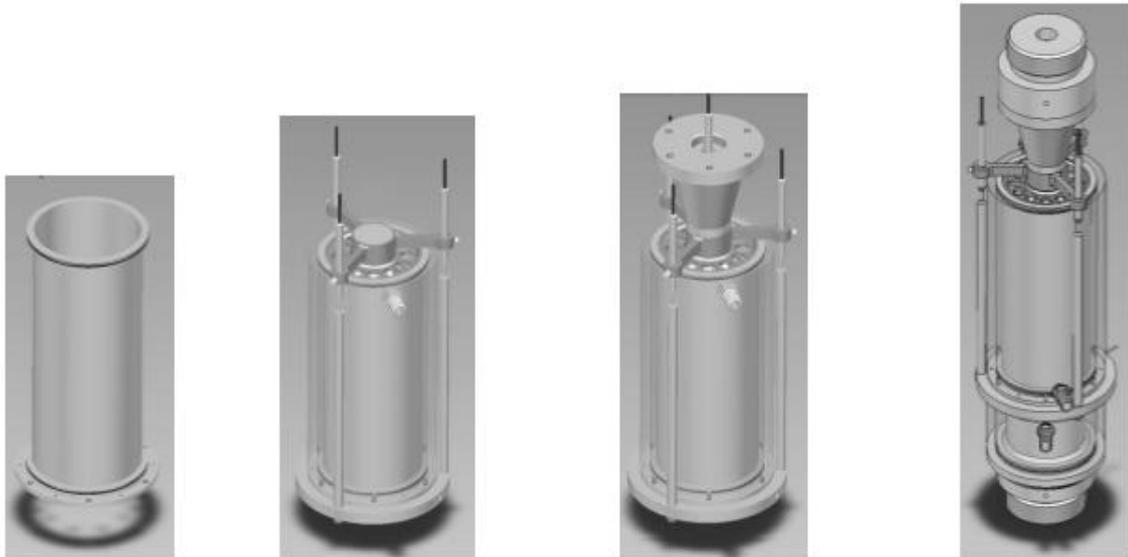


Figure III.1-10 : Bâti de BT JASPE, avec de gauche à droite le moule, l'isolation thermique, le piston et les 3 LVDT, la partie supérieure du support et le support inférieur avec la circulation aqueuse permettant le maintien à température désirée [Boulay, et al., 2013].

Enfin, le support supérieur du montage cf. Figure III.1-10 et Figure III.1-12 permet une détection précise du contact avec l'échantillon lors des cycles de chargement grâce à la tige située à l'intérieur de celui-ci.

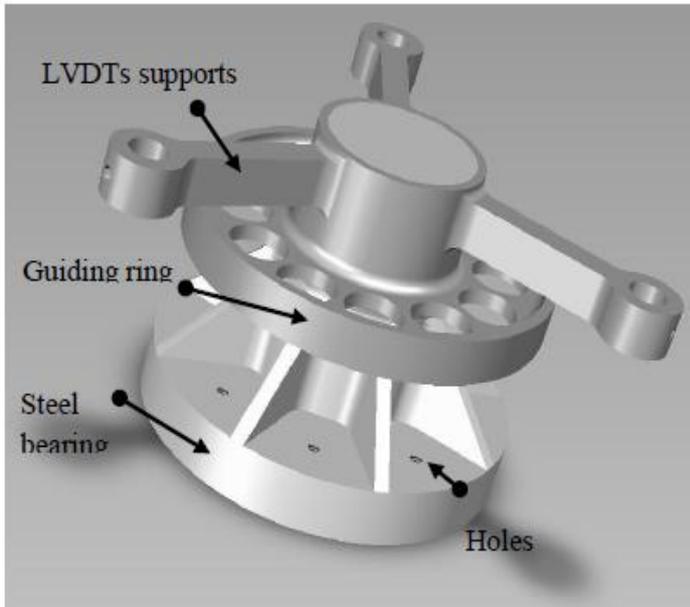


Figure III.1-11 : Piston de BT JASPE posé sur le matériau, permettant le maintien des 3 LVDT pour lesquels des déplacements constants sont imposés [Boulay, et al., 2013].

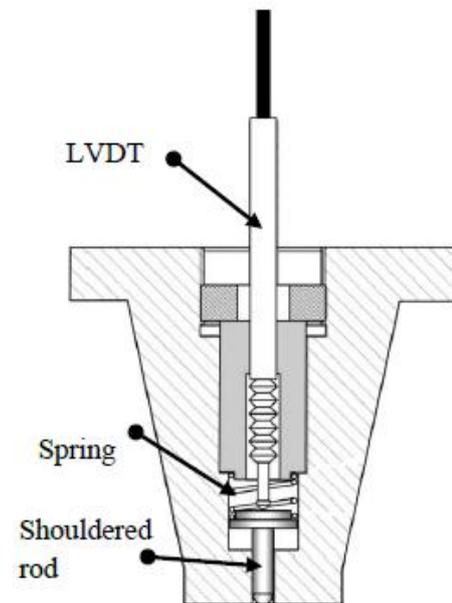


Figure III.1-12 : Coupe du support supérieur du montage, fixé sous la cellule de chargement de la presse [Boulay, et al., 2013].

Etant donné l'utilisation d'un vérin hydraulique fonctionnant avec de l'huile sous pression dont la température peut atteindre 50 °C et situé en dessous du montage, il est nécessaire de limiter la

propagation de la chaleur dans le béton. Pour cela, une circulation d'eau maintenue à 20 °C, autour du support inférieur et reliée à un bain thermostaté est utilisée.

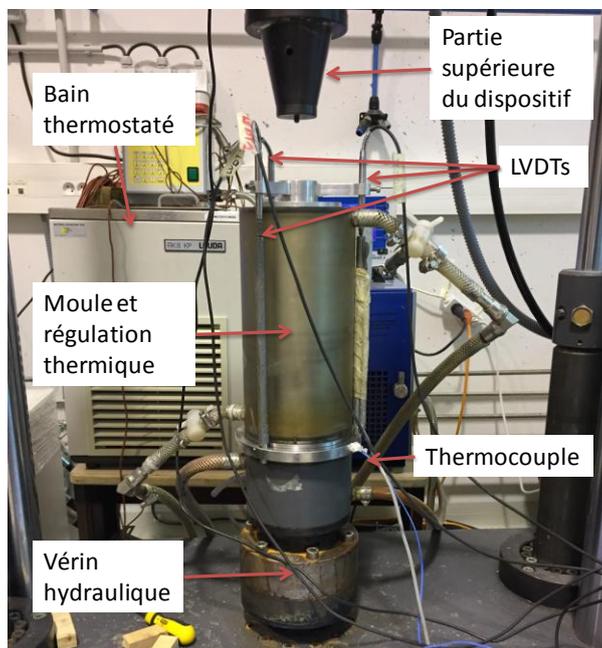


Figure III.1-13 : Dispositif BT JASPE.

Des cycles de chargement sont appliqués toutes les 15 minutes : une approche rapide est réalisée par contrôle du déplacement vérin, puis lorsque le contact entre l'éprouvette et le piston est détecté à l'aide de la tige dans le piston, le déplacement devient contrôlé par les 3 LVDT. Dans notre cas, un déplacement moyen sur les 3 LVDT de  $1 \mu\text{m.s}^{-1}$  pendant 50 secondes est imposé, suivi d'un déchargement. Durant tout l'essai, le temps, la force, le déplacement des 3 LVDT et la température de l'éprouvette sont enregistrés. La Figure III.1-14 montre l'évolution de la force à appliquer pour imposer  $1 \mu\text{m.s}^{-1}$  pendant 50 secondes de déplacement au cours du temps et la Figure III.1-15 montre l'évolution de la force à appliquer selon le déplacement moyen imposé.

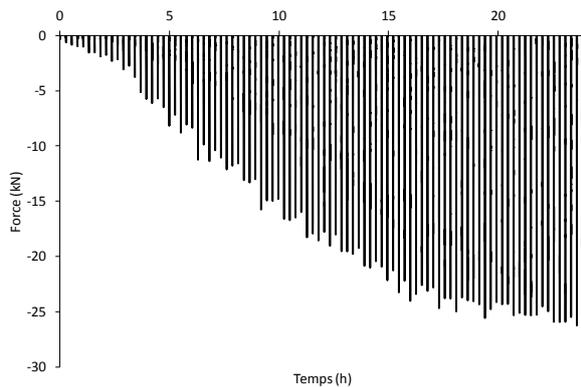


Figure III.1-14 : Evolution de la force à appliquer pour réaliser le déplacement imposé durant l'hydratation du matériau.

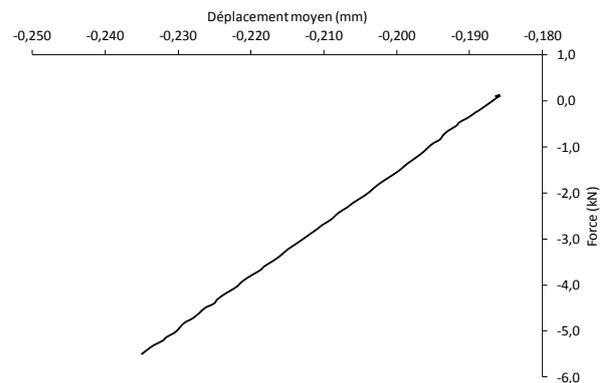


Figure III.1-15 : Evolution de la force à appliquer durant un cycle de chargement pour le déplacement imposé de  $1\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  pendant 50 s.

Après analyse, le module d'Young est obtenu pour chaque cycle de chargement. Tout d'abord, la rigidité du béton est calculée à partir du déplacement moyen sur les 3 LVDT et la force mesurée. Ensuite, et afin de prendre en compte la rigidité du moule et le confinement de l'éprouvette, le module d'Young est obtenu selon les 3 formules ci-dessous (cf. équations III.1-4, III.1-5 et III.1-6) qui prennent en compte la hauteur de l'éprouvette [Baby, 2013]. Une interpolation est faite pour les coefficients de l'équation lorsque la taille de l'éprouvette n'est pas égale à l'une des trois pour lesquelles l'équation est donnée.

$$201 \text{ mm} \quad E_s = 1,08 \cdot 10^{-5} \cdot k^2 + 2,44047 \cdot 10^{-2} \cdot k + 7,22490 \cdot 10^{-2} \quad \text{III.1-4}$$

$$204 \text{ mm} \quad E_s = 1,09 \cdot 10^{-5} \cdot k^2 + 2,48099 \cdot 10^{-2} \cdot k + 6,87589 \cdot 10^{-2} \quad \text{III.1-5}$$

$$208 \text{ mm} \quad E_s = 1,114 \cdot 10^{-5} \cdot k^2 + 2,44047 \cdot 10^{-2} \cdot k + 7,22490 \cdot 10^{-2} \quad \text{III.1-6}$$

Ces équations ont été obtenues par modélisation d'éléments finis, en considérant que le coefficient de Poisson reste constant et égal à 0,2 lors du durcissement du matériau. Ce coefficient ne sera mesuré que sur les éprouvettes 16\*32 à échéances fixes.

Une augmentation franche du module d'Young correspond à la prise mécanique du béton. Cette donnée est importante pour la mesure du retrait endogène sur éprouvette de béton thermostatée afin de ne mesurer que les retraits thermique et endogène et non le retrait dû au tassement du matériau.

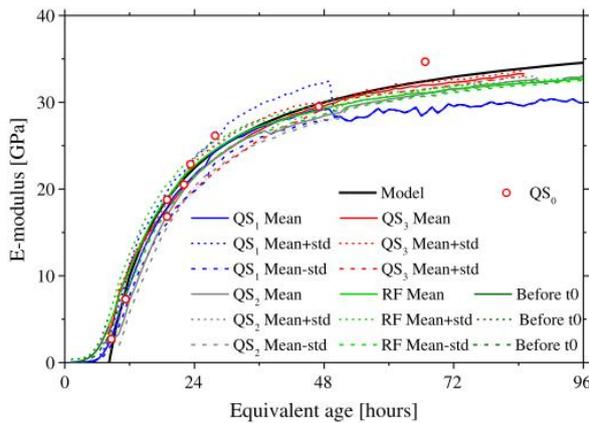


Figure III.1-16 : Comparaison du module d'Young statique mesuré selon la norme ISO 1920-10 ( $QS_0$ ), par BT JASPE avec ou sans moule autour ( $QS_1$  et  $QS_2$ ) et TSTM ( $QS_3$ ) [Delsaute, et al., 2016].

### III.1.1.3. Comparaison du module statique et du module dynamique

Delsaute et al. ont comparé l'évolution des modules statique et dynamique obtenus selon les 3 techniques que nous avons utilisées lors de nos essais : la norme ISO 1920-10 ( $QS_0$ ), à l'aide de BT JASPE ( $QS_1$ ) et du FreshCon ( $HF_1$ ) [Delsaute, et al., 2016].

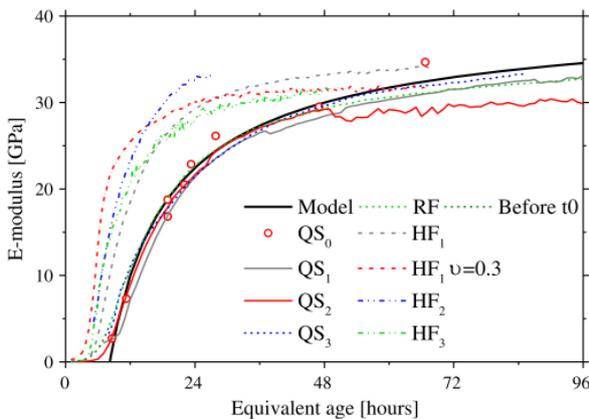


Figure III.1-17 : Comparaison du module d'Young statique ( $QS_0$ ,  $QS_1$ ,  $QS_2$ ,  $QS_3$  et RF) et dynamique ( $HF_1$ ,  $HF_2$  et  $HF_3$ ) mesuré avec différentes techniques [Delsaute, et al., 2016].

Le module d'Young statique est quant à lui influencé par la viscosité du matériau, qui va lors des cycles de chargement provoquer un fluage de celui-ci. Cet effet est encore plus visible au très jeune âge.

### III.1.1.4. Effet des facteurs sur le module d'Young

Delsaute montre l'augmentation du rapport E/C entraîne une légère diminution du module d'Young [Delsaute, 2017], mais de manière moins importante que pour les résistances en compression comme a pu le démontrer Byfors [Byfors, 1980]. En effet, les résistances en compression sont liées aux fissurations à l'interface pâte de ciment-granulats alors que le module d'Young est très dépendant de la quantité et de la rigidité des granulats.

La Figure III.1-16 montre la comparaison entre les 3 types de mesure permettant d'avoir le module d'Young statique. Delsaute et al. montrent une bonne correspondance entre ces 3 mesures, avec un début d'accroissement du module d'Young correspondant à la fin de prise du matériau [Delsaute, et al., 2016]. Au très jeune âge, quelques différences entre les résultats, sûrement dues à la différence de mise en place, sont relevées.

La Figure III.1-17 présente les résultats obtenus. Il est possible de constater que le module d'Young dynamique atteint des valeurs plus élevées et ce, plus rapidement, que le module d'Young statique. Ceci peut être expliqué par deux choses. La mesure du module d'Young dynamique avec le FreshCon est fortement influencée par la densité du béton et des granulats : plus la densité est élevée, plus le module d'Young mesuré est important.

Delsaute montre également que la présence d'addition (50 % de laitier et 25 % de filler calcaire) dans le ciment induit une évolution plus lente des résistances en compression et du module d'Young, mais avec une atteinte de valeurs équivalentes à des bétons gâchés à  $E/C = 0,5$  [Delsaute, 2017]. Ceci est expliqué par la réactivité plus lente du laitier au jeune âge par rapport au ciment Portland. Le coefficient de Poisson quant à lui présente de faibles variations non monotones, et est peu influencé par le rapport  $E/C$ .

### III.1.2. Mesure du fluage propre du matériau

#### III.1.2.1. Définition du fluage propre

Le fluage propre correspond à la déformation d'une éprouvette soumise à un chargement en condition endogène. A noter que la valeur du fluage propre n'est obtenue qu'après avoir soustrait le retrait endogène et la déformation élastique instantanée lors de l'application de la charge, comme détaillé sur la Figure III.1-18.

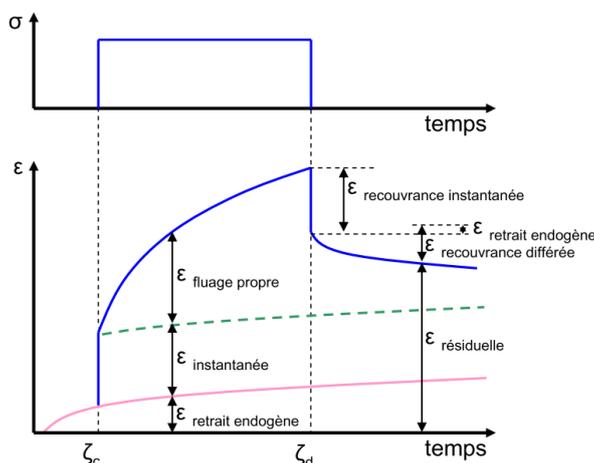


Figure III.1-18 : Décomposition des déformations de fluage propre du béton [Guénot-Delahaie, 1997].

Les modèles de fluage propre sont détaillés dans le chapitre I partie I.1.3.4.2.

#### III.1.2.2. Techniques expérimentales

La mesure du fluage propre du matériau se fait selon diverses techniques en compression, en traction ou en flexion par maintien de chargement pendant un certain temps [Delsaute, 2017, Ranaivomanana, et al., 2013].

La Figure III.1-19 montre un bâti de fluage propre permettant des mesures en compression ou en traction grâce au vérin hydraulique [ASTM, 2014]. Cette technique se fait sur éprouvettes, il est donc nécessaire d'attendre un jour avant de pouvoir les démouler et commencer l'essai.

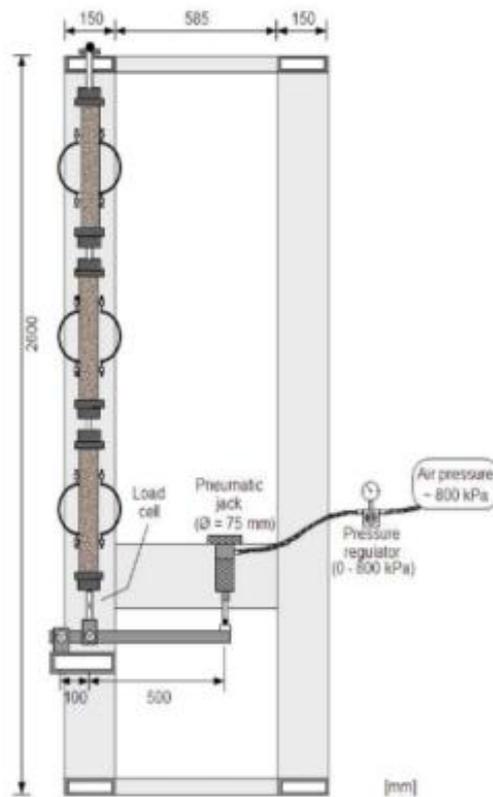


Figure III.1-19 : Bâti de mesure du fluage propre [ASTM, 2014].

Afin d’avoir des mesures dès la prise, il est possible d’utiliser la technique TSTM modifiée ou BT JASPE comme l’indique Delsaute [Delsaute, 2017]. Ces deux techniques ont aussi l’avantage de permettre une régulation thermique. Il faut faire attention à ne pas commencer le maintien de la charge trop tôt par rapport à la prise et au durcissement du matériau pour éviter tout risque d’endommagement.

Dans notre étude, BT JASPE sera utilisée pour mesurer le fluage des matériaux.

### III.1.2.3. Influence des facteurs sur le fluage propre

Plusieurs facteurs semblent influencer l’évolution du fluage propre tel que l’âge et le niveau de chargement, le rapport E/C, la température ou la présence d’addition dans le ciment.

A l’heure actuelle, les phénomènes régissant les déformations de fluage propre ne sont pas encore totalement connus, cependant, plusieurs théories existent pour les expliquer. Au jeune âge, les cinétiques de déformations sont rapides. Il semble donc plausible de dire que les déformations à cet âge sont dues aux mouvements d’eau internes dans la porosité, entraînant ainsi des contractions du squelette solide [Bazant and Wittman, 1982, Ulm and Acker, 1998]. A long terme, ce sont la structure et le comportement des C-S-H qui permettraient d’expliquer le fluage avec une cinétique plus lente. En effet, le glissement des feuillets de C-S-H les uns sur les autres serait responsable des déformations de fluage propre [Acker, 2001, Bernard, et al., 2003, Ulm and Acker, 1998].

Lors de leurs essais, Gutsch et al. ont fait varier l'âge de chargement entre 1 et 7 jours et le ratio initial contrainte/résistance entre 0,50 et 0,70. Ils montrent que la déformation de fluage propre croît avec la diminution de l'âge de chargement et l'augmentation du ratio. Sur la Figure III.1-20, Hanson démontre l'effet de l'âge de chargement sur les déformations de fluage propre [Hanson, 1953].

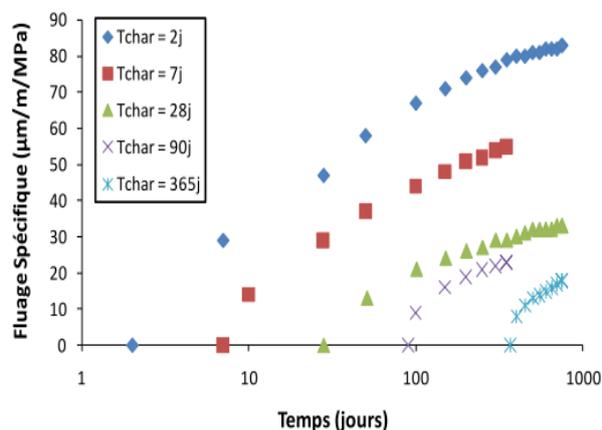


Figure III.1-20 : Déformation de fluage propre en fonction de l'âge de chargement [Hanson, 1953].

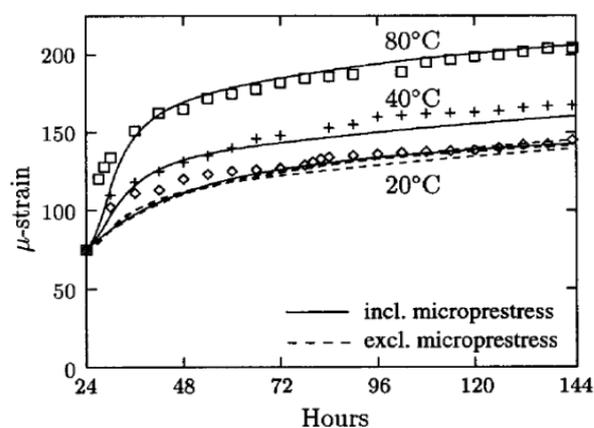


Figure III.1-21 : Effet de la température sur les déformations de fluage propre (incl. et excl. microprestress correspond à la prise en compte ou non des micros contraintes internes [Bazant, et al., 1997]) [Umehara, et al., 1997].

Umehara et al. et Bazant et al. mettent en évidence l'effet de la température sur les déformations de fluage propre : plus la température est élevée, plus le fluage propre est important cf. Figure III.1-21. Ceci est expliqué par deux phénomènes : la température accélère à la fois la rupture entre hydrates et l'hydratation du matériau et donc son vieillissement [Atrushi, 2003, Bazant, et al., 2004, Umehara, et al., 1997].

En plus de l'âge, du taux de chargement et de la température, l'augmentation du rapport E/C implique une augmentation de la déformation de fluage propre. Ceci s'explique par l'augmentation de la porosité avec le rapport E/C et une diminution de sa rigidité, facilitant ainsi le fluage propre du matériau [Kovler, et al., 1999, Østergaard, et al., 2001].

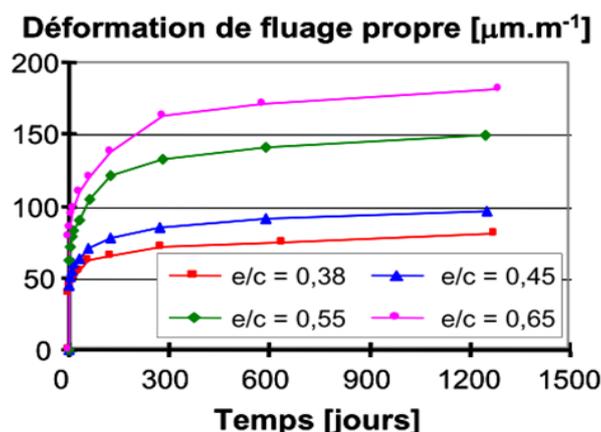


Figure III.1-22 : Déformation de fluage propre pour différents rapports E/C [Kanstad, 1991].

Enfin, la présence d'additions minérales peut aussi avoir des effets sur le fluage propre mesuré. Pane et al. indiquent que l'utilisation de laitier dans le béton diminue la déformation de fluage propre en traction après 30 h de chargement [Pane and Hansen, 2002]. Ceci est expliqué par l'hydratation lente du laitier, qui de ce fait, ralentit la cinétique d'hydratation du béton. Delsaute indique que tant que la laitier n'a pas réagi (degré d'hydratation du ciment inférieur à 0,45 pour des ciments substitués à 75 % de laitier), le fluage du matériau évolue rapidement et que ce n'est qu'après hydratation du laitier que le fluage ralentit [Delsaute, 2017].

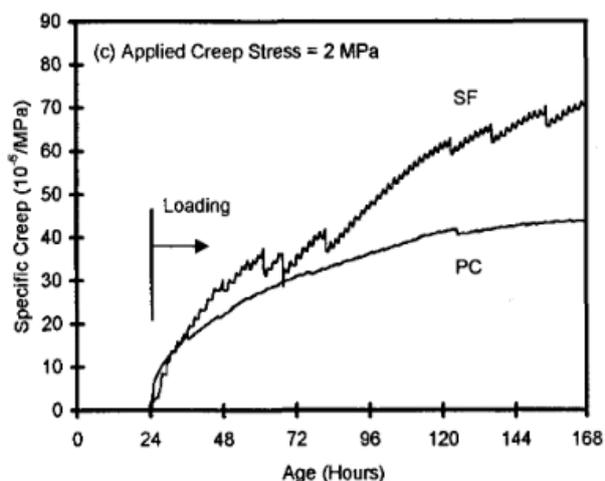


Figure III.1-23 : Comparaison de l'évolution du fluage propre en traction en fonction du temps pour un chargement de 2 MPa pour des bétons avec et sans fumée de silice [Kovler, et al., 1999].

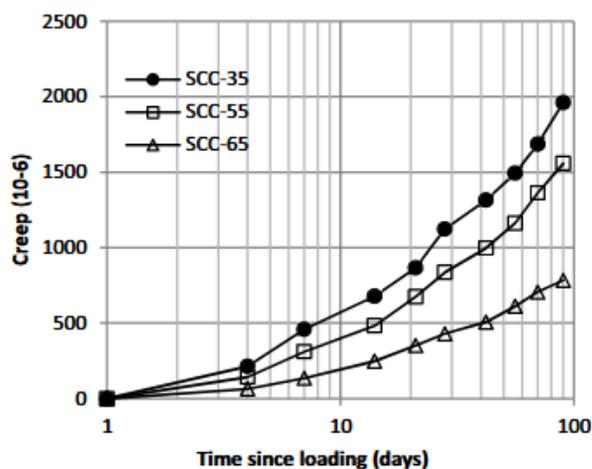


Figure III.1-24 : Evolution du fluage propre en traction en fonction du temps pour différents pourcentages de cendres volantes incorporés dans le béton [Kristiawan and Nugroho, 2017].

L'utilisation de fumée de silice dans le béton est connue pour engendrer une microstructure plus dense et donc un fluage propre plus faible, cependant Kovler et al. ainsi que Bissonnette et Pigeon montrent qu'au jeune âge, la présence de fumée de silice dans le béton génère des déformations de fluage propre plus importantes que pour un béton contenant du ciment Portland, sans pour autant pouvoir l'expliquer cf. Figure III.1-23 [Bissonnette and Pigeon, 1995, Kovler, et al., 1999]. Enfin, Wang et al. et Kristiawan et al. indiquent que la présence de cendres volantes dans le béton diminue le fluage propre de celui-ci cf. Figure III.1-24, expliqué comme avec l'utilisation du laitier et le ralentissement des réactions d'hydratation [Kristiawan and Nugroho, 2017, Wang, et al., 2011].

Pour expliquer ces phénomènes de fluage propre, il existe principalement deux théories. Au jeune âge, les déformations seraient dues à des mouvements d'eau internes au sein des pores capillaires. D'après Ulm et Acker, ces phénomènes s'expliquent par la transmission des contraintes appliquées par les hydrates à l'eau, libre de se déplacer, entraînant ainsi une contraction du squelette solide [Ulm and Acker, 1998]. Sur le long terme, les cinétiques sont plus lentes, ce qui implique la formation de déformations irréversibles. D'après Acker et Ulm, ceci est dû à la composante visqueuse des feuilletts de C-S-H qui sont soumis à des contraintes de cisaillement [Acker and Ulm, 2001].

Le fluage propre dépend aussi du niveau de chargement et si les contraintes appliquées génèrent de la compression ou de la traction [Briffaut, 2010].

En cas de compression, les déformations de fluage propre sont d'abord proportionnelles à la contrainte lorsque le taux de chargement est inférieur de 30 à 50 % de la résistance en compression. Ensuite, le

comportement devient non linéaire : la déformation de fluage propre est plus élevée que celle prédite par la théorie de la viscoélasticité linéaire. Enfin, lorsque la contrainte dépasse 80 % de la résistance en compression, il suffit de quelques minutes pour avoir rupture du matériau : c'est le fluage tertiaire. Dans le cas de la traction, les comportements mis en jeu ont moins été étudiés. La complaisance – exprimant la relation entre les déformations de fluage propre et la contrainte moyenne appliquée - du fluage propre augmente fortement dès lors que la contrainte appliquée dépasse 60 % de la résistance en traction, sans doute en raison d'un couplage avec l'endommagement du matériau.

### III.1.3. Mesure de retrait

#### III.1.3.1. Retrait sur éprouvette

La mesure du retrait sur béton est réalisée sur des éprouvettes à 2 jours, 7 jours, 28 jours, 91 jours et un an selon la norme NF P 18-427 [AFNOR, 1996]. Les éprouvettes sont conservées dans du papier aluminium pour limiter au maximum la dessiccation. Cette technique d'analyse ne permet de mesurer le retrait du matériau qu'à partir de 24 h. L'absence de données pendant cet intervalle de temps est palliée par les essais BT JADE en continu.

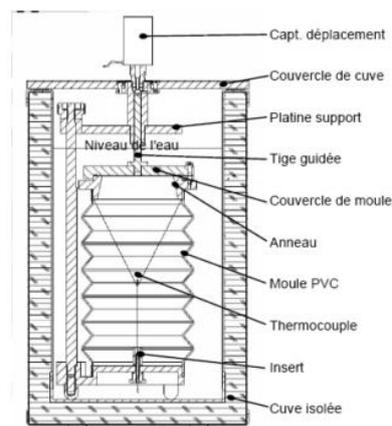
#### III.1.3.2. Retrait endogène

##### III.1.3.2.1. Technique expérimentale

Pour les bétons fabriqués, des mesures de retrait endogène sont effectuées, et cela sans échange hydrique avec l'extérieur, sans variation de température et sans gêne au niveau du contact support-échantillon. De ce fait, la technique la plus propice est celle développée par Boulay au LCPC : BT JADE (Béton Jeune Age : Déformations Endogènes) cf. Figure III.1-25, suite à une amélioration du système mis au point par Baron [Laplante and Boulay, 1994].



(a)



(b)

Figure III.1-25 : Banc de mesure du retrait endogène développé par Boulay au LCPC (a) et le schéma du dispositif de mesure (b) [Boulay, 2007].

Le dispositif expérimental de retrait linéique vertical est plongé dans un bain thermostaté pour limiter les variations de température. Un capteur de déplacement enregistre le déplacement relatif des deux platines ancrées aux extrémités de l'éprouvette. Afin de limiter les frottements et donc de mieux capter

les déformations au jeune âge, un moule en caoutchouc type accordéon est utilisé. A noter que la température de l'éprouvette est mesurée afin de vérifier que le gradient de température est faible dans le béton et si nécessaire, de pouvoir soustraire la déformation d'origine thermique pour accéder à la valeur de la déformation endogène. À partir de cette technique, il est possible de mesurer le coefficient de dilatation thermique du matériau, par augmentation de la température.

Comme le montre Boulay, l'analyse des données dépend fortement du temps  $t_0$  à partir duquel on considère que les déformations mesurées correspondent réellement à du retrait ou du gonflement du matériau et pas seulement à un tassement sous son propre poids [Boulay, 2007]. Plus le temps  $t_0$  est grand, plus les déformations mesurées sont faibles cf. Figure III.1-26.

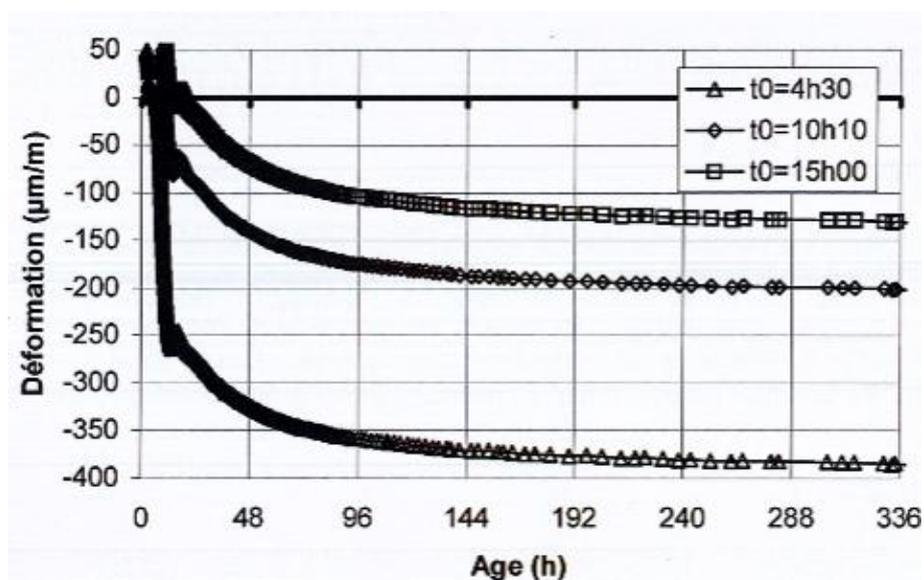


Figure III.1-26 : Influence de la sélection du  $t_0$  sur les mesures de déformations endogènes [Boulay, 2007].

La Figure III.1-27 montre le type d'évolution de déformations endogènes qu'il est possible de mesurer avec BT JADE et la Figure III.1-28 un zoom entre 0 et 30 h sur le retrait endogène mesuré. On remarque 3 étapes : (I) un tassement granulaire sous le propre poids du matériau, (II) suivi d'un léger gonflement, et enfin (III) un retrait important et rapide suivi d'une stabilisation. A noter que la 3<sup>ème</sup> étape peut aussi correspondre à un gonflement selon la formulation du béton testée.

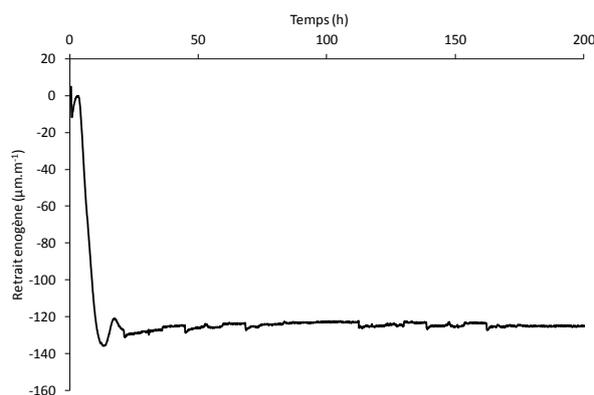


Figure III.1-27 : Evolution du retrait endogène mesuré avec BT JADE sur 7 jours pour la formulation B3.

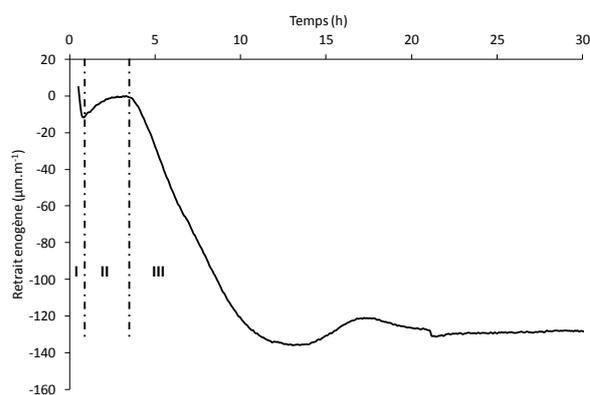


Figure III.1-28 : Zoom sur la mesure de retrait endogène du béton B3 entre 0 et 30h.

Au départ, le béton n'est pas encore assez structuré et durci pour pouvoir supporter son propre poids d'où le tassement granulaire mesuré au début de l'essai. Stefan et al. indiquent que le gonflement détecté au début de la mesure après le tassement granulaire, correspond à la réabsorption de l'eau de ressuage [Stefan, et al., 2018]. D'après Lura et Jiang et al., ce gonflement par réabsorption de l'eau de ressuage est surtout visible lorsque le béton contient du laitier ou des cendres volantes [Jiang, et al., 2005, Lura, 2003]. Le deuxième gonflement observé peut être expliqué par la formation d'ettringite et/ou de portlandite [Baroghel-Bouny, et al., 2006, Briffaut, 2010, Sant, 2012].

Ainsi, dans la thèse, nous avons décidé de prendre le  $t_0$  au maximum de chaque pic de gonflement dû à la réabsorption de l'eau de ressuage.

### III.1.3.2.2. Influence des facteurs sur le coefficient de dilatation thermique

A partir d'essais réalisés avec une température variable, Delsaute calcule le coefficient de dilatation thermique (CDT) au cours du temps pour différents bétons gâchés selon 3 rapports E/C ou contenant 50 % de laitier et 25 % de filler calcaire cf. Figure III.1-29. Avant la prise, le CDT est très élevé, ce qui correspond au CDT d'un matériau liquide de l'ordre de  $100-200 \mu\text{m.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ . Cependant, ces valeurs ne sont pas montrées sur la Figure III.1-29 étant donné les artefacts potentiellement mesurés avant la prise du matériau (tassement et sédimentation). Ensuite, lors de la prise, une importante décroissance du CDT est observée, jusqu'à atteindre une valeur minimale entre 7 et  $10 \mu\text{m.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ . Enfin, le CDT réaugmente jusqu'à la valeur de  $10-14 \mu\text{m.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ . Cette augmentation est expliquée par la baisse de l'humidité relative dans le matériau [Bjøntegaard, et al., 2004]. De manière générale, l'augmentation du rapport E/C induit une décroissance du CDT du béton due à la dilution des réactifs. La substitution du ciment par du laitier et du filler calcaire entraîne quant à elle une augmentation du CDT. Le moment auquel le CDT est minimal dépend de la composition du béton : plus le rapport E/C sera faible, plus ce minimum sera proche du temps de prise ; plus le béton sera substitué en addition lente à réagir, plus le minimum sera éloigné du temps de prise. Enfin, plus le rapport E/C sera faible, plus la valeur finale du CDT sera grande [Delsaute, 2017]. Torrenti indique que la température n'a que peu d'influence sur le CDT, contrairement au degré d'hygrométrie [Torrenti, 1996].

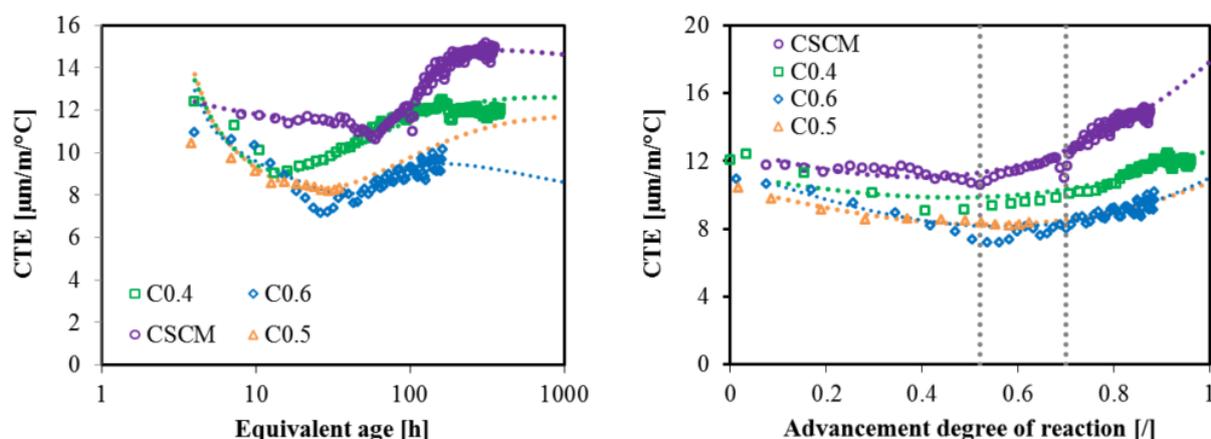


Figure III.1-29 : Evolution du coefficient de dilatation thermique au cours du temps et selon le degré d'avancement de la réaction pour 3 bétons gâchés à différents rapport E/C ou contenant 50 % de laitier et 25 % de filler calcaire [Delsaute, 2017].

Delsaute et al. modélisent le coefficient de dilatation thermique en fonction du temps équivalent avec un premier terme en exponentiel et un second inversement proportionnel au temps équivalent cf. équation III.1-7 [Delsaute, et al., 2016] :

$$\alpha_c(t_{eq}) = \alpha_c(t_{eq} = \infty) \cdot \exp\left(-\left(\frac{p_\alpha}{t_{eq}}\right)^{r_\alpha}\right) + \frac{\tau_\alpha}{t_\alpha + t_{eq}} \quad \text{III.1-7}$$

$\alpha_c(t_{eq} = \infty)$	$p_\alpha$ (h)	$r_\alpha$	$\tau_\alpha$ (h)	$t_\alpha$ (h)
6,94	-0,94	-10,48	1,00	-11,70

Tableau III.1-2 : Récapitulatif des valeurs des coefficients utilisés dans l'équation III.1-7 [Delsaute, et al., 2016].

### III.1.3.2.3. Influence des facteurs sur les déformations endogènes

En effet, plusieurs auteurs ont montré l'influence de la température de cure, du rapport E/C et de la présence d'additions dans le béton. Loukili et al. et Jensen et al. montrent que l'augmentation de la température de conservation de l'échantillon accroît le retrait endogène mesuré [Jensen and Hansen, 1999, Loukili, et al., 2000]. Loukili et al. observent une multiplication par 1,8 du retrait endogène mesuré en isotherme à 20 °C et une évolution de température classique lors de l'hydratation du matériau avec un pic thermique à 46 °C. En fait, toute modification de la température induit une variation de l'humidité relative interne et une dépression capillaire, ce qui entraîne de ce fait, des variations volumiques. Bjontegaard et al. montrent également que l'augmentation de la température (pic thermique) induit une augmentation du retrait endogène, mais contrairement à Lura et al., ne constatent pas que la température de cure influence le retrait endogène après 7 jours [Bjontegaard, et al., 2004, Lura, et al., 2001]. En effet, c'est surtout la cinétique du retrait au jeune âge qui est impacté par la température de cure, avec la formation des hydrates et des pores [Lura, et al., 2001]. Mounanga et al. quant à eux, indiquent que l'augmentation de la température de cure isotherme conduit à une augmentation du retrait endogène, jusqu'à une certaine température (40 °C) au-delà de laquelle la structure des hydrates est modifiée lors de l'hydratation, induisant ainsi un comportement différent [Mounanga, et al., 2006].

Jiang et al. montrent que la diminution du rapport E/C augmente le retrait endogène et accélère son développement [Jiang, et al., 2005]. La Figure III.1-30 présente l'évolution du retrait endogène au cours du temps pour un ciment Portland selon différents rapports E/C curés à  $30 \pm 2$  °C. En effet, un faible rapport E/C induit une humidité relative interne du matériau faible, ce qui augmente l'auto-dessiccation et les tensions capillaires. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Lura [Lura, 2003] et Tazawa et Miyazawa [Tazawa and Miyazawa, 1995]. Delsaute montre également que l'augmentation du rapport E/C peut entraîner le gonflement du matériau au jeune âge avant que le retrait dû à l'hydratation du matériau n'ait lieu [Delsaute, 2017].

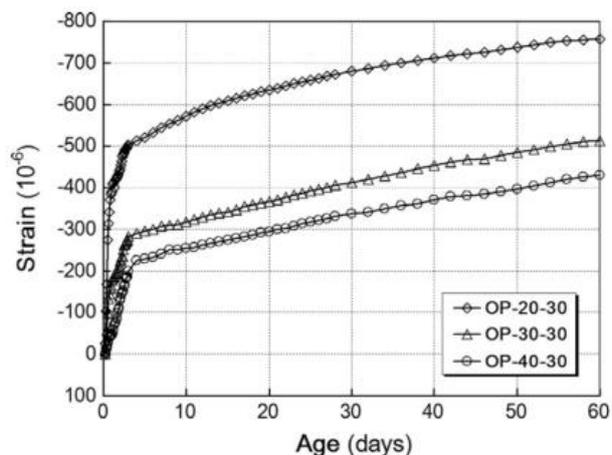


Figure III.1-30 : Evolution du retrait endogène de 3 pâtes de ciment Portland dont le rapport E/C varie de 0,20 à 0,40 en fonction du temps, T = 30 °C [Jiang, et al., 2014].

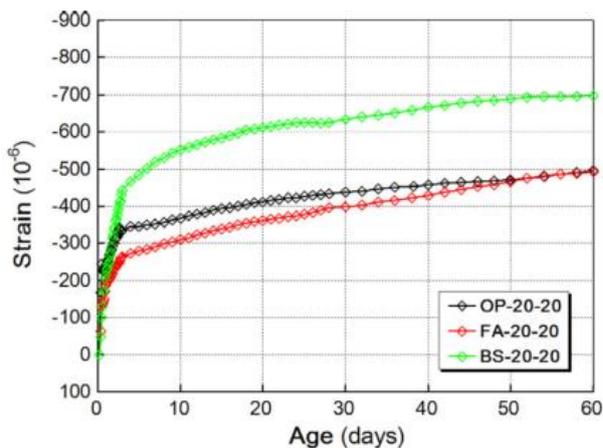


Figure III.1-31 : Evolution du retrait endogène pour 3 pâtes de ciment contenant respectivement 100 % de ciment Portland (OP), 35 % de cendres volantes (FA) et 50 % de laitier (BS), E/C = 0,20, T = 20 °C [Jiang, et al., 2014].

Il est aussi possible de voir que plusieurs auteurs se sont penchés sur la question de l'effet d'additions dans les bétons sur le retrait endogène. Jiang et al. montrent que la présence de laitier induit le développement d'un retrait endogène plus important par rapport à un ciment Portland alors que l'utilisation de cendres volantes diminue le retrait endogène du matériau cf. Figure III.1-31 [Jiang, et al., 2005]. L'augmentation du retrait endogène pour des matériaux contenant du laitier peut être expliquée par un retrait chimique et donc une dessiccation interne et le développement de tensions capillaires plus importants. De plus, l'utilisation de laitier dans le béton diminue la taille de la porosité : ces bétons ont une humidité interne plus faible et donc des tensions capillaires plus élevées [Lim and Wee, 2000]. Au contraire, les cendres volantes, de par leur lente réactivité, impliquent une diminution de l'humidité relative plus lente par rapport à un ciment Portland et donc un retrait endogène moindre [Tazawa and Miyazawa, 1995]. Delsaute indique que la présence de laitier et de filler calcaire induit généralement un gonflement, mais ces deux phénomènes – retrait et gonflement - ont lieu avec des cinétiques et des amplitudes différentes [Delsaute, 2017]. De plus, le développement du retrait endogène pour des matériaux contenant du laitier, des cendres volantes ou du filler calcaire, peut être un peu décalé dans le temps étant donné la réactivité plus lente de ces matériaux par rapport à un ciment Portland [Bouasker, et al., 2008].

Delsaute et al. modélisent les déformations endogènes en fonction du degré d'hydratation avec deux termes puissance, l'un correspondant au gonflement et l'autre au retrait cf. équation III.1-7 [Delsaute, et al., 2016] :

$$\varepsilon_{endo}(\xi) = B_g(\xi + \xi_g)^{a_g} + B_r(\xi + \xi_r)^{a_r} \quad \text{III.1-8}$$

$B_g$ ( $\mu\text{m.m-1}$ )	$\xi_g$	$a_g$	$B_r$ ( $\mu\text{m.m-1}$ )	$\xi_r$	$a_r$
6605	0,45	-0,67	-6264	0,51	0,72

Tableau III.1-3 : Récapitulatif des valeurs des coefficients utilisés dans l'équation III.1-8 [Delsaute, et al., 2016].

### III.1.3.3. Fissuration du béton

La maîtrise de la fissuration du béton au jeune âge est un problème majeur dans le développement de structures massives. La fissuration précoce, due à un retrait gêné, est la plus pénalisante pour le béton et sa durabilité car elle donne des fissurations traversantes.

Etant donné l'exothermie des réactions d'hydratation, la difficulté d'évacuation de la chaleur au cœur des pièces massives en béton reste la principale cause de fissuration du béton. En effet, dans le cas où la température augmente trop dans le béton, la prise se fait à chaud, ce qui implique un retrait thermique gêné et donc un risque important de fissuration. La connaissance de la température maximale atteinte au cœur de la pièce et le gradient de température entre le cœur et la surface permet l'estimation du risque de fissuration.

Le risque de fissuration va aussi être influencé par l'évolution du module d'Young, des résistances en traction et du fluage du béton. En effet, plus le béton va se rigidifier vite, plus les déformations seront gênées, ce qui va entraîner le développement de contraintes dans le matériau. Si ces contraintes dépassent les résistances en traction du béton, alors il y a un potentiel risque de fissuration de celui-ci.

Afin d'étudier ce risque, un nouvel essai a été développé et testé : l'essai à l'anneau avec un retrait thermique gêné.

## III.1.4. Essai à l'anneau – retrait thermique gêné – BT-Ring

### III.1.4.1. Etat de l'art

Il existe plusieurs types d'analyse permettant la mesure du retrait thermique gêné comme les essais linéiques qui consistent à exercer sur l'éprouvette une force opposée aux déformations (retrait ou gonflement) subies par le matériau et ainsi les annuler. Cette technique permet de commencer les mesures dès la fin du malaxage et a principalement été utilisée par Toma et al. [Toma, et al., 1999] et Charron [Charron, 2003]. Il est aussi possible d'effectuer des essais en plaques pour simuler des dalles de béton avec des reprises de bétonnage ou des couches minces de mortier [Banthia, et al., 1996]. Enfin, la méthode d'essai TSTM – développée dans la partie III.1.1.1.1 de ce même chapitre - peut aussi être utilisée afin de mesurer le retrait thermique gêné, malgré les difficultés d'analyse à réaliser après mesures [Springenschmid, et al., 1994].

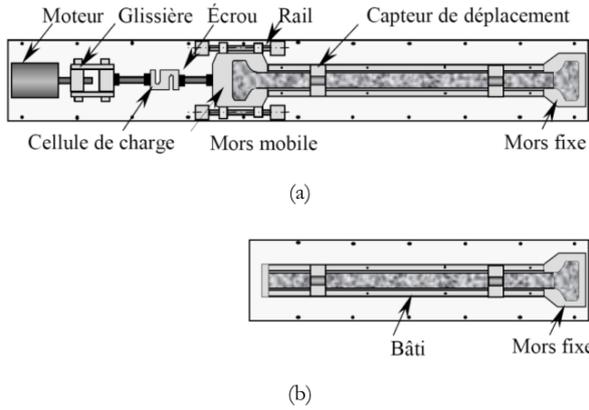


Figure III.1-32 : Schématisation générale de l'appareil de retrait gêné à déformation différée contrôlé en température, avec le retrait gêné en (a) et retrait libre en (b) [Charron, 2003].

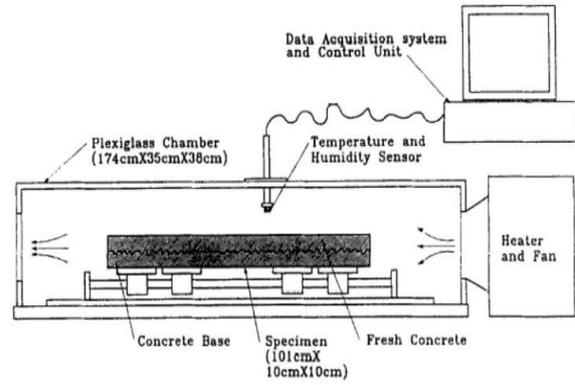


Figure III.1-33 : Schéma d'un dispositif de retrait empêché de type plaques [Banthia, et al., 1996].

L'essai de retrait gêné le plus utilisé reste celui à l'anneau. Il a été créé à l'origine pour observer la fissuration du béton coulé sur un cœur rigide [Carlson and Reading, 1988]. Cette technique a l'avantage de ne pas nécessiter l'application d'une force pour compenser les déformations subies par le matériau grâce au moule en métal [Shah and Grzybowski, 1989]. Weiss et Shah ont mis en avant l'influence de la géométrie de l'anneau et de son épaisseur sur la fissuration [Weiss and Shah, 2002]. Lorsque l'éprouvette se contracte, l'anneau métallique s'y oppose en générant une contrainte orthoradiale de traction dans le béton.

Selon les équations III.1-9 et III.1-10 et en conditions isothermes, Messan a défini des critères d'uniformité (A1) et d'uniaxialité (A2) – critères purement géométriques [Messan, 2006].

$$A1 = \frac{\sigma_{\theta\theta}(R_i)}{\sigma_{\theta\theta}(R_e)} - 1 = \frac{1}{2} \left( \frac{R_e^2}{R_i^2} - 1 \right) \quad \text{III.1-9}$$

$$A2 = \left| \frac{\sigma_{rr}(R_i)}{\sigma_{\theta\theta}(R_i)} \right| = \left| \frac{R_i^2 - R_e^2}{R_i^2 + R_e^2} \right| \quad \text{III.1-10}$$

Avec  $R_i$  le rayon interne de l'anneau en béton,  
 $R_e$  le rayon externe de l'anneau en béton,  
 $\sigma_{\theta\theta}$  la contrainte orthoradiale,  
 $\sigma_{rr}$  la contrainte radiale.

D'après Hossein et Weiss, il est possible de calculer les contraintes orthoradiales selon l'équation III.1-11.

$$\sigma_{actual-max} = -\varepsilon_{brass}(t) \cdot E_b \cdot \frac{R_{OB}^2 + R_{OC}^2}{R_{OC}^2 - R_{OB}^2} \cdot \frac{R_{OB}^2 - R_{IB}^2}{2R_{OB}^2} \quad \text{III.1-11}$$

Avec  $\sigma_{actual-max}$  la contrainte maximale,  
 $\varepsilon_{brass}$  la déformation de l'anneau métallique enregistrée sur le rayon interne,  
 $E_b$  le module d'Young du métal utilisé,  
 $R_{OB}$  le rayon interne de l'anneau métallique,  
 $R_{OC}$  le rayon externe de l'anneau en béton,  
 $R_{IB}$  le rayon interne de l'anneau métallique.

A noter que dans cette formule, l'évolution thermique et le fluage du béton sont prises en compte. L'essai à l'anneau peut être passif ou actif, c'est-à-dire qu'en plus des contraintes de traction dues au retrait empêché, des contraintes de traction dues à l'expansion de l'anneau sont ajoutées, soit par la création d'une pression interne en gardant la géométrie de l'anneau d'après Haouas [Haouas, 2007], soit en utilisant un noyau rigide d'après Messan [Messan, 2006].

Afin de mieux prédire le comportement et la fissuration des ouvrages massifs au jeune âge, Briffaut a mis au point l'essai à l'anneau de retrait gêné thermique actif. Cet essai consiste à créer des contraintes de traction dans l'anneau en béton par dilatation de l'anneau en laiton à la suite d'une augmentation de la température, obtenue par circulation d'un fluide thermostaté à l'intérieur [Briffaut, 2010]. Le laiton ayant un coefficient de dilatation thermique supérieur à celui du béton ( $18,5 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  contre  $8-10 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ), la dilatation du laiton est empêchée par le béton, ce qui crée des contraintes de compression dans le laiton et des contraintes de traction dans le béton. Des jauges de déformation sont placées à l'intérieur de l'anneau en laiton, ainsi que des sondes de température à l'intérieur du béton.

En général, l'essai à l'anneau se pratique en conditions isothermes [Pertué, 2008]. Schlitter et al. ont développé un nouvel essai à l'anneau qui, contrairement à l'essai normé ASTM 1581-09 [ASTM, 2004], se fait à une température non isotherme [Schlitter, et al., 2010]. Cet essai met en jeu deux anneaux en invar, dont le coefficient de dilatation est inférieur à celui du béton ( $2 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ), et une régulation thermique par tube en cuivre situé sous l'anneau, qui permet de faire varier la température au cours de l'essai. La Figure III.1-34 montre le schéma de l'essai à l'anneau avec le positionnement des jauges et la Figure III.1-35 montre l'isolation thermique de l'essai.

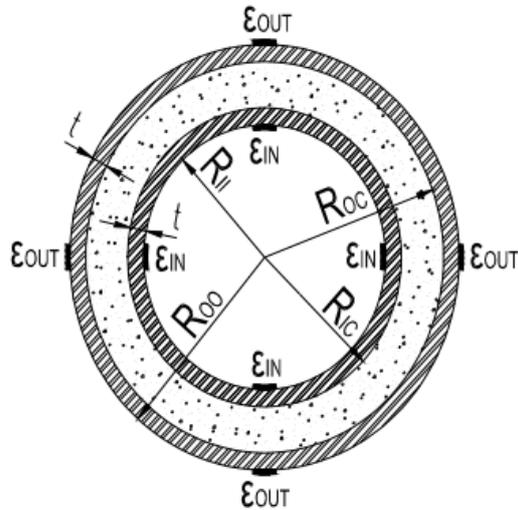


Figure III.1-34 : Schéma de l'essai à l'anneau en invar avec le positionnement des jauges de déformations [Schlitter, et al., 2010].



Figure III.1-35 : Photographie du dispositif d'isolation thermique de l'anneau [Schlitter, et al., 2010].

Les déformations sont mesurées au cours du temps. La pression induite dans les anneaux interne et externe est calculée à partir des déformations et en est ensuite déduit la contrainte développée dans le mortier cf. équations III.1-12 à III.1-14. Les notations utilisées sont celles présentées sur la Figure III.1-34.

$$P_{in} = -\varepsilon_{in} \cdot E_{invar} \cdot \left( \frac{R_{IC}^2 - R_{II}^2}{2R_{IC}^2} \right) \quad \text{III.1-12}$$

$$P_{out} = \varepsilon_{out} \cdot E_{invar} \cdot \left( \frac{R_{OO}^2 - R_{OC}^2}{2R_{OC}^2} \right) \quad \text{III.1-13}$$

$$\sigma_{\theta}(R_{IC}) = P_{in} \cdot \left( \frac{R_{OC}^2 + R_{IC}^2}{R_{OC}^2 - R_{IC}^2} \right) - P_{out} \cdot \left( \frac{2R_{OC}^2}{R_{OC}^2 - R_{IC}^2} \right) \quad \text{III.1-14}$$

Le Tableau III.1-4 récapitule les dimensions des anneaux utilisés. Ainsi,  $R_{OC} - R_{IC}$  est égal à 57 mm.

$R_{II}$ (mm)	$R_{IC}$ (mm)	$R_{OC}$ (mm)	$R_{OO}$ (mm)	h (mm)	e (mm)
146,00	165,00	203,00	222,00	72,60	19,00

Tableau III.1-4 : Dimensions des anneaux de l'essai de Schlitter [Schlitter, et al., 2010].

La Figure III.1-36 montre l'évolution des déformations mesurées au cours d'un essai pour 3 formulations différentes de mortier et la Figure III.1-37 présente les contraintes obtenues après traitement des données selon les équations III.1-12 à III.1-14 [Schlitter, et al., 2010]. Il est possible de voir que 2 formulations sur 3 présentent un saut dans les mesures de déformations et donc de contraintes dans le matériau. Cela signifie que ces deux mortiers présentant les sauts ont fissuré : leur résistance en traction était donc inférieure à la contrainte développée à cause du retrait gêné.

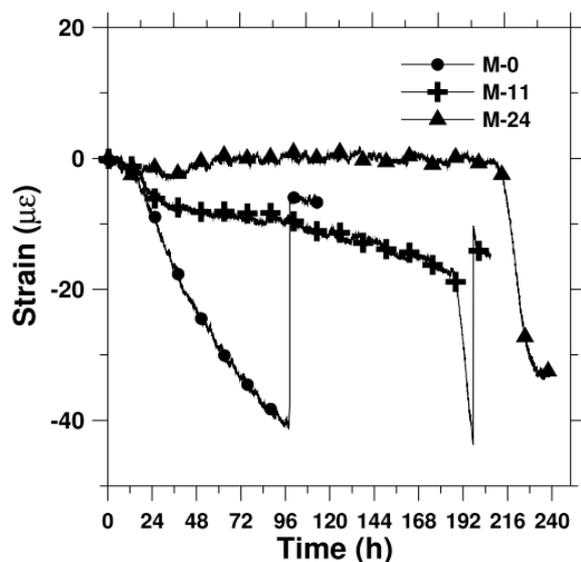


Figure III.1-36 : Evolution des déformations mesurées par les jauges sur l'anneau en invar interne pour 3 formulations de mortier [Schlitter, et al., 2010].

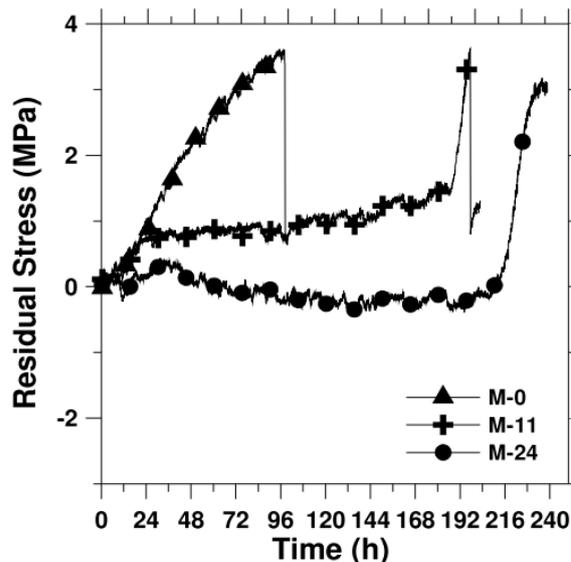


Figure III.1-37 : Evolution de la contrainte (traction positive) dans le béton après traitement des données pour 3 formulations de mortier [Schlitter, et al., 2010].

### III.1.4.2. Technique expérimentale

Dans notre cas, nous avons décidé de nous inspirer de l'essai à l'anneau de Schlitter et al. afin d'évaluer le risque de fissuration de nos bétons. Etant donné les dimensions des anneaux dans l'essai de Schlitter, et la taille maximale de nos granulats (22 mm), nous avons modifié les dimensions des anneaux de manière à avoir au moins 3 fois la taille maximale des granulats. Les dimensions des anneaux sont récapitulées dans le Tableau III.1-5. Ainsi,  $R_{OC} - R_{IC}$  est égal à 80 mm. Les équations III.1-9 et III.1-10 donnent des valeurs de  $A_1$  et  $A_2$  respectivement égales à 0,63 et 0,38. Le coefficient de dilatation de l'invar est égal à  $1,21 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . La fiche fournie par le fabricant des anneaux est présentée en Annexe J. Cependant, aucune information n'est donnée sur le module d'Young de l'invar. On le considère donc par la suite égal à 145 GPa.

$R_{II}$ (mm)	$R_{IC}$ (mm)	$R_{OC}$ (mm)	$R_{OO}$ (mm)	$h$ (mm)	$e$ (mm)
146,00	160,00	240,00	259,00	72,60	19,00

Tableau III.1-5 : Dimensions des anneaux BT-Ring.

De plus, nous avons décidé de percer les anneaux en invar de haut en bas à intervalles réguliers afin de faire circuler de l'eau pour permettre la régulation thermique du béton. Les plans des anneaux sont présentés en Annexe K. Quatre jauges et quatre thermocouples – à  $90^\circ$  l'un de l'autre - sont placés sur l'anneau interne et autant sur l'anneau externe dans le but d'avoir une bonne estimation des déformations et de la température dans les anneaux au cours du temps. Deux types de jauges de la marque HBM ont été utilisés : tout d'abord des jauges « acier » dont le coefficient de dilatation thermique est égal à  $10,8 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  puis des jauges « quartz » dont le coefficient de dilatation thermique est égal à  $0,5 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Ces jauges ont été choisies par rapport à leur coefficient de dilatation, l'un proche de celui du béton, et l'autre proche de celui de l'invar. Ces deux types de jauges ont été collées à l'aide de colle X60 fournie par HBM, puis protégées avec un vernis colle, une pâte de

protection, un morceau de caoutchouc et enfin du papier aluminium autocollant comme présenté sur la Figure III.1-38.

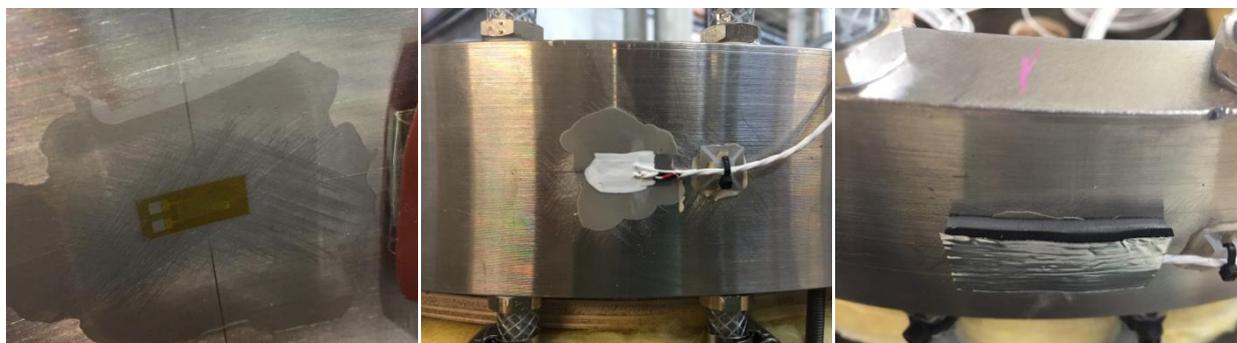


Figure III.1-38 : Mise en place des jauges et de la protection sur les anneaux en invar.

Les fiches techniques des jauges sont présentées en Annexe L et Annexe M. Les déformations sont enregistrées à l'aide d'un MGCplus et les températures avec un Pico toutes les deux minutes. Les jauges ont été calibrées à l'aide d'un simulateur de jauge de la société Vishay cf. documentation en Annexe N. Pour cela, des câbles de même longueur et de même bobine sont utilisés afin d'avoir la même résistance. Le coefficient  $k$  des jauges est injecté dans le MGCplus (2,04 % pour les jauges acier et 2,03 % pour les jauges quartz). Le simulateur permet de faire varier un  $\partial R/R$  en  $\mu\text{m.m}^{-1}$ . Une variation de 0 à 1000  $\mu\text{m.m}^{-1}$  est réalisée et les valeurs obtenues en  $\text{mV.V}^{-1}$  enregistrées. Enfin, un thermocouple est placé dans le béton, un dans le bain thermostaté et un autre à température ambiante.

La Figure III.1-39 présente le dispositif expérimental, avec le système d'acquisition des jauges, le bain thermostaté et l'isolation thermique. L'eau permettant la régulation thermique circule en parallèle dans les deux anneaux et en fait deux fois le tour des anneaux (un tuyau sur deux est raccordé lors de chaque tour).

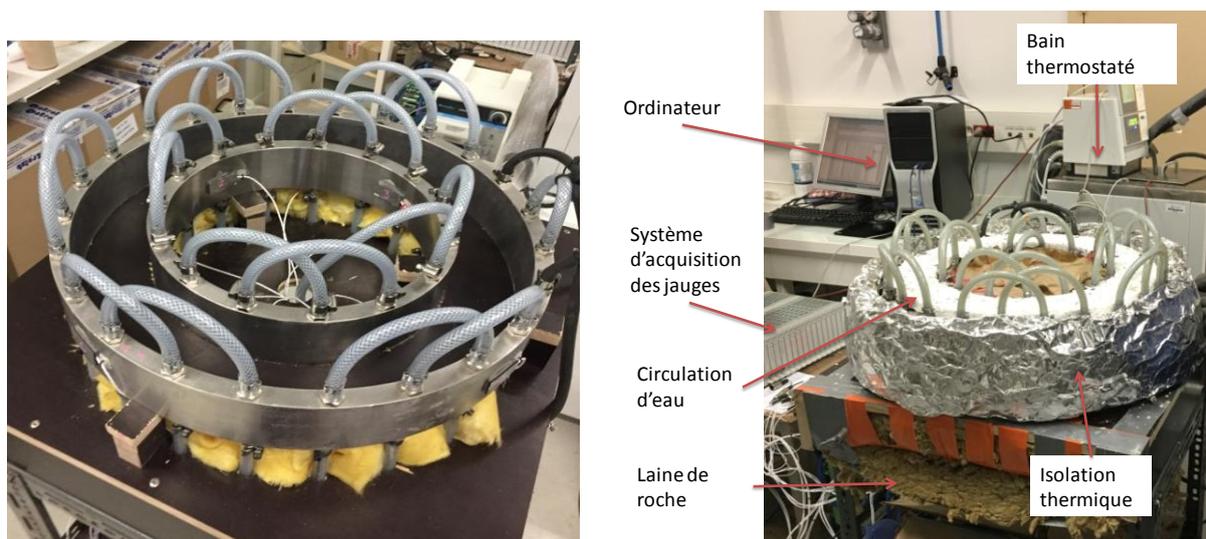


Figure III.1-39 : Photographie du dispositif expérimental.

Afin de générer des contraintes qui se développeraient dans le béton en cas réel au cœur d'une pièce massive, la température mesurée en QAB lors de l'hydratation du béton est imposée durant l'essai. Le

béton est protégé de la dessiccation avec un produit de cure appliqué en surface, puis recouvert d'une couche de papier d'aluminium autocollant.

Un essai à vide avec une montée, un palier jusqu'à la température maximale atteinte par le béton en QAB puis une redescente à température ambiante est réalisée dans le but de pouvoir corriger les déformations thermiques des jauges. En effet, aucune des jauges utilisées n'a le même coefficient de dilatation que les anneaux en invar. Il est donc nécessaire de corriger les déformations qu'elles subissent afin de n'avoir que les déformations induites dans les anneaux et donc les contraintes développées dans le béton. Les équations de correction thermique donnée par le fournisseur ne permettent pas de corriger totalement les déformations thermiques des jauges utilisées. De ce fait, cette correction est faite à partir de l'essai à vide, où aucune contrainte ne se développe. L'équation III.1-15 donne la correction effectuée, avec un ajustement du coefficient  $\alpha_1$ , et de  $\alpha_{jauge}$  et  $\alpha_{invar}$  les coefficients de dilatation thermique des jauges et de l'invar. Notre expérience est que le coefficient  $\alpha_1$  varie selon l'historique thermique imposé. Il est possible de noter que les valeurs de  $\alpha_1$  varient de manière plus importante pour les jauges acier (entre 1 et 5) que pour les jauges quartz (entre -1,5 pour les bétons B1 et B2 et 0,5 pour le béton R1bis qui chauffe davantage). Les valeurs de  $\alpha_1$  utilisées pour nos essais seront présentées plus loin dans le Tableau III.3-1.

$$\varepsilon_{corr_i} = \varepsilon_i - T \cdot (\alpha_1 - \alpha_{jauge} + \alpha_{invar}) \quad \text{III.1-15}$$

### **III.1.5. Validation de la méthode d'analyse**

Afin de vérifier que l'essai BT-Ring permet de générer assez de contrainte dans le béton au point d'entraîner une fissuration de celui-ci, il a été décidé de tester un béton avec un échauffement thermique important. Ce béton a été formulé au cours de la thèse de Martin [Martin, 2010]. Sont donc présentés ci-dessous la formulation du béton, ainsi que les résultats obtenus lors de l'essai à l'anneau.

Les résultats des essais jeune âge obtenus pour le béton R1bis sont présentés dans l'Annexe O.

#### **III.1.5.1. Formulation du béton**

La formulation du béton R1bis est présentée dans le Tableau III.1-6. La provenance du ciment et des granulats étant confidentielle, les caractéristiques de ceux-ci ne sont pas détaillées.  $K_2O$  est utilisé pour augmenter le potentiel de formation d'ettringite différée. En effet, Martin a montré dans le cadre de sa thèse que la présence d'alcalins augmente la solubilité de l'ettringite durant la phase d'échauffement, ce qui implique une plus grande quantité d'ettringite différée par la suite [Martin, 2010].

Constituants	R1bis (kg.m <sup>-3</sup> )
Ciment_R_2012	410,0
Eau	203,1
Sable_NR_2016	863,8
Gravillon_NR 4/8	100,0
Gravillon_NR 8/12	828,7
K <sub>2</sub> O	1,75
E/C	0,46
G/S	1,1

Tableau III.1-6 : Formulation du béton R1bis [Martin, 2010].

### III.1.5.2. Essai à vide

La Figure III.1-40 présente le cycle thermique imposé lors de l'essai à vide du béton R1bis. La température atteint 55 °C.

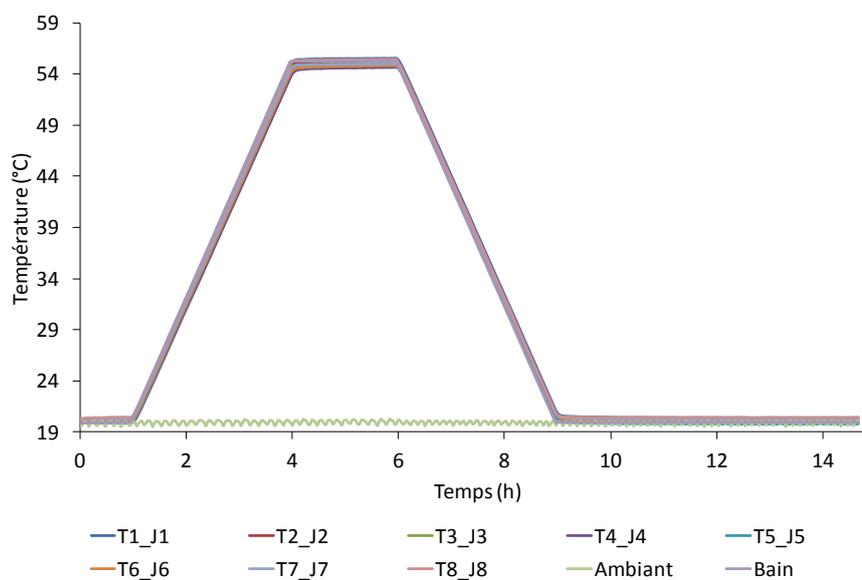


Figure III.1-40 : Cycle thermique imposé lors de l'essai à vide du béton R1bis.

La Figure III.1-41 montre les déformations mesurées lors de l'essai à vide. L'évolution de 20 à 55 °C implique une variation des déformations de 300  $\mu\text{m.m}^{-1}$ . Une correction thermique est appliquée avec une valeur de 0,5 pour  $\alpha_1$  en interne et en externe. On obtient ainsi la Figure III.1-42 avec une variation de seulement 40  $\mu\text{m.m}^{-1}$ . Cela correspond à une valeur de contrainte de l'ordre de 1 MPa cf. Figure III.1-45.

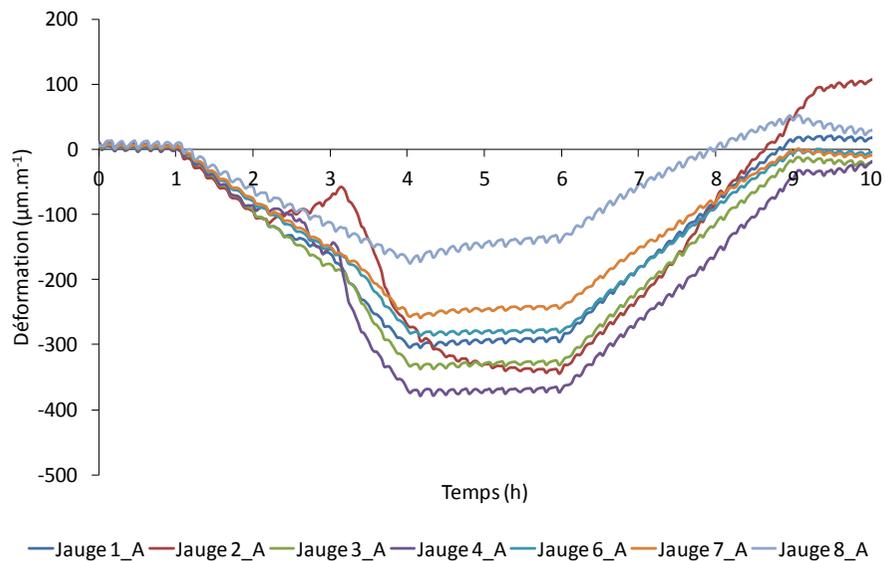


Figure III.1-41 : Déformation brute à vide – jauges acier - du béton R1bis.

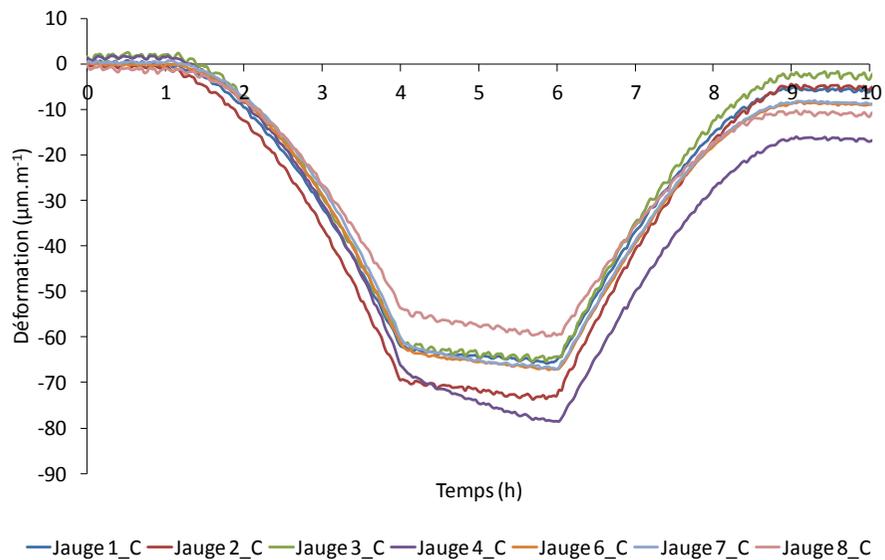


Figure III.1-43 : Déformation brute à vide – jauges quartz - du béton R1bis.

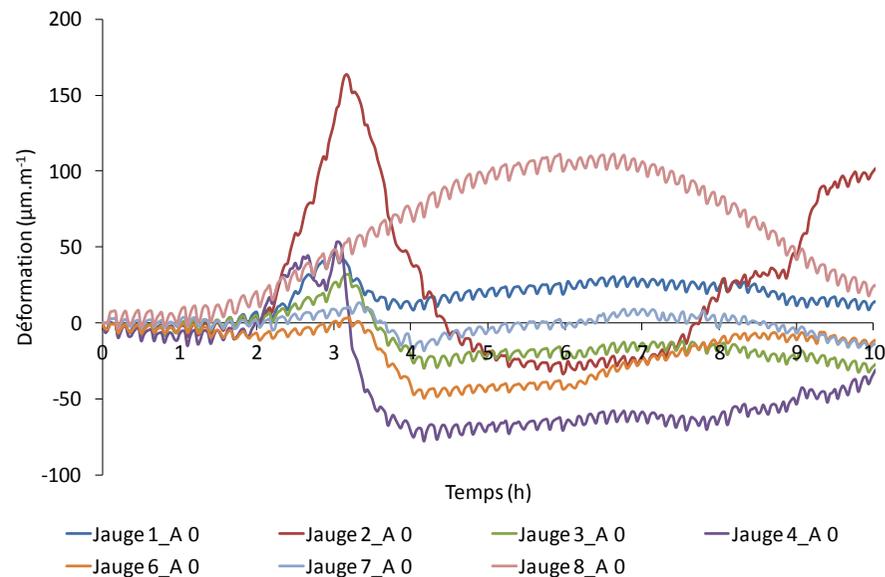


Figure III.1-42 : Déformation après correction thermique et recalage à zéro – jauges acier - du béton R1bis lors de l'essai à vide.

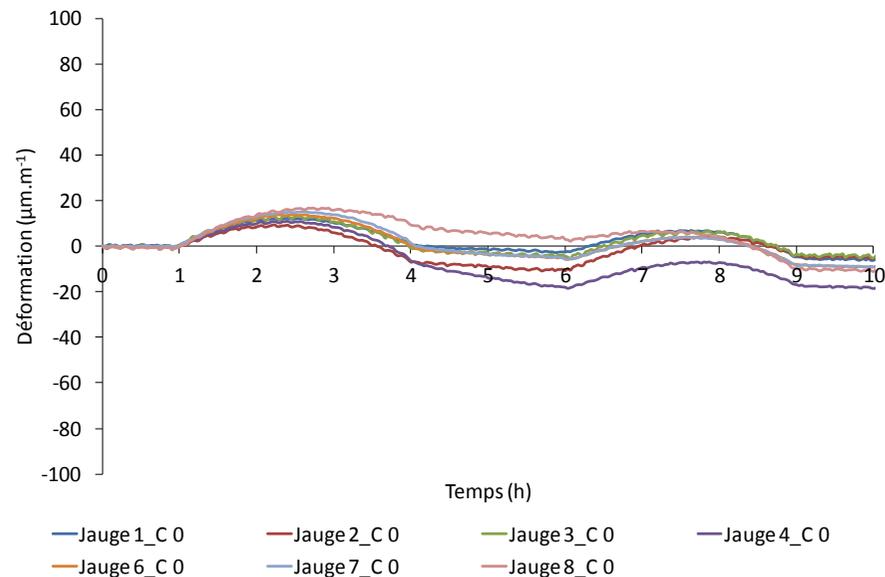


Figure III.1-44 : Déformation après correction thermique et recalage à zéro – jauges quartz - du béton R1bis lors de l'essai à vide.

Les jauges quartz lors de ce même essai ont mesuré des déformations brutes à vide de l'ordre de  $80 \mu\text{m.m}^{-1}$  cf. Figure III.1-43. De plus, excepté la jauge 5, toutes les jauges donnent des valeurs variant de  $20 \mu\text{m.m}^{-1}$ . La correction thermique appliquée avec  $\alpha_1$  égale à  $-2,5$  sur toutes les jauges permet d'obtenir les valeurs présentées sur la Figure III.1-44. Les déformations ne varient plus qu'entre  $20$  et  $-20 \mu\text{m.m}^{-1}$ . Ces déformations correspondent à des contraintes inférieures à  $1 \text{ MPa}$ , mais dont le bruit de fond, comparé à la contrainte calculée à partir des jauges acier est plus faible cf. Figure III.1-45. Un écart sur les déformations inférieur à  $20 \mu\text{m.m}^{-1}$  implique un écart sur les contraintes de  $1,0 \text{ MPa}$ .

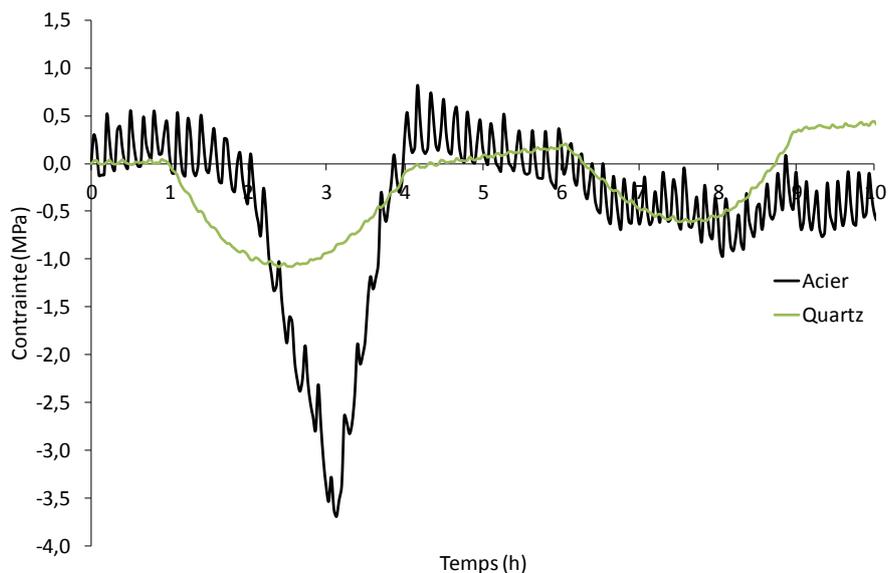


Figure III.1-45 : Contrainte développée lors de l'essai à vide du béton R1bis.

L'essai avec béton est présenté dans la partie suivante.

### III.1.5.3. Essai en conditions réelles

Une fois l'essai à vide réalisé, le béton est gâché. Le cycle thermique imposé reproduisant la température mesurée lors d'un essai QAB est visible sur la Figure III.1-46. Le béton s'hydrate et donc s'échauffe rapidement – dans les 20 premières heures, le pic de température est atteint avec une montée à  $55 \text{ }^\circ\text{C}$ .

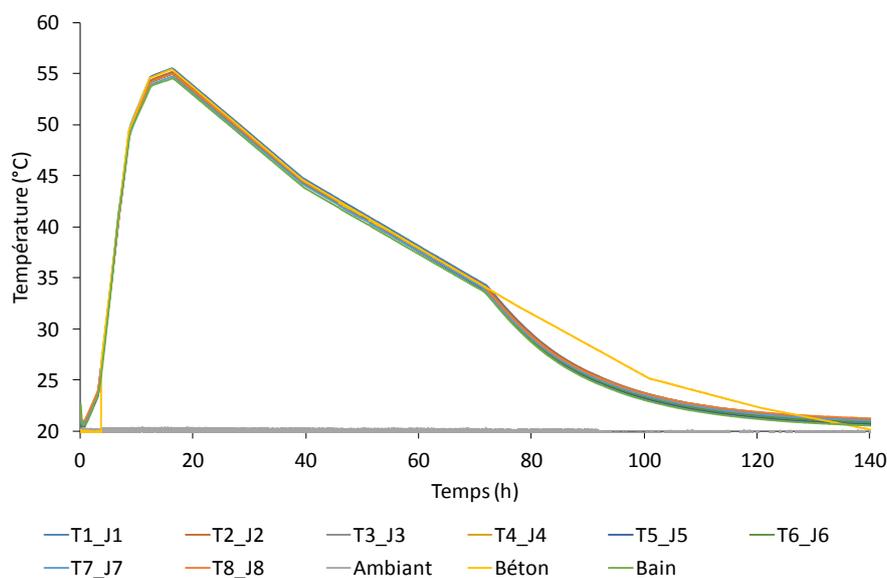


Figure III.1-46 : Cycle thermique imposé lors de l'essai à l'anneau pour le béton R1bis.

Les déformations brutes mesurées sont présentées sur la Figure III.1-47, avec une variation de  $300 \mu\text{m.m}^{-1}$  en moyenne. La jauge 4 semble mesurer des valeurs plus importantes. Une fois la correction thermique et le recalage à zéro appliqué, les déformations ne varient plus que jusqu'à  $150 \mu\text{m.m}^{-1}$  cf. Figure III.1-48. On constate que les déformations mesurées lors de l'échauffement du béton sont des déformations de gonflement, ce qui est en accord avec ce qui est attendu.

Les déformations mesurées avec les jauges quartz ne varient que de  $200 \mu\text{m.m}^{-1}$  cf. Figure III.1-49 et une fois corrigées en température avec les coefficients trouvés lors de l'essai à vide, celles-ci ne varient plus que de  $150 \mu\text{m.m}^{-1}$  cf. Figure III.1-50.

Quel que soit le type de jauges utilisées, il est possible de voir un saut sur les déformations aux alentours des 60 heures, plus visible sur les jauges 1 et 2. Il est donc possible de supposer que la fissure est située entre ces deux jauges.

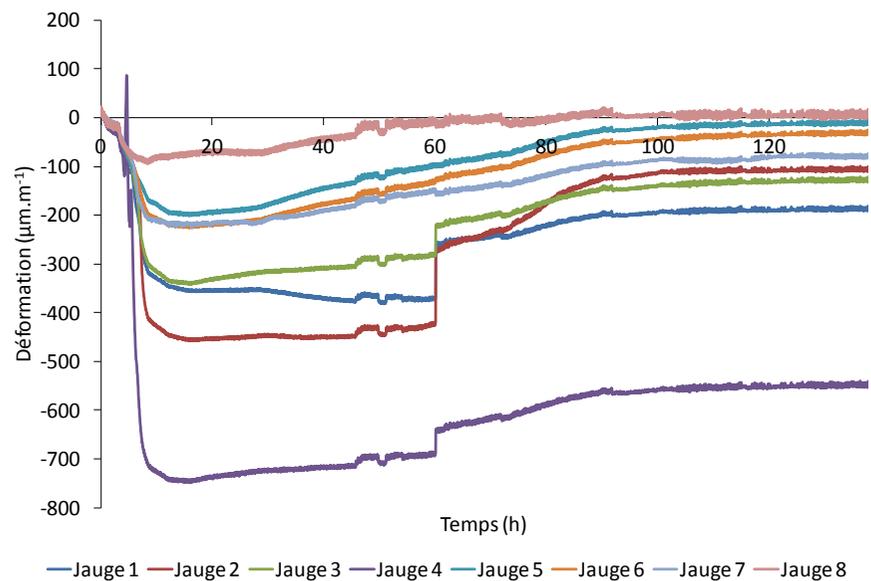


Figure III.1-47 : Déformation brute – jauges acier - du béton R1bis.

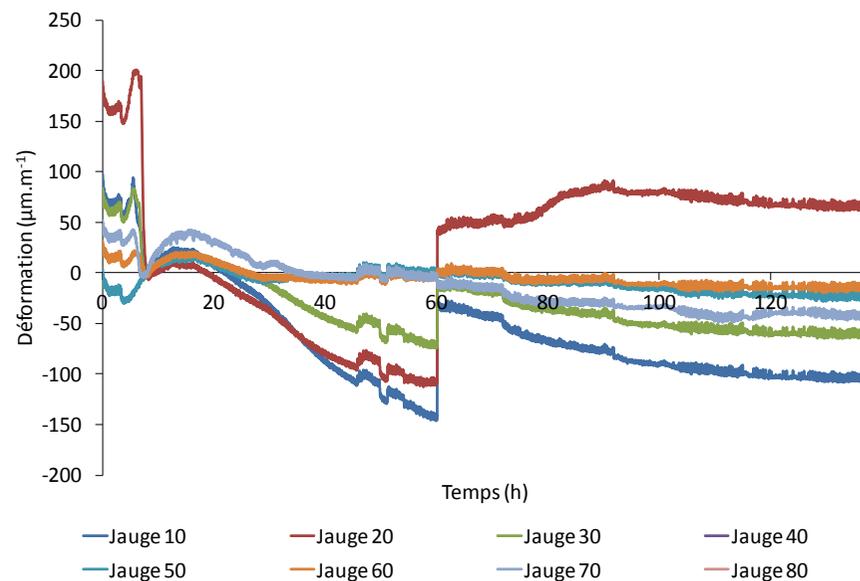


Figure III.1-48 : Déformation – jauges acier - après correction thermique et recalage à zéro du béton R1bis.

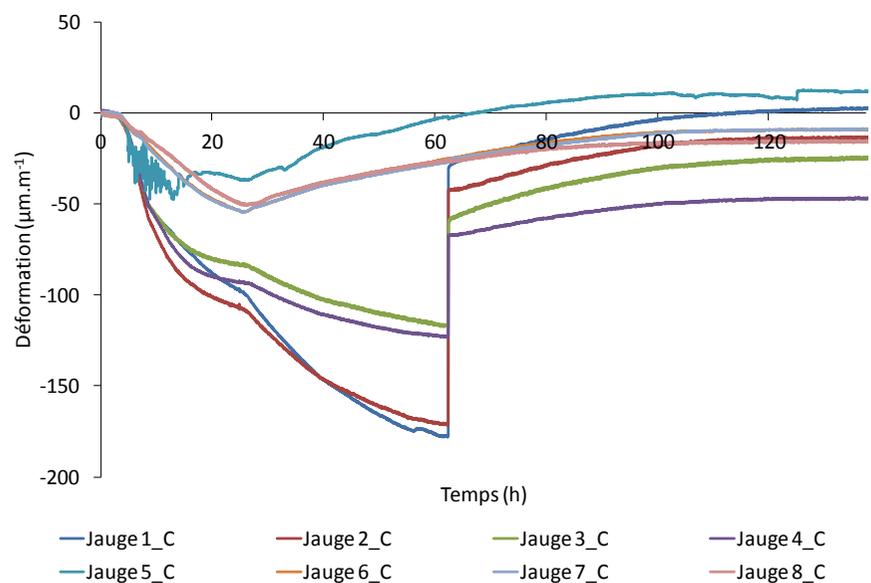


Figure III.1-49 : Déformation brute – jauges quartz - du béton R1bis.

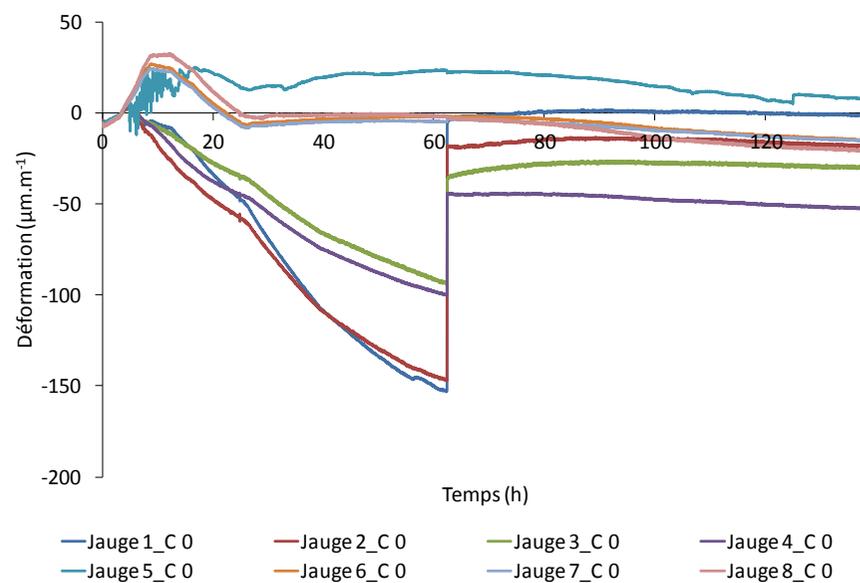


Figure III.1-50 : Déformation – jauges quartz - après correction thermique et recalage à zéro du béton R1bis.

Une fois les déformations corrigées, il est possible de calculer la contrainte développée dans le béton selon l'équation III.1-14 cf. Figure III.1-51. Ce n'est qu'après 7 h, et la prise du béton, que la contrainte en compression dans le béton se développe, quel que soit le type de jauge. Cela correspond au gonflement généré lors de l'échauffement. La contrainte en compression mesurée avec les jauges quartz est plus faible que celle mesurée avec les jauges acier. Après 20 h, le béton refroidit et la contrainte en compression diminue donc avec le gonflement, pour devenir contrainte en traction avec le développement du retrait. Aux alentours de 60 h, un saut est observé, ce qui correspond à une fissuration dans le béton. On remarque cependant que la contrainte en traction obtenue avec les jauges quartz est supérieure à celle des jauges acier. La correction à vide non parfaite influence clairement les contraintes calculées avec les jauges acier. La comparaison de la contrainte générée dans le béton avec les résistances en traction du béton permet de valider l'obtention d'une fissuration lors de cet essai cf. Figure III.1-52. Cela signifie que l'anneau en invar a gêné les déformations du béton à son jeune âge, au point d'entraîner sa fissuration. On note toutefois que, compte tenu de l'évolution des contraintes mesurées et de celle de la résistance en traction, on aurait pu s'attendre à ce que la fissuration apparaisse plus tôt.

La Figure III.1-53 montre la fissuration du béton R1bis observée après démontage de l'essai à l'anneau.

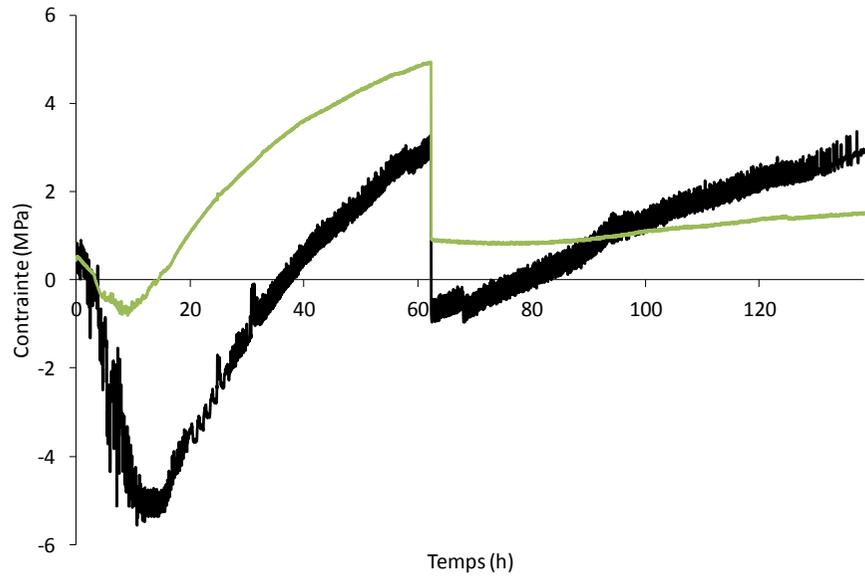


Figure III.1-51 : Contrainte développée dans le béton R1bis.

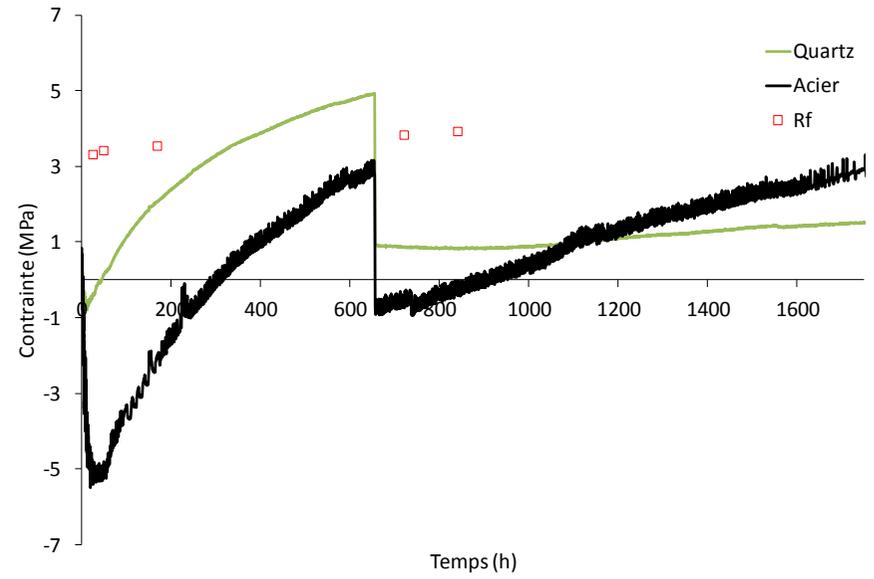


Figure III.1-52 : Contrainte et résistances en traction du béton R1bis en fonction du temps équivalent à 20 °C.



Figure III.1-53 : Fissuration observée de l'anneau R1bis.



### **III.1.6. Conclusion**

A la suite de cette étude bibliographique, on peut remarquer que la formulation du béton – type de ciment, présence d’addition minérale, rapport E/C et la température de travail ont un effet important sur les propriétés – module d’Young, déformations endogènes, fluage - de celui-ci au jeune âge.

Afin de prendre en compte tous ces paramètres, de n’avoir qu’un seul essai à réaliser et d’étudier le risque de fissuration au jeune âge, un nouvel essai à l’anneau est développé. En effet, les essais linéiques et TSTM nécessitent l’application d’une force pour contrebalancer les déformations du béton, à la différence des essais à l’anneau avec la mise en place de béton autour d’un cœur rigide gênant à lui seul les déformations. La géométrie et l’épaisseur de l’anneau influencent la fissuration du béton. De manière à augmenter la gêne des déformations du béton, il est possible d’utiliser un anneau actif. Dans notre cas on utilise deux anneaux en invar – dont le CDT est inférieur à celui du béton et on impose un cycle thermique similaire à celui mesuré durant l’hydratation du béton qui représente celui mesuré dans une pièce massive. De plus, l’isolation du béton permet d’éviter les pertes hydriques et de n’avoir que des déformations endogènes. A noter que la différence de CDT entre les jauges et l’invar introduit une incertitude sur la mesure qu’un essai à vide n’élimine pas totalement.

L’utilisation du béton R1bis a permis de valider la méthode expérimentale de l’essai BT-Ring, qui sera donc utilisé dans la suite de la thèse de manière à évaluer le risque de fissuration du béton.

## **III.2. Evolution des propriétés élastiques**

Les essais expérimentaux présentés dans la partie bibliographique III.1 ci-dessus ont pour but de mieux connaître le comportement au jeune âge du béton et de prévoir son risque de fissuration. Dans certains cas, afin de mieux pouvoir comparer les résultats entre les bétons, le degré d’hydratation du béton est calculé. Pour cela, les équations I.1-33, I.1-34 et I.1-38 du chapitre I sont utilisées. Les bétons étudiés sont ceux présentés dans la partie II.5 du chapitre II. Pour rappel, les compositions des 9 bétons sont détaillées dans le Tableau III.2-1.

N° formulation	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9
Type A	S	FA	SF	-	S	FA	-	-	-
Type C	C3	C3	C2	C3	C1	C1	C3A-0_5S	C3A-0_42,5S	C3A-0_80S
Liant (kg)	360	360	360	360	360	360	360	360	360
A/A+C	0,50	0,25	0,12	-	0,75	0,375	-	-	-
0 - 4	873	859	867	865	871	854	829	854	862
4 - 11	349	344	347	346	348	341	332	342	345
11 - 22	715	706	713	711	716	702	682	702	709
E/L	0,375	0,375	0,375	0,40	0,40	0,40	0,49	0,42	0,39
Adjuvant (%)	0,518	0,69	1,15	0,70	0,518	0,69	0,00	0,20	0,50

Tableau III.2-1 : Formulations béton sélectionnées pour la poursuite des essais au jeune âge.

### III.2.1. Temps de prise

#### III.2.1.1. Analyse sur un béton

A partir de l'analyse du FreshCon et de la vitesse des ondes de compression et de cisaillement, il est possible d'étudier le comportement au jeune âge du matériau [Carette and Staquet, 2015]. A titre d'exemple, la Figure III.2-1 présente le comportement au jeune âge du béton B3 contenant de la fumée de silice.

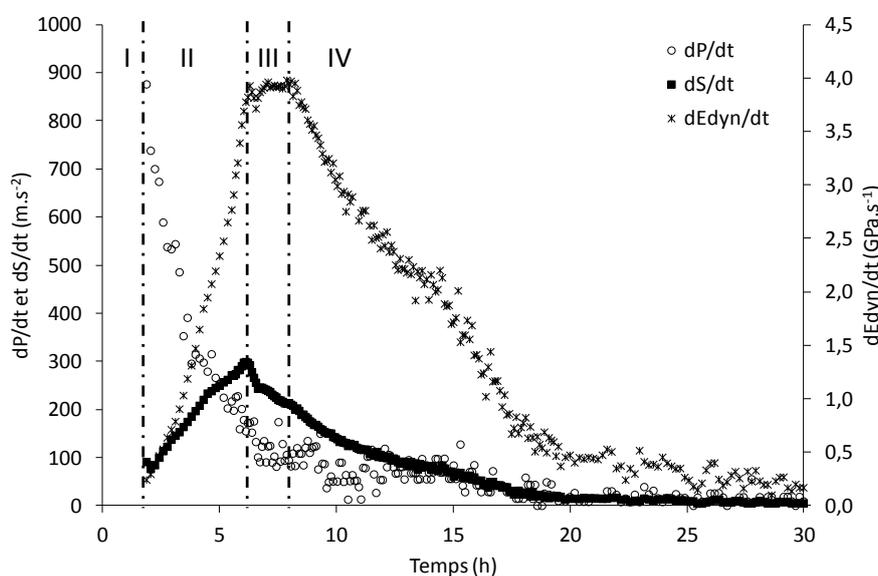


Figure III.2-1 : Comportement au jeune âge du béton B3.

Il est possible de discerner 4 étapes : du début de la mesure au maximum de la dérivée de la vitesse des ondes P correspond la période dormante durant laquelle le C3S et C3A commencent à se dissoudre (I). La 2<sup>ème</sup> étape (II), entre le maximum de la dérivée de la vitesse des ondes P et le maximum de la dérivée de la vitesse des ondes S, correspond à la percolation initiale. La 3<sup>ème</sup> étape – délimitée par le maximum de la dérivée de la vitesse des ondes S et le maximum de la dérivée du module d'Young –

correspond à la prise du matériau (III). Après le maximum de  $dE_{dyn}/dt$ , l'étape (IV) correspond au durcissement au jeune âge. Pour ce béton, la prise du matériau en III est comprise entre 5h45 et 7h25.

Même si les données mesurées ne sont pas identiques - vitesse d'ondes ultrasonores contre flux de chaleur – et le niveau structural étudié non plus – béton contre pâte de ciment, une analogie peut être faite entre les essais avec le FreshCon et avec la microcalorimétrie isotherme. En effet, dans les deux cas, le comportement du matériau est divisé en 4 étapes avec, au début la dissolution des anhydres et la période dormante, suivies de la précipitation massive et la percolation des hydrates entraînant le début de prise du matériau, puis de la fin de prise et l'acquisition des premières résistances mécaniques.

Le comportement au jeune âge des autres bétons est présenté en Annexe P et le Tableau III.2-2 présente la fin de la période dormante avec la précipitation massive des hydrates ( $dP/dt$ ), le début de prise ( $dS/dt$ ) et la fin de prise ( $dE_{dyn}/dt$ ).

Béton	$dP/dt$	$dS/dt$	$dE_{dyn}/dt$
B1	5h20	8h25	10h35
B2	1h45	7h45	10h35
B3	1h40	5h45	7h25
B4	-	-	-
B5	9h40	12h45	16h05
B6	9h30	14h00	14h15
B7	4h20	7h35	9h50
B8	3h50	5h55	7h20
B9	6h45	10h05	11h45

Tableau III.2-2 : Récapitulatifs des temps de prise des bétons.

### III.2.1.2. Effet de la formulation sur le comportement au jeune âge

La Figure III.2-2 présente l'évolution de  $dP/dt$ ,  $dS/dt$  et  $dE_{dyn}/dt$  selon le pourcentage d'addition dans le béton. Etant donné l'absence de données sur le béton B4 sans addition, il n'est pas représenté sur la figure ci-dessous. Toute addition confondue, il semble que le temps de prise du béton soit croissant avec le pourcentage d'addition dans le béton. On note cependant une différence de réactivité entre le laitier et les cendres volantes : les cendres volantes sont moins réactives que le laitier ce qui implique un temps de prise plus long. De plus, l'utilisation de clinker C3A-0 avec le laitier semble induire des temps de prise plus courts que lorsque le clinker C3A-7 est utilisé.

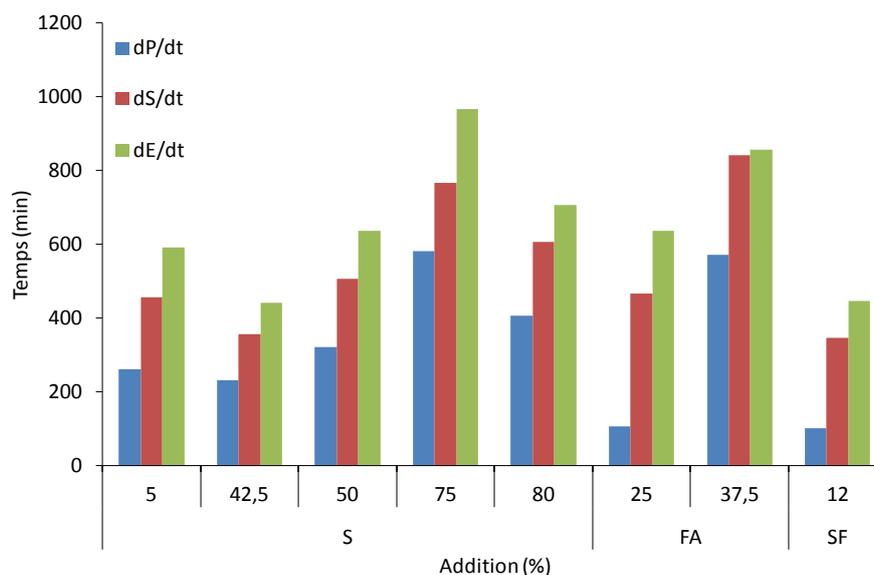


Figure III.2-2 : Evolution de  $dP/dt$ ,  $dS/dt$  et  $dE_{dyn}/dt$  selon le pourcentage d'addition dans le béton.

L'utilisation du FreshCon permet, en plus d'avoir le comportement du matériau au cours du temps et la connaissance du temps de prise de celui-ci, de connaître l'évolution du module d'Young et du coefficient de Poisson dynamiques au cours du temps. Ainsi, dans la partie III.2.2 sont présentés l'évolution du module d'Young dynamique - mesuré avec le FreshCon - et statique – mesuré avec BT JASPE et le J2P - au cours du temps et selon le degré d'hydratation du béton.

De manière générale, on remarque que la présence d'addition dans le béton, mais aussi dans le ciment a pour effet de retarder la prise et le développement des résistances au jeune âge.

## III.2.2. Module d'Young

### III.2.2.1. Mesure à échéances fixes sur éprouvettes 16\*32

Comme indiqué plus haut, des essais de module ont été pratiqués à la fois sur des éprouvettes 16\*32 à échéances fixes, et en continu avec BT JASPE et le FreshCon. Le Tableau III.2-3 présente le module d'Young et coefficient de Poisson des bétons mesurés sur éprouvettes 16\*32 pour les 9 bétons.

Béton	1 jour		7 jours		28 jours	
	E (GPa)	$\nu$	E (GPa)	$\nu$	E (GPa)	$\nu$
B1	26,5	0,20	39,6	0,23	42,9	0,24
B2	33,6	0,23	40,6	0,24	42,4	0,17
B3	33,3	0,22	40,1	0,23	44,0	0,24
B4	33,7	0,18	39,7	0,23	41,8	0,24
B5	8,8	0,17	38,1	0,25	41,6	0,25
B6	20,3	0,19	33,9	0,22	39,4	0,24
B7	27,8	0,20	35,4	0,22	37,8	0,23
B8	26,0	0,21	38,9	0,24	42,0	0,24
B9	23,2	0,20	41,3	0,23	40,5	0,22

Tableau III.2-3 : Module d'Young et coefficient de Poisson statiques mesurés sur éprouvettes 16\*32 des bétons.

On remarque que sur les 9 bétons, le module d'Young statique du béton B5 à 12 h est bien inférieur aux autres – 8,8 GPa contre 20,3 GPa minimum. Cela s'explique par la résistance à un jour du béton B5 inférieure à 1,5 MPa.

### III.2.2.2. Analyse d'un béton en continu

La Figure III.2-3 présente l'évolution du module d'Young dynamique mesuré avec le FreshCon et statique mesuré avec BT JASPE et le J2P du béton B3. Il est possible de voir que le module statique mesuré, quelle que soit la méthode, atteint des valeurs de l'ordre de 40 GPa à 7 jours alors que le module dynamique est de l'ordre de 45 GPa. On remarque également une cinétique plus rapide des modules dynamiques (à 12 h il y a 64 % de différence) et une différence dans la valeur asymptotique. Ceci s'explique à la fois par l'hétérogénéité du béton et par son hydratation. Tout d'abord, Builes et al. indiquent que plus la densité est élevée, moins la différence entre les deux modules sera importante [Builes, et al., 2008]. A cause de la différence de densité entre les granulats et le ciment, les ondes ultrasonores passent préférentiellement à travers les granulats, ce qui a pour effet d'augmenter le module d'Young dynamique. Pour Koliass et Williams, le module d'Young statique est égal au module d'Young dynamique moins 5 GPa, dès lors que celui-ci est supérieur à 15 GPa [Koliass, 1980], ce qui est en accord avec les résultats obtenus ici. De plus, la viscosité du béton – qui augmente au cours de son hydratation – a un effet sur le temps de réponse du béton sous chargement. Pour Irfan-ul-Hassan et al., ce temps de réponse sous chargement correspond à un effet de fluage [Irfan-ul-Hassan, et al., 2016].

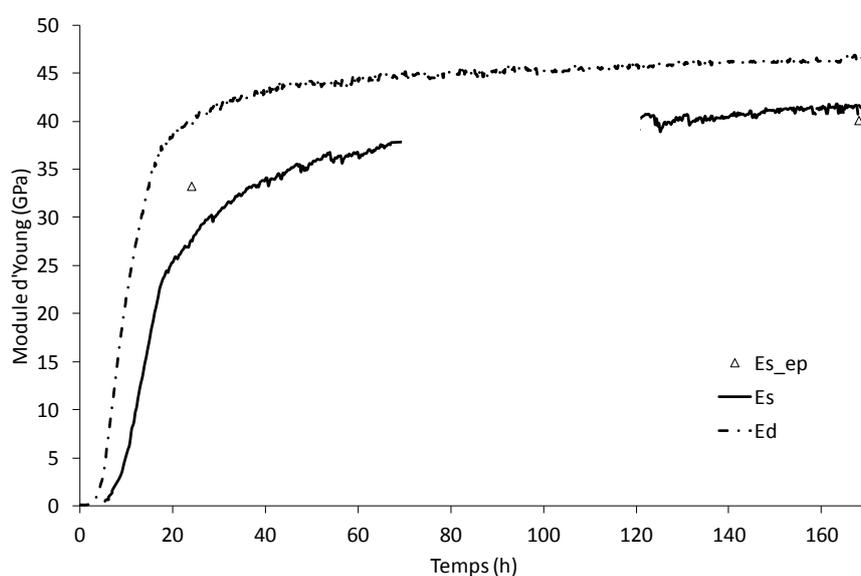


Figure III.2-3 : Comparaison du module d'Young dynamique et statique mesuré avec le FreshCon ( $E_d$ ), BT JASPE ( $E_s$ ) et le J2P ( $E_{s-ep}$ ) en fonction du temps du béton B3.

Les résultats pour les autres bétons sont présentés dans l'Annexe Q.

La bonne correspondance entre les valeurs de module d'Young mesuré en continu avec BT JASPE et à échéances fixes sur éprouvettes 16\*32 avec le J2P montre que l'application répétée de cycles de chargement sur le béton durant l'essai BT JASPE n'induit pas d'endommagement du béton.

### III.2.2.3. Comparaison des résultats obtenus pour les 9 bétons

Ci-dessous sont présentées des figures sur lesquelles sont regroupées les évolutions des modules statique et dynamique selon le temps et le degré d'hydratation du béton.

#### III.2.2.3.1. Evolution temporelle

Dans le Tableau III.2-4 sont répertoriées les différences à 12 h et 7 jours entre le module statique et le module dynamique. Une tendance semble montrer que plus le béton contient une addition (laitier ou cendres volantes) lente à réagir, plus la différence à 12h entre le module statique et dynamique sera élevée cf. béton B5, B6 et B8 et B9. A 7 jours, il semble plus difficile d'établir une tendance : en effet, les bétons B3, B4 et B7 contiennent le moins d'addition mais par rapport aux bétons B8 et B9, la différence est plus élevée.

Béton	Module d'Young statique (GPa)		Module d'Young dynamique (GPa)		Différence (%)	
	12h	168h	12h	168h	12h	168h
B1	3,7	38,8	12,5	44,3	70	12
B2	7,3	39,5	15,2	43,6	52	10
B3	9,7	41,7	27,2	46,5	64	10
B4	11,9	41,5	-	48,4	-	14
B5	0,4	36,9	1,9	45,4	79	19
B6	0,3	32,5	2,2	43,5	85	25
B7	4,4	41,3	14,9	48,2	71	14
B8	3,2	44,6	16,6	47,3	81	6
B9	0,8	43,5	5,3	46,9	86	7

Tableau III.2-4 : Différence à 12 h et à 168 h entre le module statique et le module dynamique des bétons. (A cause d'un problème du générateur d'ondes ultrasonores, aucune valeur de module dynamique au jeune âge n'est disponible pour le béton B4 à 12 h.)

La prise en compte du comportement viscoélastique du béton à 7 jours ne permet pas d'expliquer les différences de l'ordre 10 % entre le module d'Young statique et dynamique. L'équation III.2-1 montre la relation qui existe entre le module d'Young dynamique et statique en prenant en considération le fluage du matériau sur les 30 premières secondes de l'essai de fluage – les 30 secondes correspondant à la durée sur laquelle la mesure du module d'Young par BT JASPE est réalisée.

$$E_d = E_s \cdot \frac{\Delta l + \Delta l_{bc}}{\Delta l} \quad \text{III.2-1}$$

Avec :  $E_d$  le module d'Young dynamique (GPa),

$E_s$  le module d'Young statique du béton au début de l'essai de fluage (GPa),

$\Delta l$  le déplacement imposé durant les 30 secondes de mesure de module d'Young, soit 30  $\mu\text{m}$ ,

$\Delta l_{bc}$  le déplacement de fluage mesuré durant 30 secondes ( $\mu\text{m}$ ).

Ainsi, pour le béton B3 par exemple, à 194 h, avec  $E_s = 42,1$  GPa et  $\Delta l_{bc} = 4,67 \cdot 10^{-3}$   $\mu\text{m}$ , le module d'Young dynamique calculé selon l'équation III.2-1 vaut 42,1 GPa contre 47,5 GPa mesuré avec le FreshCon. De ce fait, le fluage, sauf peut-être au très jeune âge, ne permet pas d'expliquer l'écart entre le module d'Young statique et dynamique.

Les Figure III.2-4 et Figure III.2-5 présentent respectivement l'évolution du module d'Young statique et dynamique en fonction du temps. De manière générale, il est possible de voir que les valeurs atteintes en palier sont proches de 40 GPa en statique à 7 jours contre 45 GPa en dynamique.

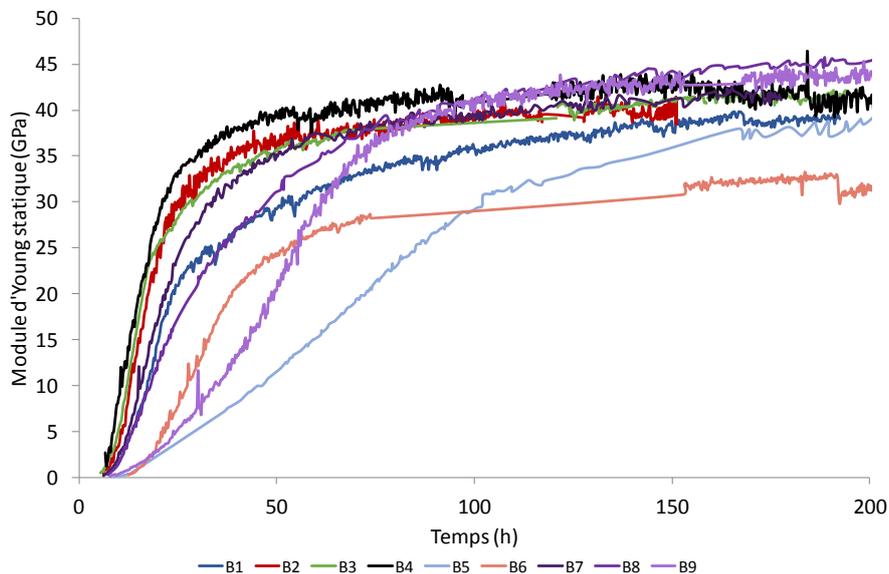


Figure III.2-4 : Evolution du module d'Young statique en fonction du temps.

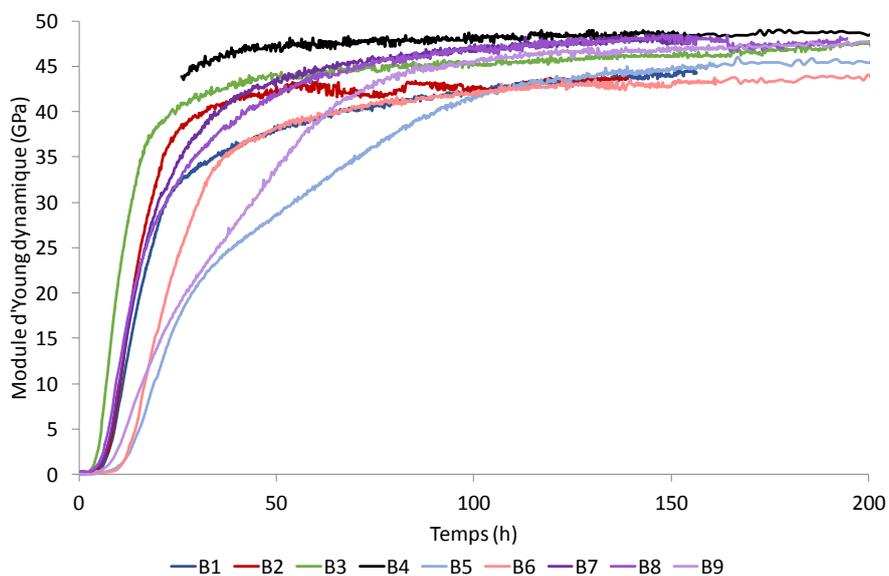


Figure III.2-5 : Evolution du module d'Young dynamique en fonction du temps.

Certains bétons – B1, B5 et B6 - ont des valeurs de module d'Young statique plus proche de 30-35 GPa et 40 GPa en module d'Young dynamique, ce qui peut s'expliquer par une hydratation plus lente à cause des additions (laitier et cendres volantes) présentes.

### III.2.2.3.2. Evolution selon le degré d'hydratation

Afin de mieux pouvoir comparer les évolutions des modules entre les différents bétons, le calcul du degré d'hydratation a été réalisé. Les Figure III.2-7 et Figure III.2-8 montrent respectivement l'évolution du module d'Young statique et dynamique en fonction du degré d'hydratation de chaque béton obtenu à partir de la formule de de Schutter cf. III.2-2.

$$E_c(\xi) = E_\infty \cdot \left( \frac{\xi(t) - \xi_0}{\xi_\infty - \xi_0} \right)^a \quad \text{III.2-2}$$

Avec :  $a$  un paramètre d'ajustement,  
 $\xi(t)$  le degré d'hydratation à l'instant  $t$ ,  
 $\xi_\infty$  le degré d'hydratation à l'infini,  
 $\xi_0$  le degré d'hydratation au moment de la prise.

Le degré d'hydratation est estimé à partir de la chaleur d'hydratation mesurée en QAB cf. équation I.1-32.

$$\xi(t) = \xi_\infty \cdot \frac{Q(t)}{Q_\infty} \quad \text{III.2-3}$$

La chaleur à l'infini est estimée selon l'équation I.1-33 :

$$Q = Q_\infty \cdot \exp\left(-\left(\frac{t}{\tau}\right)^\beta\right) \quad \text{III.2-4}$$

Avec :  $Q_\infty$  la chaleur d'hydratation à l'infini ( $\text{J.kg}^{-1}$ ),  
 $\tau$  le temps caractéristique (h),  
 $\beta$  une puissance.

D'après Waller, il est possible d'estimer le degré d'hydratation final selon l'équation empirique I.1-35 [Waller, 1999] :

$$\xi_\infty = 1 - e^{-3,3e/c} \quad \text{III.2-5}$$

Les caractéristiques de l'équation III.2-2 reliant le module d'Young dynamique et statique selon le degré d'hydratation sont présentées dans le Tableau III.2-5. Les valeurs des puissances  $a$  sont, pour le module statique, généralement supérieures à 1 alors que pour le module dynamique, elles ont tendance à être plus proche de 0,5. Habituellement, la valeur de la puissance  $a$  est inférieure à 1 comme l'ont montré de Schutter et Taerwe [De Schutter and Taerwe, 1996] ainsi que Carette et Staquet [Carette and Staquet, 2016] que ce soit pour des bétons formulés avec des CEM I ou des CEM III.

Béton	Chaleur d'hydratation			$\xi_\infty$	$\xi_0$	Module d'Young statique		Module d'Young dynamique	
	$Q_\infty$ (kJ.kg <sup>-1</sup> )	$\beta$	$\tau$			$a$	$E_\infty$ (GPa)	$a$	$E_\infty$ (GPa)
B1	47,0	0,65	25,5	0,71	0,079	1,10	41,0	0,66	46,4
B2	39,8	1,10	18,7	0,71	0,037	0,99	38,9	0,45	46,9
B3	44,2	0,66	21,5	0,71	0,034	0,89	44,6	0,40	48,2
B4	49,9	1,14	32,5	0,73	0,021	0,29	41,7	0,20	58,8
B5	31,6	0,75	64,2	0,73	0,026	1,10	49,0	0,59	53,6
B6	26,4	1,28	23,6	0,73	0,076	1,60	46,1	0,59	47,2
B6	51,1	0,81	22,0	0,80	0,047	1,39	43,8	0,56	56,1
B8	44,8	0,74	32,5	0,75	0,034	1,20	49,1	0,50	50,4
B9	29,0	1,19	54,9	0,72	0,019	0,95	49,9	0,40	54,3

Tableau III.2-5 : Caractéristiques du module d'Young statique et dynamique.

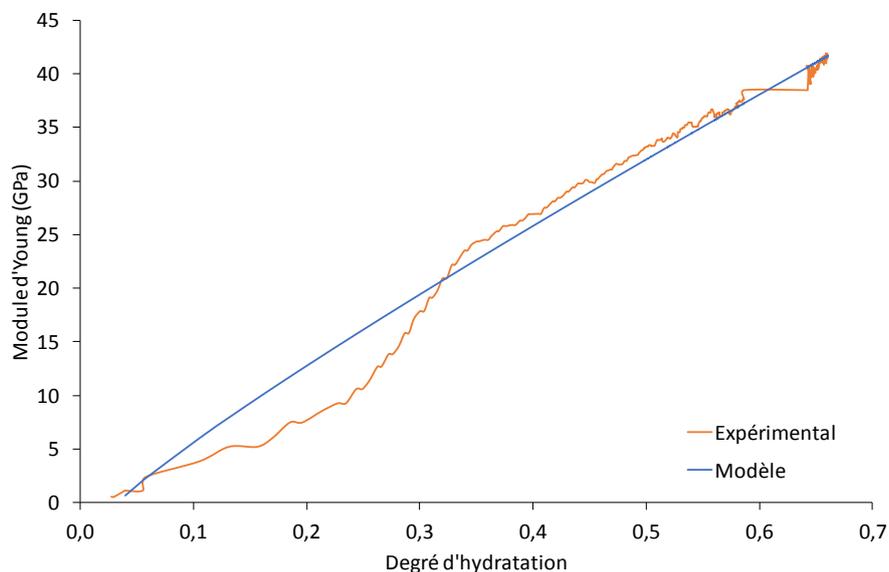


Figure III.2-6 : Comparaison du module d'Young statique expérimental et modélisé selon l'équation de de Schutter en fonction du degré d'hydratation du béton B3.

La Figure III.2-6 montre la comparaison du module d'Young statique expérimental et modélisé selon l'équation de de Schutter du béton B3. Si ce n'est pour les faibles degrés d'hydratation, le modèle correspond bien aux résultats expérimentaux.

En comparant les évolutions des modules d'Young en fonction du degré d'hydratation cf. Figure III.2-7 et Figure III.2-8, on remarque que de manière générale, elles sont similaires, sauf pour le béton B4 fait à base de ciment ne contenant que 5 % de filler calcaire. Il paraît difficile d'écarter un problème expérimental (par exemple une erreur dans la mise en œuvre de la formulation lors de la mesure QAB) car la différence avec le béton B7 (5 % de laitier en substitution du ciment, utilisation du clinker C3A-0 au lieu de C3A-7 et rapports E/L respectivement égaux à 0,375 et 0,39) ne semble pas pouvoir impliquer autant d'écart sur l'évolution du module d'Young. Physiquement, il paraît difficile d'expliquer comment la rigidité du matériau peut augmenter alors que son degré d'hydratation reste voisin de zéro. L'erreur ne semble pas venir du module puisqu'une évolution similaire existe

pour le module dynamique. Il pourrait donc s'avérer utile de refaire le QAB de ce béton. Les modules d'Young dynamiques évoluent plus rapidement que les modules d'Young statiques. Ceci peut être expliqué par la présence des granulats et leur effet sur le module d'Young dynamique. De plus, il est possible de remarquer que la présence de laitier et de cendres volantes en quantité importante retarde le développement du module d'Young. Cependant, contrairement à ce qui pourrait être attendu, le béton B6 contenant 37,5 % cendres volantes évolue quasiment de la même façon que le béton B7 qui contient 5 % de laitier et du clinker C3A-0, et que le béton B9 contenant 80 % de laitier et du clinker C3A-0 évolue similairement au béton B3 avec 12 % de fumée de silice. Ainsi, quel que soit le pourcentage d'addition, le module d'Young évolue selon la même tendance mais pas avec la même vitesse.

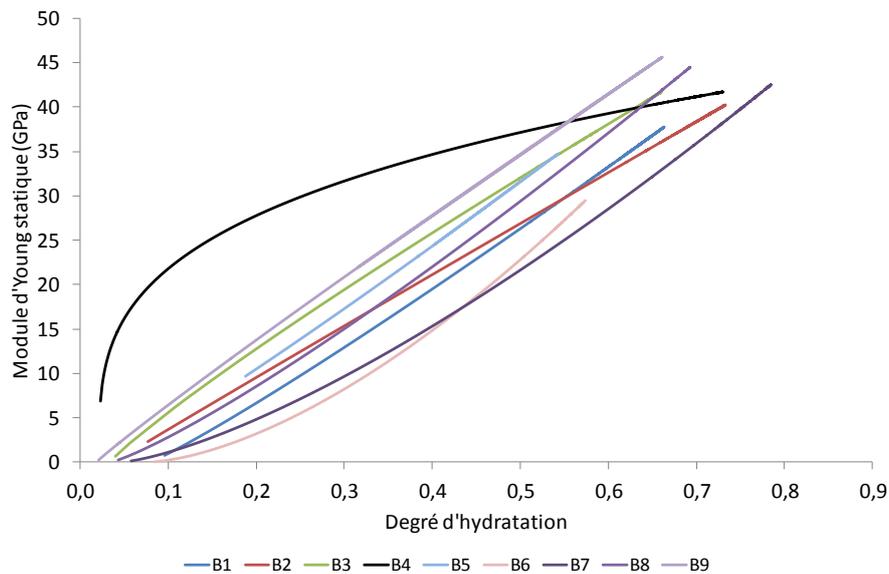


Figure III.2-7 : Evolution du module d'Young statique en fonction du degré d'hydratation modélisé du béton.

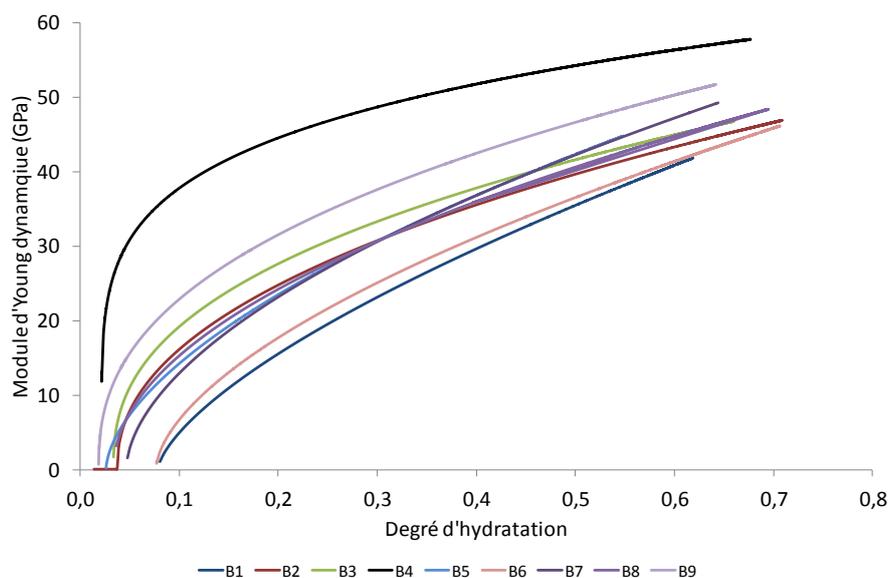


Figure III.2-8 : Evolution du module d'Young dynamique selon le degré d'hydratation modélisé du béton.

Les variations du rapport E/L dans les bétons sont assez faibles – 0,375 et 0,4 - sauf pour les bétons B8 et B9 avec 0,42 et 0,49 et elles ne semblent pas avoir d'effet clairement notable sur l'évolution des modules d'Young. En effet, les bétons avec les plus grands rapports E/L ne sont pas isolés des autres avec une évolution plus lente – dilution - ou plus rapide – quantité d'eau suffisante à l'hydratation - du module d'Young.

### III.2.3. Déformation de fluage

#### III.2.3.1. Analyse d'un béton

A la fin de chaque essai de mesure de module d'Young statique avec BT JASPE, une mesure de fluage sur 4 jours à un taux de chargement correspondant à 20 % de la résistance en compression du béton testé à 7 jours est réalisée. La Figure III.2-9 montre les déformations de fluage mesurées pour le béton B3 sous 20 % de la résistance à 7 jours imposée à 194 h. La Figure III.2-10 présente toutes les déformations de fluage normalisées par rapport au chargement appliqué et recalé à l'âge de chargement afin de pouvoir les comparer. En comparant le béton B1 et le B3, on remarque que le béton contenant du laitier flue plus que celui contenant de la fumée de silice à un même âge de chargement. Tous les bétons contenant du laitier, en comparaison avec les autres, fluent de manière plus importante cf. bétons B1, B5, B7, B8 et B9. On remarque également que la présence de cendres volantes semble augmenter le fluage du matériau cf. bétons B2 et B6. Comme peu de résultats au jeune âge existent dans la littérature sur les bétons contenant des cendres volantes, il est difficile de comparer avec nos résultats. L'augmentation du rapport E/L semble avoir tendance à augmenter le fluage du matériau.

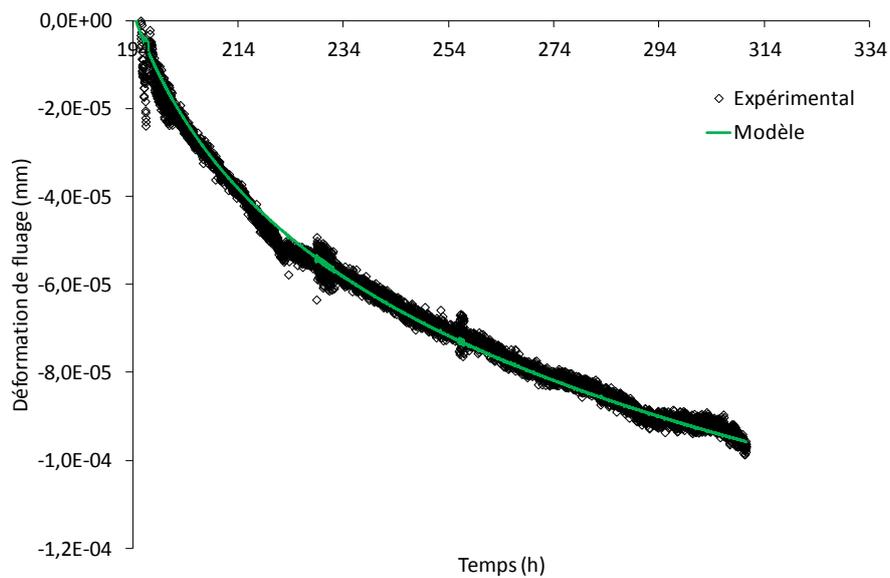


Figure III.2-9 : Evolution des déformations de fluage mesurées et modélisées du béton B3.

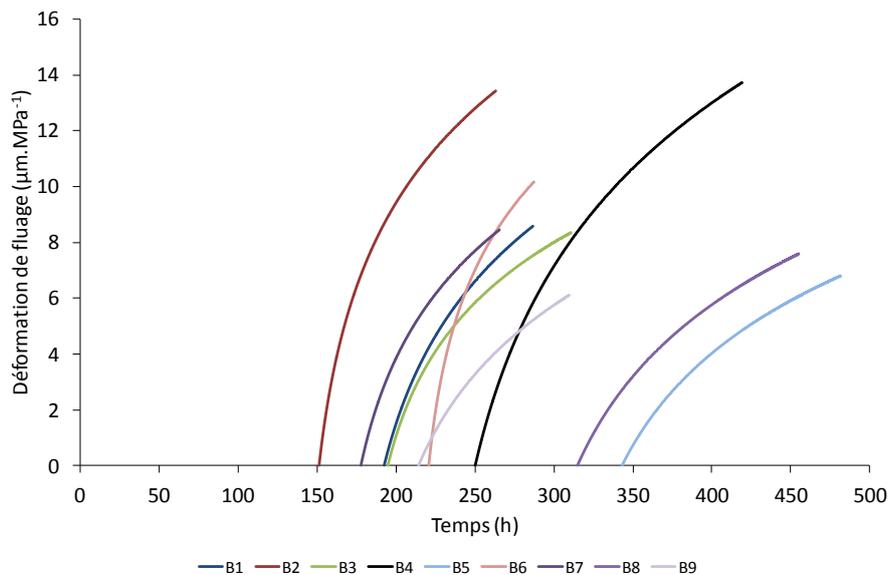


Figure III.2-10 : Comparaison des déformations de fluage mesurées sur chaque béton selon leur âge de chargement.

Dans le Tableau III.2-6 sont présentées les caractéristiques des modèles logarithmiques des déformations de fluage des bétons selon l'équation III.2-6, déjà présentée dans le chapitre I.

$$\varepsilon_{bc} = \frac{\sigma}{C} \log \left( 1 + \frac{t - t_0}{\tau(t_0)} \right) \quad \text{III.2-6}$$

Béton	$t_0$ (h)	C (GPa)	$\tau$ (h)
B1	192,3	190	23
B2	151,0	180	11
B3	194,6	240	18
B4	250,3	140	29
B5	343,3	220	40
B6	220,5	220	8
B6	177,5	210	18
B8	315,2	200	39
B9	214,4	215	35

Tableau III.2-6 : Caractéristiques des équations modèles de déformations de fluage des bétons.

Il semble difficile de comparer les valeurs de  $t_0$ , C et  $\tau$  selon chaque béton étant donné la variation de l'âge de chargement, mais ces données seront utilisées dans le chapitre IV afin d'obtenir des modèles rhéologiques de fluage.

Les autres courbes de déformations de fluage sont présentées en Annexe R. Il est possible de remarquer que les courbes de déformation de fluage sont bruitées. Ceci peut être expliqué à la fois par des problèmes de régulation thermique dans la pièce où ont lieu les essais, par des problèmes sur le circuit hydraulique et par une déviation du PID de la presse utilisée pendant les essais.

### III.2.4. Retraits

#### III.2.4.1. Analyse d'un béton

Les mesures des retraites en continu ont été faites sur une seule éprouvette à 20 °C pendant une semaine et celles à échéances fixes sur les 3 éprouvettes 7\*7\*28 emballées et sont comparées. La Figure III.2-11 montre l'évolution des déformations endogènes mesurées avec BT JADE et sur des éprouvettes 7\*7\*28 emballées du béton B3 au cours du temps. Les légers décrochements sur la mesure en continue sont dus à des variations de température – inférieures à 1 °C - dans la cuve thermostatée. La Figure III.2-12 montre un zoom entre 0 et 30 heures de la Figure III.2-11. Ce zoom met en évidence les 3 étapes au tout début de la mesure : un tassement gravitationnel sous le propre poids du matériau (I). Durant cette étape, il peut y avoir du ressuage. Ensuite, un gonflement à la suite de la réabsorption de l'eau de ressuage (II) est visible et enfin, un retrait endogène est noté (III). Un léger gonflement entre 15 et 20 heures est visible après la prise du béton. Baroghel-Bouny l'explique par la formation de portlandite (qui pour les faibles rapports E/C croît sur les cristaux de C-S-H), le développement de C-S-H internes (qui ont un volume plus important que les phases amorphes) et d'ettringite [Baroghel-Bouny, et al., 2006]. Pour Bouasker, la formation d'ettringite peut contrebalancer le retrait chimique au jeune âge et ainsi provoquer un gonflement [Bouasker, 2007]. Après stabilisation, le retrait endogène mesuré en continu est proche de  $120 \mu\text{m.m}^{-1}$ . Les mesures réalisées sur 7\*7\*28 semblent décrocher à long terme avec l'atteinte de  $140 \mu\text{m.m}^{-1}$  à 200 jours (peut-être à cause d'un manque d'étanchéité de la protection des éprouvettes). On voit l'intérêt de la mesure dès la prise car avec les éprouvettes 7\*7\*28, on rate le retrait au très jeune âge (avant un jour).

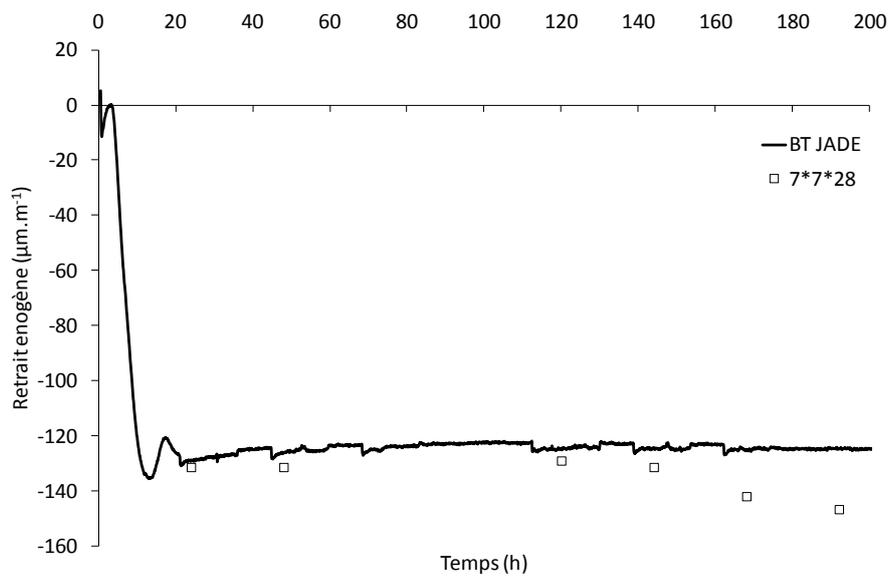


Figure III.2-11 : Déformations endogènes mesurées avec BT JADE et sur éprouvettes emballées 7\*7\*28 du béton B3 en fonction du temps.

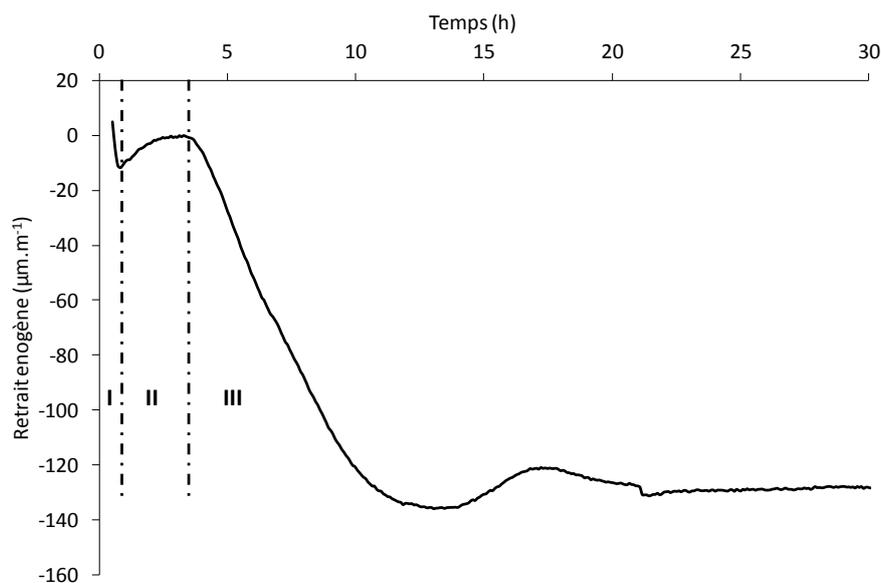


Figure III.2-12 : Zoom sur la mesure de retrait endogène du béton B3 entre 0 et 30 h.

Les autres courbes de déformations endogènes sont présentées en Annexe S.

### III.2.4.2. Effet de la formulation sur les déformations endogènes

La Figure III.2-13 présente les déformations mesurées sur éprouvettes 7\*7\*28 emballées en fonction du temps pour les 9 bétons étudiés avec une incertitude moyenne de  $31 \mu\text{m.m}^{-1}$ . La plupart des bétons présente du retrait sur les 60 premiers jours, puis un gonflement, inexpliqué pour le moment. Une oxydation des plots de mesure est cependant visible à partir de quelques mois. Il pourrait donc être

envisagé que cette oxydation n'ait pas lieu qu'en surface mais aussi en profondeur, expliquant ainsi le gonflement relevé à partir d'un certain temps.

Le béton B5 ne présente que du retrait, le béton B8 du gonflement puis du retrait et les bétons B6 et B9 présentent un gonflement. Ainsi, la présence de 37,5 % de cendres volantes dans le béton B6 produit un gonflement. Ceci peut être dû à la formation d'hydrates ayant une structure plus grossière.

Pour les bétons au laitier, il semble nécessaire d'atteindre un certain pourcentage de substitution pour induire un gonflement [Delsaute, 2017]. De plus, l'utilisation du clinker C3A-0 en combinaison avec le laitier a aussi un impact sur les déformations du matériau. En effet, le béton B7 présente un retrait puis un gonflement alors que les bétons B8 et B9 ne présentent que du gonflement. Ceci pourrait peut-être s'expliquer, à partir d'un certain pourcentage de laitier, par la formation d'hydrates dont la structure cristalline est plus grosse. Cependant, la plupart des auteurs s'accordent sur le développement d'un retrait plus important dans les ciments au laitier à cause de la porosité plus fine [Lee, et al., 2006, Moreira, 2011]. Au contraire, Carette et al. indiquent que l'utilisation de laitier induit un gonflement dû au développement de la portlandite et d'ettringite alors que le matériau n'a pas encore acquis toutes sa rigidité et donc étant plus apte à se déformer [Carette, et al., 2018].

La prise en compte d'une dispersion de mesure moyenne de  $31 \mu\text{m.m}^{-1}$  permet sur les 60 premiers jours de faire une distinction entre les bétons qui se rétractent (B1 à B5 et B7) avec les bétons qui gonflent (B6, B8 et B9).

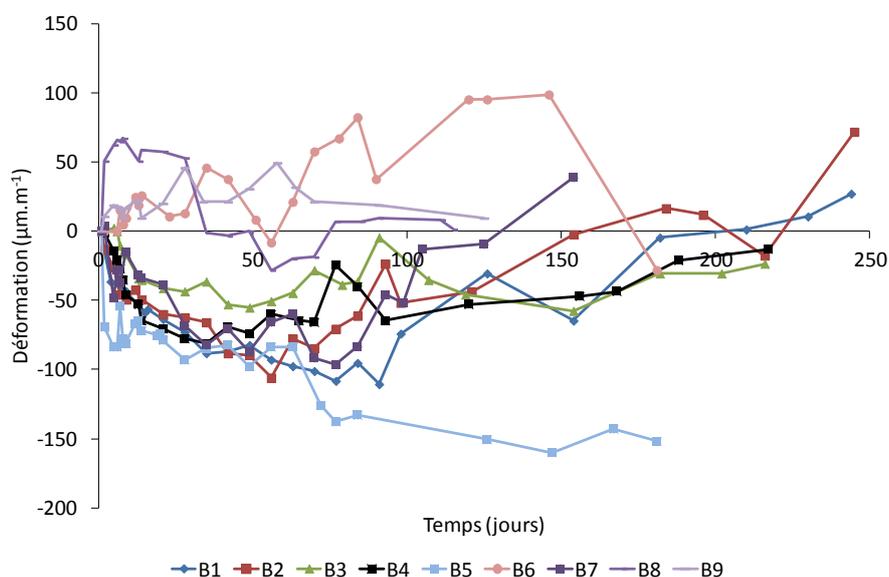


Figure III.2-13 : Evolution des déformations mesurées sur éprouvettes 7\*7\*28 emballées des 9 bétons.

Comme avec les modules d'Young dynamique et statique, les déformations endogènes des 9 bétons ont été étudiées en fonction du temps et du degré d'hydratation cf. Figure III.2-16 et Figure III.2-17. On remarque que certains bétons gonflent alors que d'autres présentent du retrait. Globalement, ces résultats sont en accord avec ceux mesurés sur éprouvettes 7\*7\*28 emballées. Sur les figures présentées dans l'ANNEXE S montrant la comparaison des mesures BT JADE avec celles sur éprouvettes 7\*7\*28, il est possible de voir que les allures des courbes sont similaires. La différence

entre les mesures en continu et à échéances fixes semblent être un problème de recalage à 24 h cf. Figure III.2-14 et Figure III.2-15 pour les bétons B4 et B8.

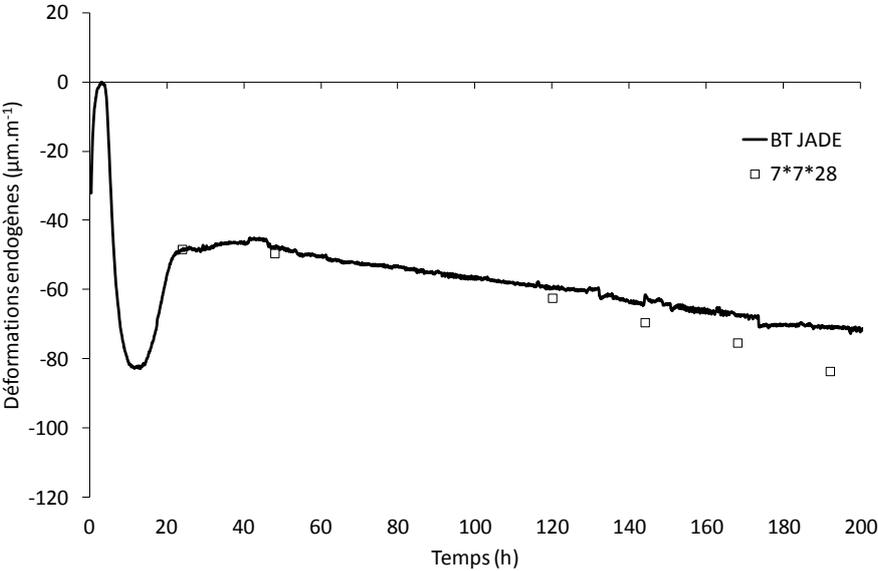


Figure III.2-14 : Déformations endogènes du béton B4.

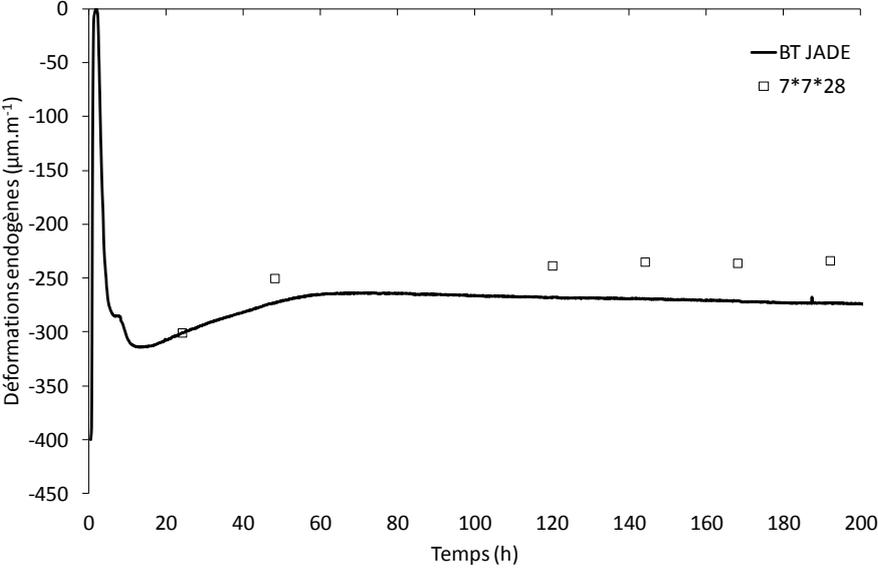


Figure III.2-15 : Déformations endogènes du béton B8.

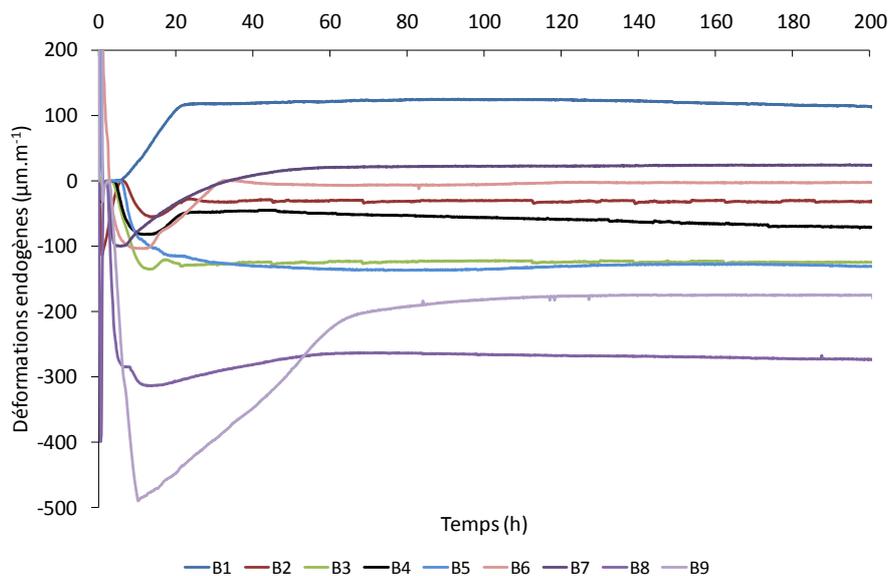


Figure III.2-16 : Evolution des déformations endogènes en fonction du temps.

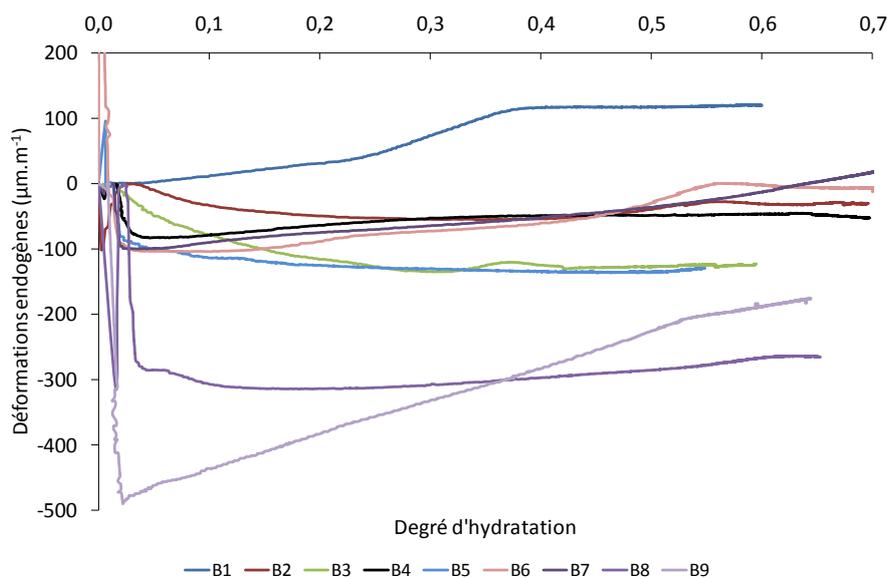


Figure III.2-17 : Evolution des déformations endogènes selon le degré d'hydratation des bétons.

Les bétons avec laitier (B1 et B7 à B9) ont plus tendance à gonfler que les bétons avec cendres volantes. Les faibles déformations endogènes mesurées pour les bétons avec cendres volantes sont en accord avec les résultats de Jiang et al. [Jiang, et al., 2005]. De plus, l'utilisation de clinker C3A-0 induit en général un retrait, lequel, si du laitier est utilisé en quantité assez importante, se transforme en un gonflement, ce qui est aussi confirmé par la littérature [Delsaute, 2017, Jiang, et al., 2005]. Enfin, les bétons avec fumée de silice présentent du retrait. Il est possible de se questionner sur les gonflements mesurés pour les bétons contenant du laitier – B1 avec 50 % de laitier et B9 avec 80 % de laitier - étant donné le non-gonflement du béton B8 contenant 42,5 % de laitier et du clinker C3A-0. En effet, ce gonflement, même étendu sur plusieurs jours, pourrait être dû à une réabsorption de l'eau

de ressuage, ou à la formation d'hydrates ayant une structure plus grosse qu'avec les autres additions. L'hypothèse de développement de C-A-S-H à partir de l'aluminium du laitier pour des pourcentages élevés induisant un gonflement n'est pas encouragée par la littérature [Lee, et al., 2006, Moreira, 2011]. En comparaison avec les autres bétons, les bétons B8 et B9 ont des rapports E/L respectivement égaux à 0,42 et 0,49, ce qui pourrait également expliquer le gonflement plus important du béton B9 par rapport au B8 et aux autres. Carette et al. montrent que pour des mesures BT JADE entre  $t_0$  et  $\xi = 0,6$ , les bétons au laitier présentent des gonflements étant donné leur faible rigidité, ne permettant pas de limiter l'expansion due au développement de portlandite et d'ettringite [Carette, et al., 2018].

Pour les autres bétons, le rapport E/L ne semble pas avoir particulièrement d'effet car celui-ci ne varie qu'entre 0,375 et 0,4. Dans le temps imparti de cette thèse, l'hypothèse de gonflement des bétons avec une certaine quantité de laitier dû à la formation d'ettringite reste à confirmer. D'autres études – minéralogiques par exemple - seraient nécessaires.

Il est aussi possible que certaines variations difficiles à expliquer du retrait endogène en continu soient dues à la réalisation d'une seule mesure sur une éprouvette unique.

### III.2.4.3. Coefficient de dilatation thermique

Le coefficient de dilatation thermique a aussi été mesuré lors des mesures de retrait endogène en continu avec une montée et une descente à 30 °C. Le Tableau III.2-7 présente les coefficients de dilatation thermique des bétons étudiés, mesurés à 10 jours après le début d'hydratation du béton et met en évidence que à la différence de la littérature où on trouve plutôt des CDT de l'ordre de  $10 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ , les CDT des bétons sont compris entre 5 et  $7 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ . Cette différence pourrait être expliquée par le type de granulats utilisés.

Béton	Coefficient de dilatation thermique ( $10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ )
B1	6,5
B2	5,6
B3	6,9
B4	6,5
B5	7,1
B6	5,6
B7	5,6
B8	6,8
B9	7,3

Tableau III.2-7 : Coefficients de dilatation thermique des bétons.

## III.3. Essais à l'anneau

En parallèle des mesures du module d'Young, des déformations endogènes et du fluage du béton, une estimation du risque de fissuration du béton est réalisée à l'aide de l'essai à l'anneau.

### **III.3.1. Essai à vide – exemple avec un béton**

Avant de réellement commencer les essais avec les anneaux en invar, une vérification de l'homogénéité de la température dans les anneaux est effectuée grâce à la circulation d'eau. La Figure III.3-1 montre le cycle thermique imposé lors de l'essai du béton B3. Un palier est réalisé au maximum de température mesuré dans le QAB et égal à 38 °C. On remarque qu'alors, seulement 5 % d'écart est relevé entre les thermocouples placés sur les anneaux en invar, et le bain thermostaté. Ceci est expliqué par l'inertie du matériau.

La Figure III.3-2 présente les déformations mesurées par les jauges acier lors de l'essai à vide du béton B3 dont le cycle thermique imposé est celui présenté sur la Figure III.3-1. Il est possible de remarquer que la jauge 7 donne des valeurs différentes de celles indiquées par les autres jauges. Ainsi la jauge 7 ne sera pas prise en compte dans l'essai à vide. De plus, on constate que les jauges acier mesurent des déformations très bruitées par les variations de température durant l'essai (de l'ordre de  $5 \mu\text{m.m}^{-1}$  de variation).

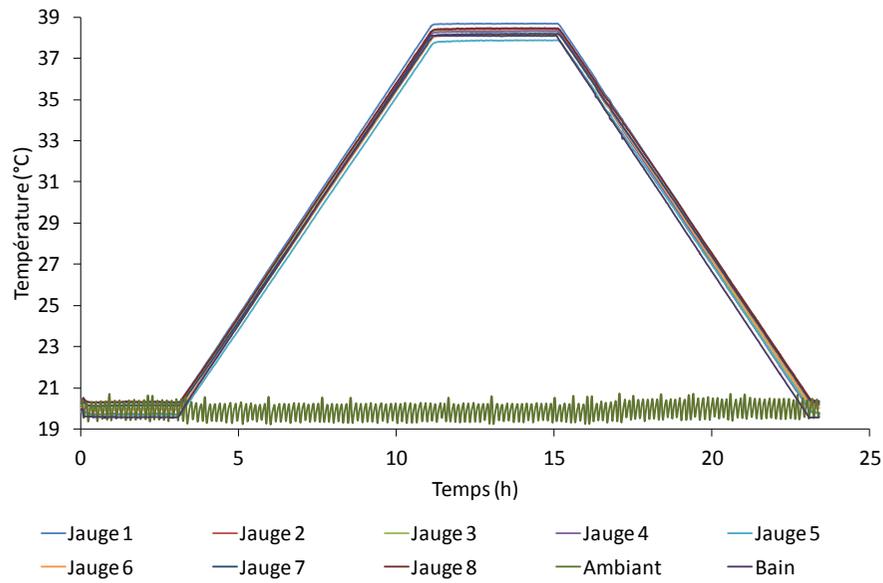


Figure III.3-1 : Evolution de la température lors de l'essai à vide du béton B3.

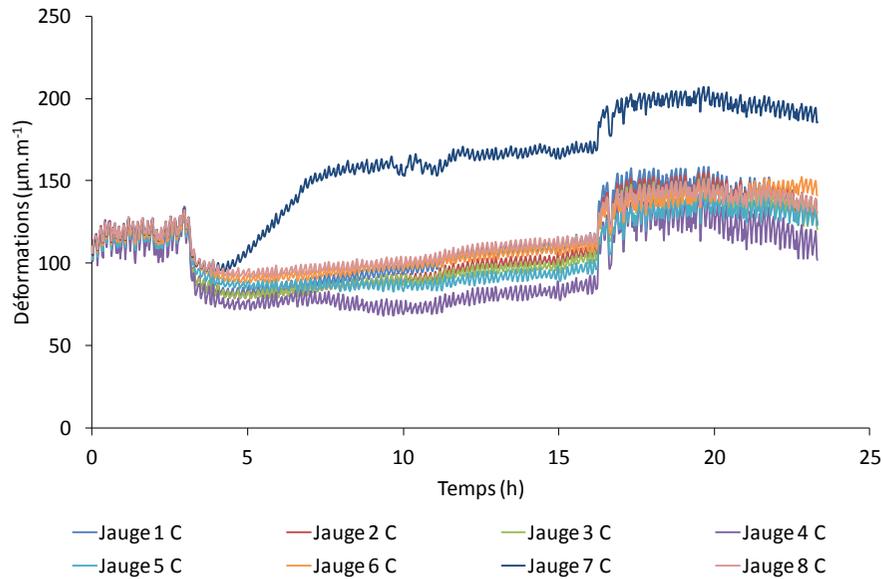


Figure III.3-3 : Déformations lors de l'essai à vide du béton B3, après la prise en compte de la correction thermique pour chaque jauge comme indiqué dans l'équation III.1-15.

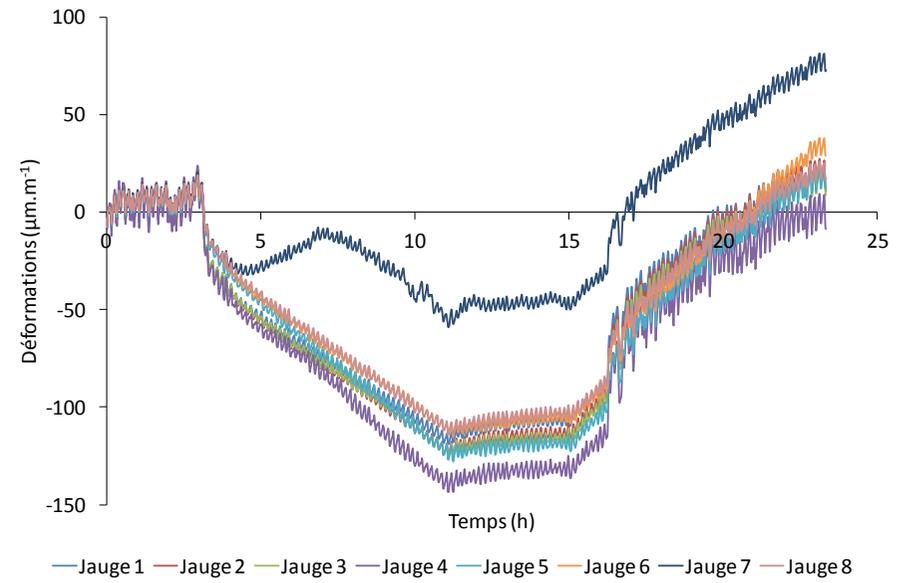


Figure III.3-2 : Déformations brutes mesurées lors de l'essai à vide du béton B3.

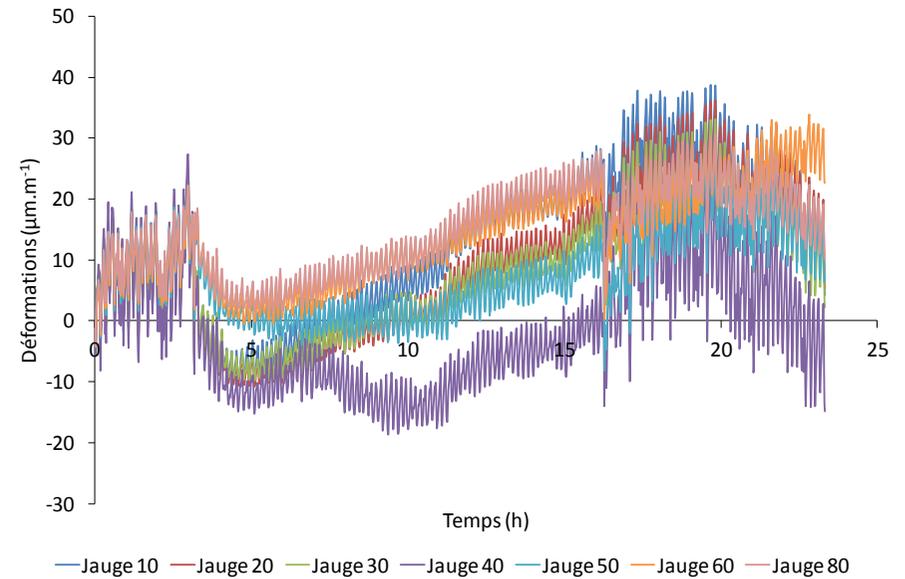


Figure III.3-4 : Déformations lors de l'essai à vide du béton B3, après la remise à zéro des jauges.

La Figure III.3-3 montre les déformations obtenues après correction selon l'équation III.1-15, en prenant  $\alpha_1$  égal à 4, et la Figure III.3-4 après recalage des valeurs à  $t_0$ . On remarque que les déformations brutes varient entre 100 et -150  $\mu\text{m.m}^{-1}$  alors qu'après correction thermique et recalage à zéro, les déformations ne varient plus qu'entre 40 et -20  $\mu\text{m.m}^{-1}$ , ce qui reste important pour un essai à vide. La correction n'est donc pas optimale malgré nos efforts. Les contraintes sont calculées selon l'équation III.1-14. Elles sont présentées sur la Figure III.3-5, avec une valeur inférieure à 1 MPa.

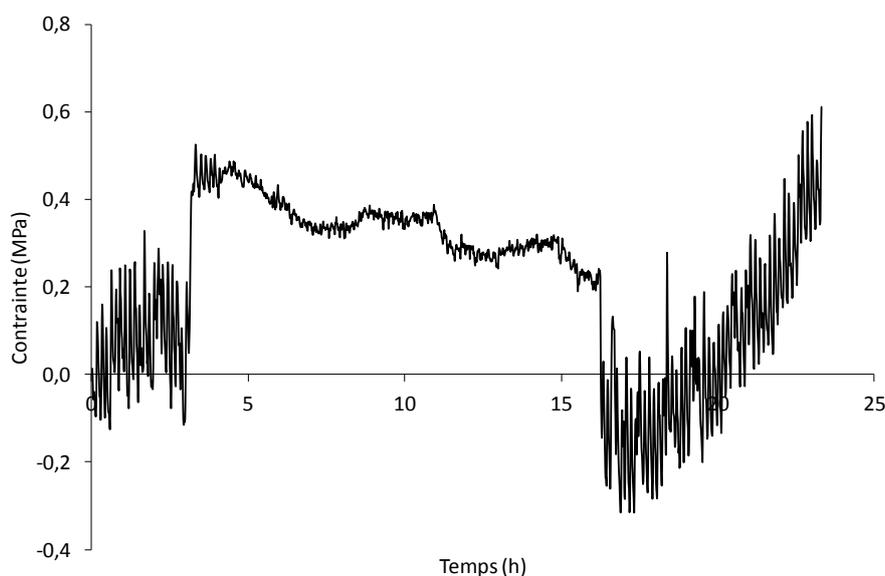


Figure III.3-5 : Contrainte obtenue lors de l'essai à vide du béton B3.

La même correction thermique sera donc appliquée sur les déformations mesurées lors de l'essai avec le béton B3 et les jauges acier. Dans un second temps, le béton B1 sera étudié avec les deux types de jauges.

## III.3.2. Essai en conditions réelles

### III.3.2.1. Analyse d'un béton

Après l'essai à vide, chaque béton a été testé en conditions réelles avec le cycle thermique QAB imposé cf. Figure III.3-6. Au début et à la fin du cycle thermique, une cassure de pente est visible, avec une variation de température plus rapide. Nous ne nous en sommes rendu compte qu'après essai, mais cela aura un effet sur les déformations mesurées. Pour autant, la température dans le béton suit bien la température imposée, avec un écart inférieur à 1 °C au maximum du pic de température. La Figure III.3-7 présente les déformations brutes mesurées sur le béton B3. Les jauges mesurent des déformations dans les mêmes plages de variation. Cependant, les jauges 5 et 6 mesurent moins de déformations à la fin de l'essai. La jauge 7 donne des valeurs nettement supérieures aux autres jauges, et la jauge 8 n'a pas fonctionné lors de l'essai, elle n'est donc pas présentée ici.

Après correction thermique en prenant en compte les coefficients trouvés lors de l'essai à vide, les déformations présentées sur Figure III.3-8 sont obtenues. Les déformations après recalage par rapport

au moment de percolation sont présentées sur la Figure III.3-9. Sur les deux dernières figures, les déformations mesurées par les jauges 7 et 8 ne sont pas représentées.

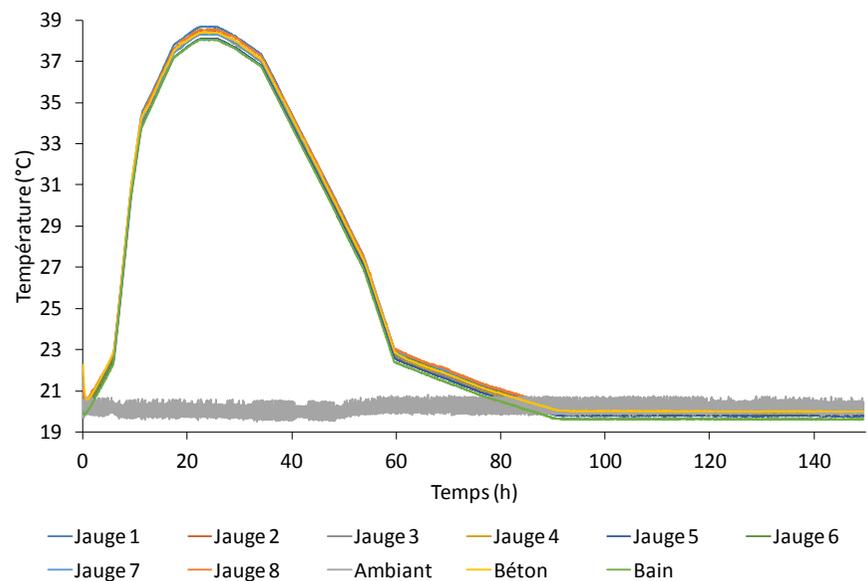


Figure III.3-6 : Cycle de température imposé lors de l'essai à l'anneau du béton B3.

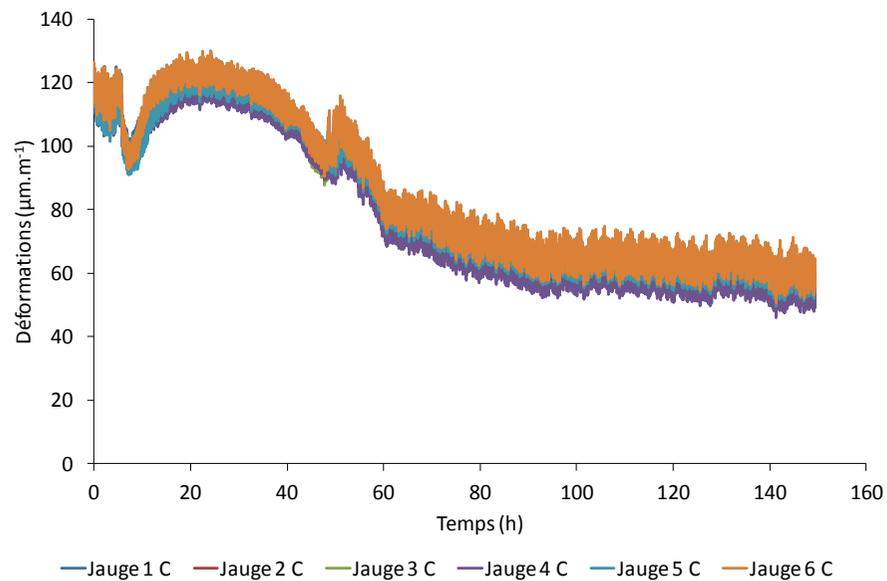


Figure III.3-8 : Déformations corrigées thermiquement du béton B3.

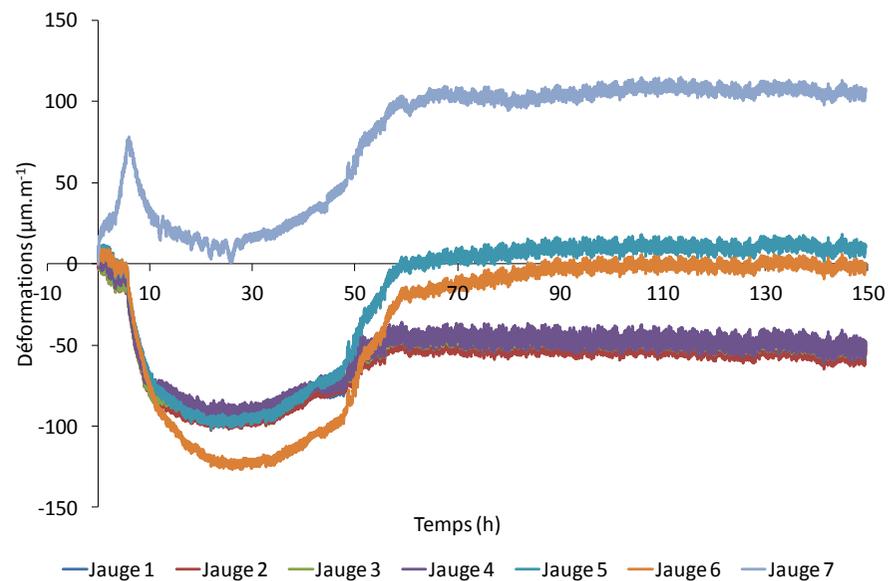


Figure III.3-7 : Déformations brutes du béton B3.

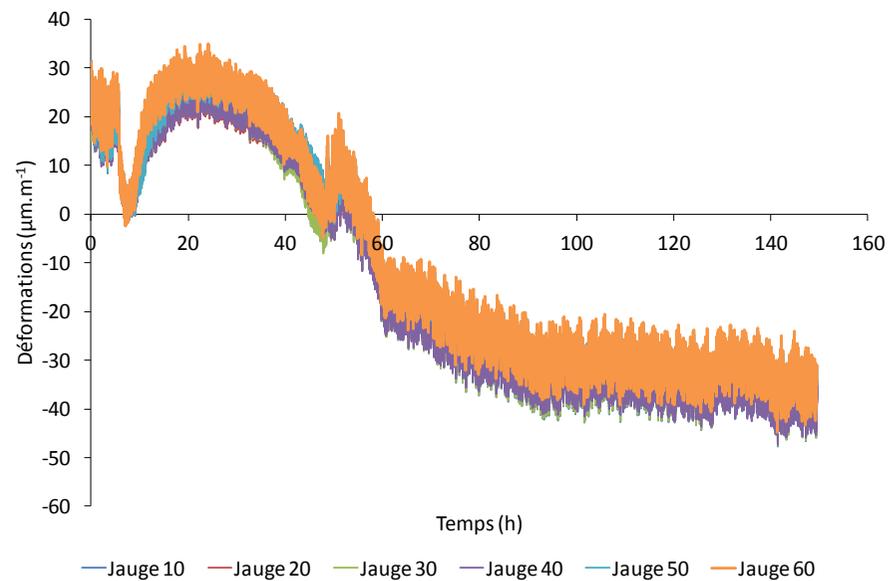


Figure III.3-9 : Déformations obtenues après correction thermique et recalage à zéro du béton B3.

On remarque que la correction thermique et la remise à zéro sont efficaces, et que, comme annoncé avec les deux changements de pente rapide en début et fin d'essai, les déformations présentent des sauts.

Une fois les déformations traitées, le calcul des contraintes développées dans le béton lors de l'essai est fait selon l'équation III.1-14 cf. Figure III.3-10. Comme pour les déformations, on remarque deux sauts et un bruit de fond assez important. Avant la prise du béton – proche de 7 h, il est considéré qu'il ne peut pas y avoir de contrainte dans celui-ci, même si après traitement, 2 MPa en compression sont mesurés au tout début de l'essai. Ensuite, lors de l'échauffement du béton – avec un maximum de température à 23 h, des contraintes de compression se développent. Cela est expliqué par le gonflement du béton, gêné par l'anneau externe en invar principalement. Aucune fissure n'est détectée à ce moment là car les résistances en compression du béton évoluent très rapidement au jeune âge. Après 23 h, la température dans le béton diminue, ce qui induit une diminution des contraintes de compression développées. En effet, avec la baisse de température, le béton se rétracte. Ainsi, vers 47 h, les contraintes s'inversent et deviennent des contraintes en traction jusqu'à atteindre 3,2 MPa à la fin de l'essai. Aucun décrochement sur les mesures de déformations et de contraintes n'a été observé. On en déduit donc que le béton n'a pas fissuré. Une étude de l'anneau en béton après démoulage n'a pas permis d'observer de fissure. Une comparaison de la courbe de contraintes générées avec les résistances en traction du béton a été faite dans le but d'expliquer la non-fissuration du béton. Pour cela, les mesures à l'anneau sont tracées en fonction du temps équivalent à 20 °C cf. Figure III.3-11. Ici, on remarque que la résistance en traction du béton B3 mesurée sur éprouvettes 16\*32 est toujours supérieure à la contrainte développée au cours de l'essai : à 28 jours, la résistance en traction du béton est de 5,4 MPa contre seulement 3,2 MPa développé dans l'anneau en béton. Il n'y a donc aucun risque de fissuration avec cette formulation contenant 12 % de fumée de silice.

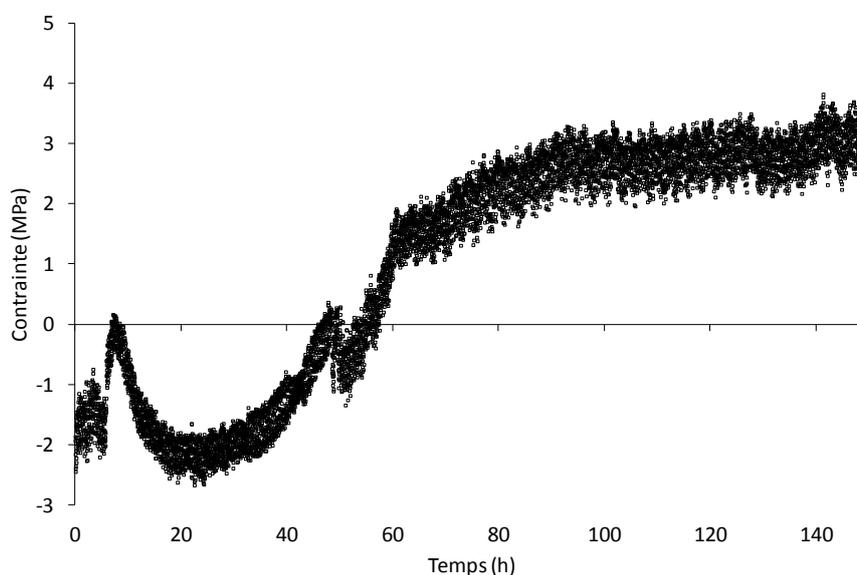


Figure III.3-10 : Contrainte développée dans l'anneau de béton B3 selon le temps.

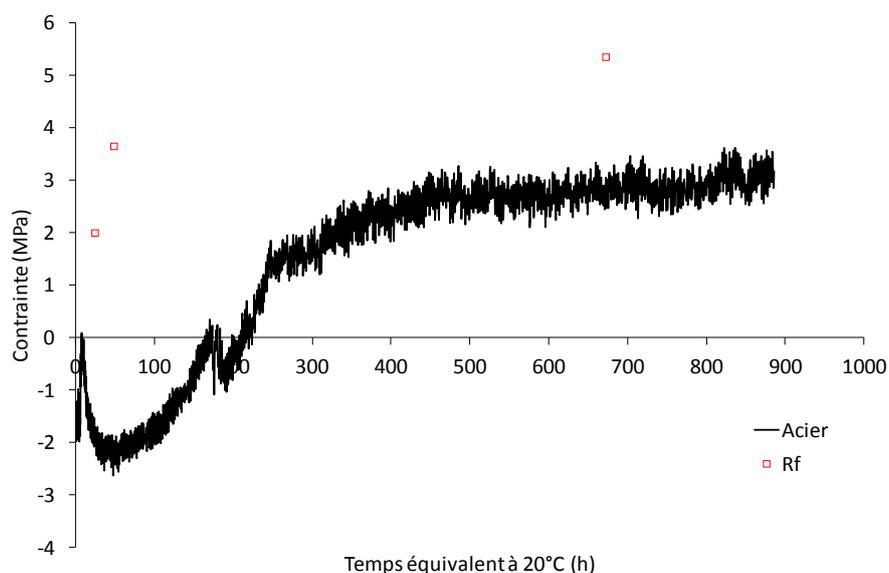


Figure III.3-11 : Contrainte développée dans l'anneau de béton B3 selon le temps équivalent à 20 °C.

Le Tableau III.3-1 récapitule les coefficients de correction thermique des jauges acier utilisés pour chaque béton. Les valeurs des coefficients de correction thermique obtenues sont arbitraires selon les variations de température dans l'anneau mais aussi dans la pièce durant l'essai.

Béton	Coefficient de correction $\alpha_1$ interne ( $\mu\text{m.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ )	Coefficient de correction $\alpha_1$ externe ( $\mu\text{m.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ )
B1	3	4
B2	3	4
B3	4	4
B4	1	3
B5	2	5
B6	2	5
B7	2	3
B8	2	3
B9	3	4

Tableau III.3-1 : Coefficients de correction thermique  $\alpha_1$  des essais à l'anneau pour les jauges acier.

Les autres résultats obtenus pour les bétons formulés sont présentés en Annexe T.

### III.3.3. Comparaison des jauges acier et des jauges quartz

Comme il a été possible de le voir dans la partie précédente, les jauges acier sont très sensibles aux variations de température durant l'essai, ce qui ne facilite ni la mesure ni l'interprétation des résultats. De ce fait, il a donc été décidé de tester de nouvelles jauges ayant un coefficient de dilatation thermique plus faible : les jauges quartz. Le béton B1 a été étudié avec les deux types de jauges – acier et invar – afin de les comparer.

### **III.3.3.1. Essai à vide**

Les Figure III.3-12 et Figure III.3-14 présentent les déformations brutes obtenues lors de l'essai à vide du béton B1 avec respectivement les jauges acier et les jauges quartz. Les déformations mesurées avec les jauges acier varient de 0 à 80  $\mu\text{m.m}^{-1}$  alors que les jauges quartz ne donnent des déformations ne variant que de 10  $\mu\text{m.m}^{-1}$ .

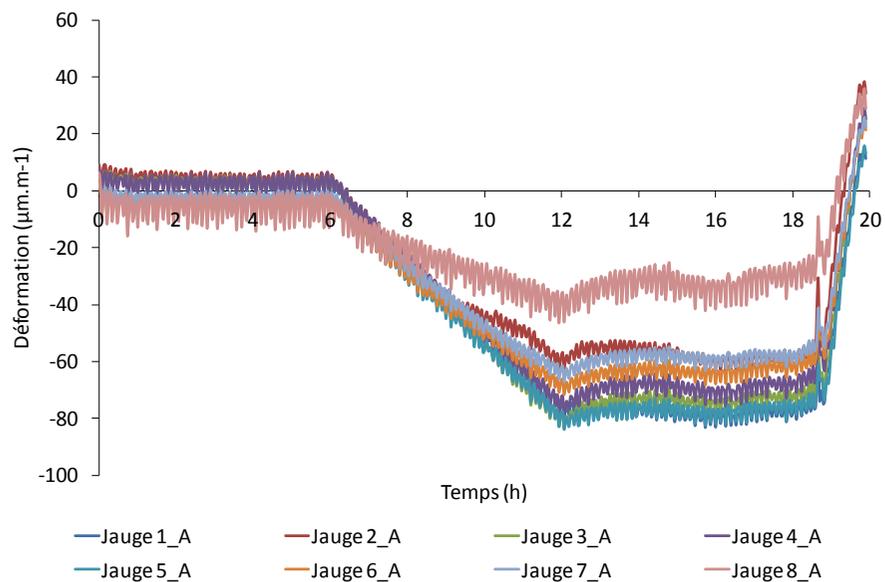


Figure III.3-12 : Déformation brute à vide - jauges acier - du béton B1.

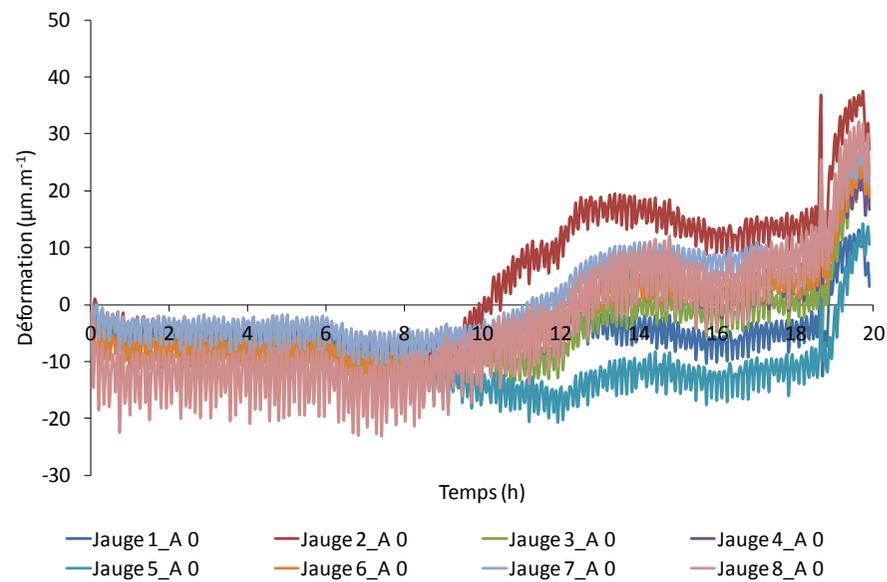


Figure III.3-13 : Déformation à vide après correction thermique et recalage à zéro - jauges acier - du béton B1.

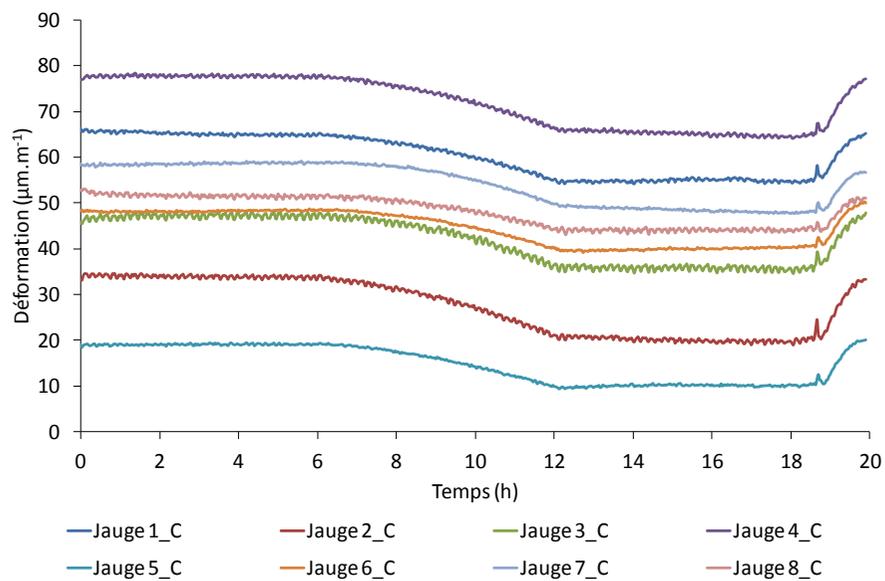


Figure III.3-14 : Déformation brute à vide - jauges quartz - du béton B1.

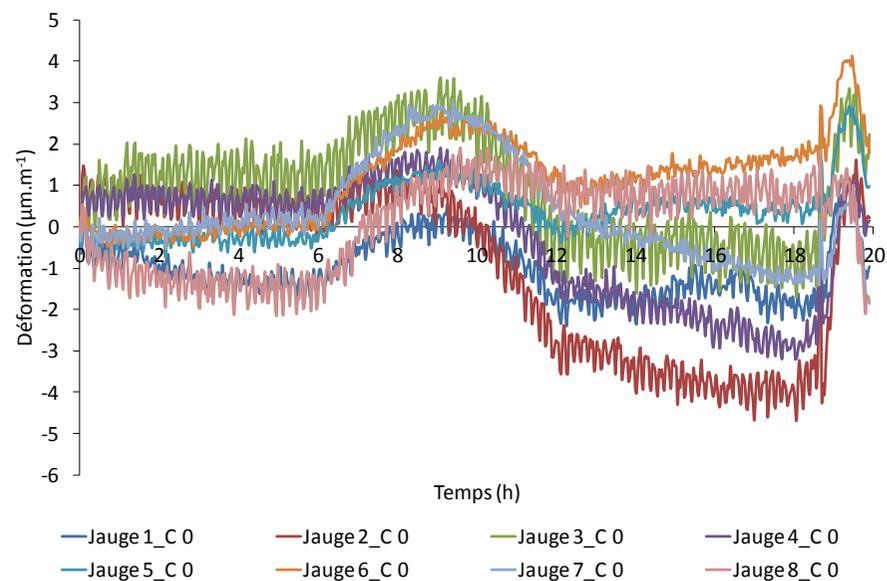


Figure III.3-15 : Déformation à vide après correction thermique et recalage à zéro - jauges quartz - du béton B1.

Une fois la correction thermique appliquée, et le recalage à zéro, les Figure III.3-13 et Figure III.3-15 sont obtenues. Pour les jauges quartz, la meilleure correction est obtenue pour des coefficients  $\alpha_1$  égaux à -1,5 en interne et externe.

La Figure III.3-16 présente le cycle thermique imposé lors de l'essai à vide du béton B1, avec une montée à la température maximale mesurée en QAB, égale à 33 °C.

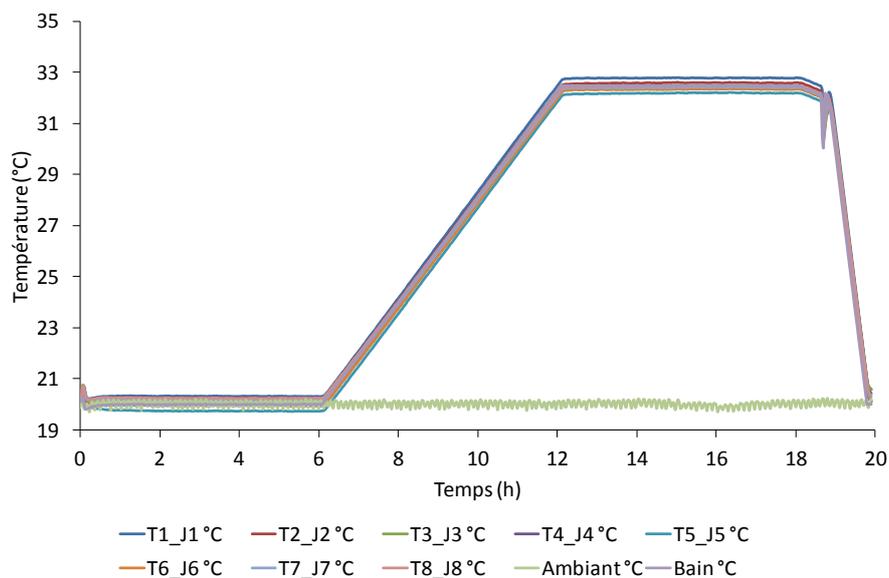


Figure III.3-16 : Cycle thermique imposé lors de l'essai à vide du béton B1.

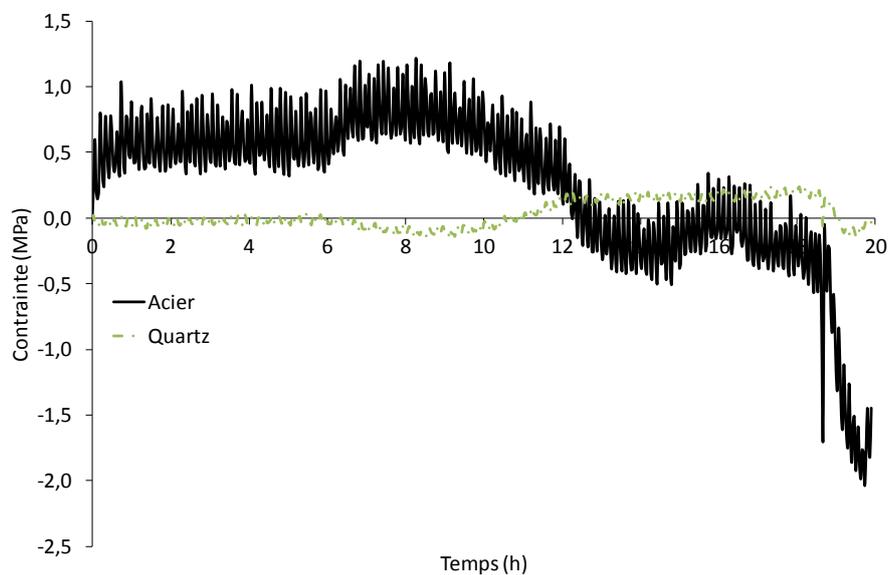


Figure III.3-17 : Comparaison des contraintes obtenues à vide selon le type de jauges du béton B1.

La Figure III.3-17 présente les contraintes obtenues à vide pour le béton B1, selon les deux types de jauges. Malgré les corrections effectuées, les contraintes générées sont de l'ordre du MPa pour les jauges acier alors que pour les jauges quartz, la contrainte reste inférieure à 0,3 MPa. Cette différence

est expliquée par le plus grand effet de la température sur les jauges acier. Les 2 mesures réelles sont présentées dans la partie suivante afin de voir la différence dans un cas réel avec du béton.

### **III.3.3.2. Essai en conditions réelles**

Les Figure III.3-18 et Figure III.3-20 présentent respectivement les déformations brutes mesurées par les jauges acier et jauges quartz pour le béton B1. Comme lors de l'essai à vide, on remarque que les déformations mesurées avec les jauges acier sont plus importantes qu'avec les jauges quartz. Ceci est normal étant donné le plus faible coefficient de dilatation thermique des jauges quartz.

Les déformations après correction thermique et recalage à zéro pour les deux types de jauges sont présentées sur les Figure III.3-19 et Figure III.3-21. On constate que pour les jauges acier, les déformations varient entre 20 et  $-120 \mu\text{m.m}^{-1}$  alors que pour les jauges quartz, les déformations ne varient qu'entre 0 et  $-90 \mu\text{m.m}^{-1}$ .

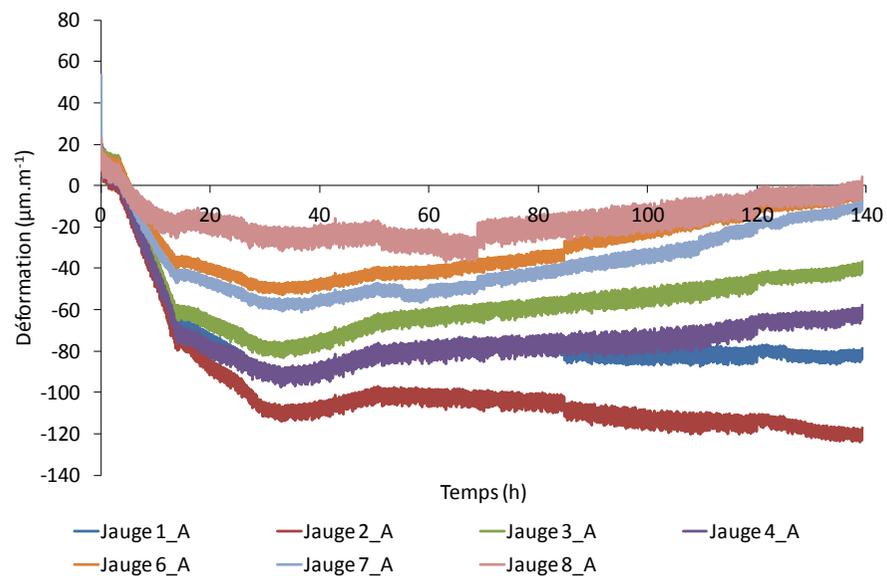


Figure III.3-18 : Déformation brute – jauges acier – du béton B1.

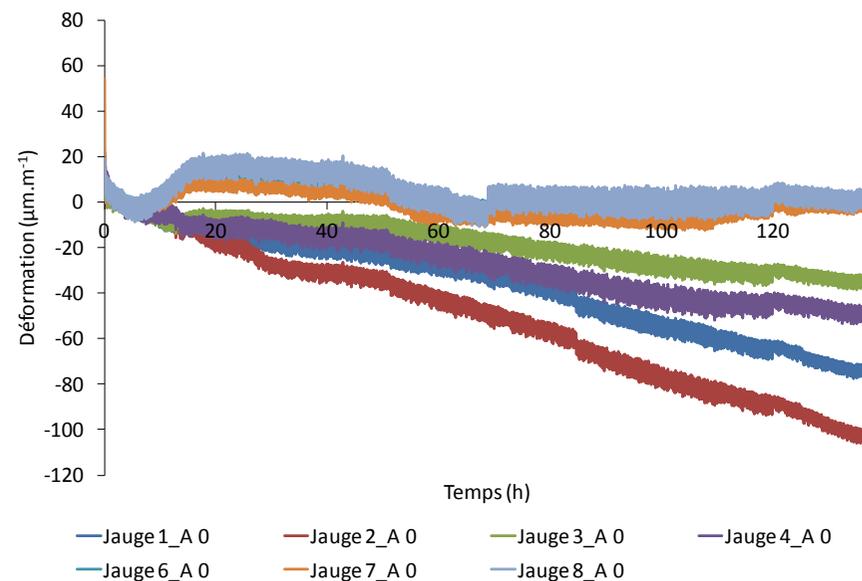


Figure III.3-19 : Déformation après correction thermique et recalage à zéro – jauges acier – du béton B1.

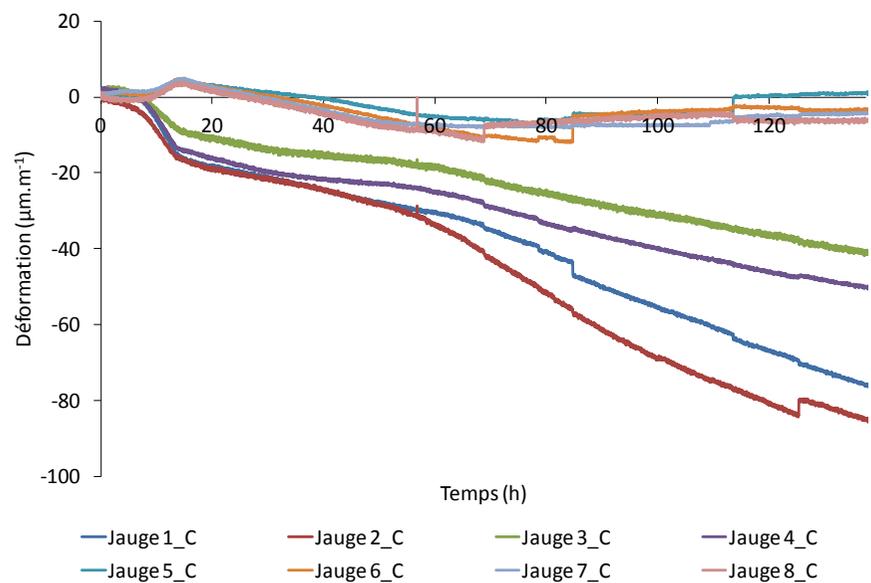


Figure III.3-20 : Déformation brute – jauges quartz – du béton B1.

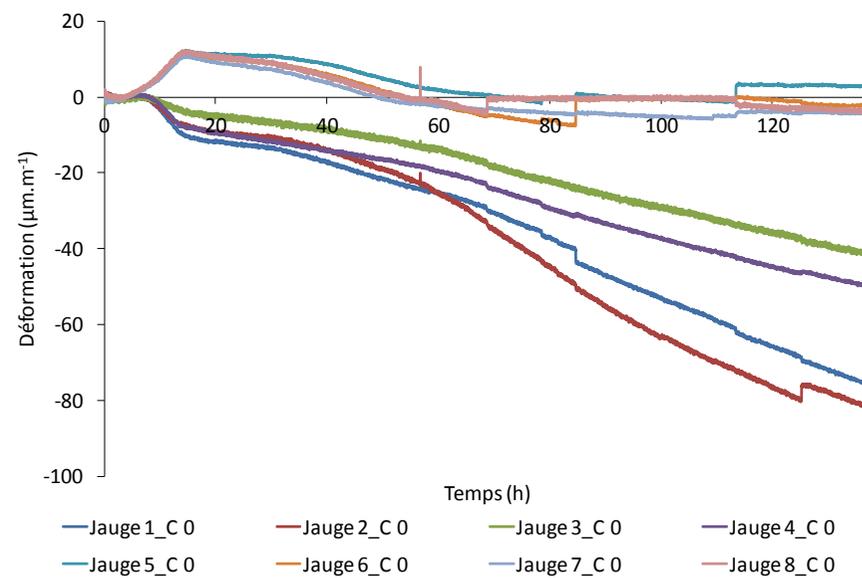


Figure III.3-21 : Déformation après correction thermique et recalage à zéro – jauges quartz – du béton B1.

La Figure III.3-22 montre le cycle thermique imposé lors de l'essai à l'anneau pour le béton B1. La montée en température se déroule durant les 40 premières heures après la gâchée, jusqu'à atteindre une température de 33 °C.

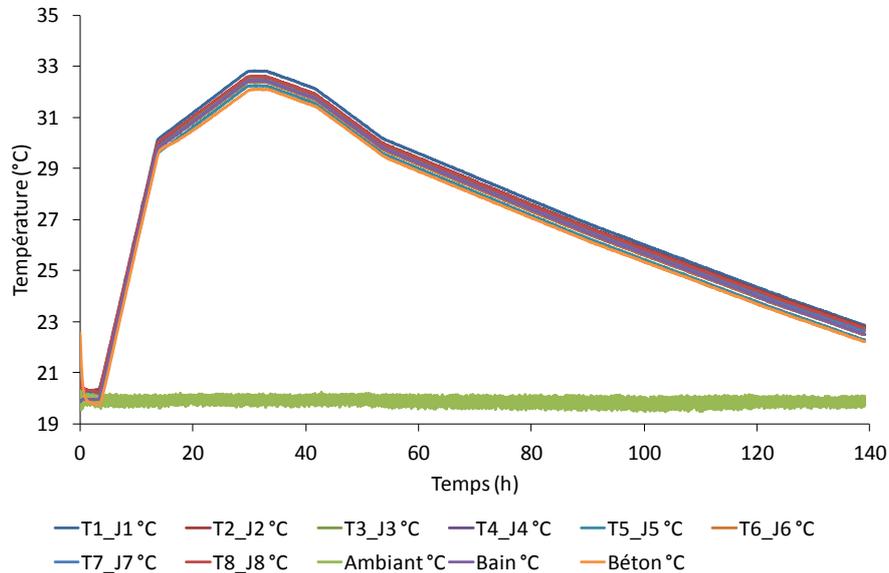


Figure III.3-22 : Cycle thermique imposé lors de l'essai avec le béton B1.

Les contraintes sont ensuite comparées selon les types de jauges en fonction du temps réel sur Figure III.3-23 et du temps équivalent à 20 °C sur la Figure III.3-24. On remarque que les contraintes tendent vers 3 MPa quel que soit le type de jauge, avec cependant une différence d'évolution au cours du temps. En effet, les jauges quartz, ne détectent que très peu de contrainte en compression. De plus, la contrainte obtenue avec les jauges quartz oscillent moins, ce qui est expliqué par la plus faible dépendance des jauges à la température.

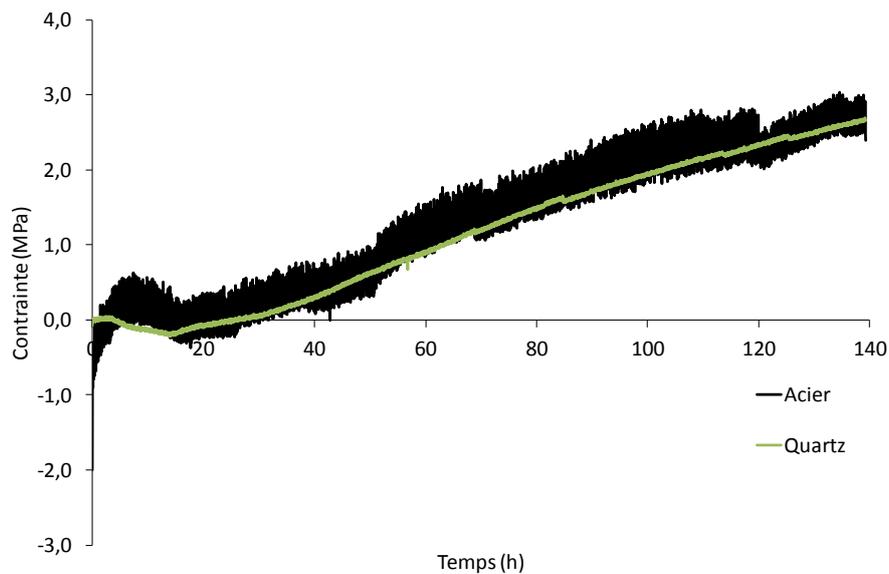


Figure III.3-23 : Contrainte générée dans le béton B1 avec différents types de jauges.

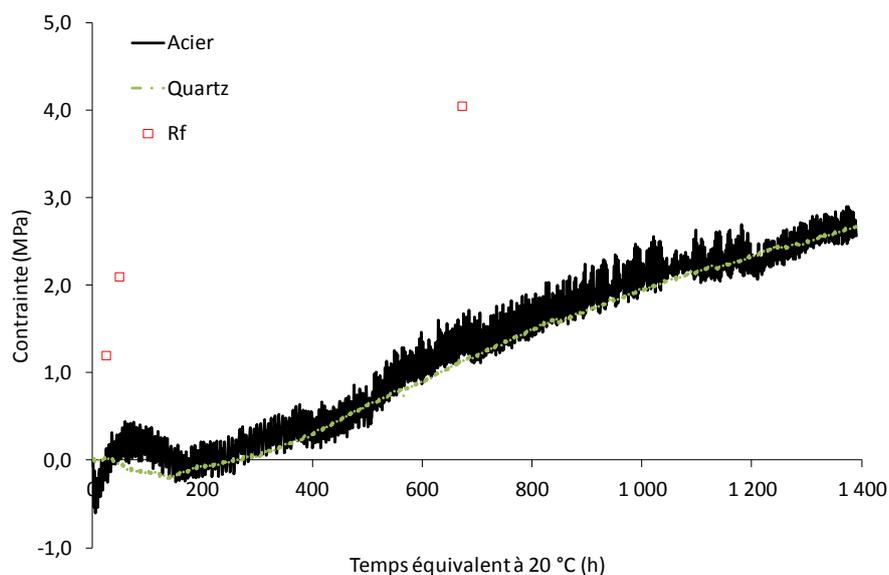


Figure III.3-24 : Contrainte générée dans le béton B1 et résistances en traction selon le temps équivalent à 20 °C pour différents types de jauges.

Lorsque l'on compare les valeurs des contraintes au cours du temps avec les valeurs de résistances en traction du béton, la contrainte générée dans le béton par le retrait gêné ne dépasse jamais la résistance en traction du béton : le béton B1 ne fissure donc pas, ce qui est en accord avec l'absence de fissure observée sur l'anneau en béton.

Béton	Coefficient de correction $\alpha_1$ interne ( $\mu\text{m.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ )	Coefficient de correction $\alpha_1$ externe ( $\mu\text{m.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ )
B1	-1,5	-1,5
B2	-1,5	-1,5
R1bis	0,5	0,5

Tableau III.3-2 : Coefficients de correction thermique  $\alpha_1$  pour les jauges quartz des bétons B1, B2 et R1bis.

### III.3.3.3. Conclusion

L'utilisation de deux types de jauges – acier et quartz – a montré que le coefficient de dilatation thermique de celles-ci a une influence sur les déformations et donc les contraintes mesurées au cours du temps. Les jauges quartz, moins sensibles à la température, ne mesurent que de très faibles contraintes en compression, développées lors de l'échauffement du béton, ce qui est en accord avec les essais de Schlitter [Schlitter, et al., 2010].

### III.3.3.4. Conclusion

L'utilisation de l'essai à l'anneau BT-Ring permet d'évaluer le risque de fissuration du béton. En effet, avec le béton R1bis, les déformations induites par l'échauffement lors de l'hydratation sont assez gênées par les anneaux en invar pour entraîner la fissuration du béton. Cette fissuration est expliquée par le développement de contrainte en traction supérieure aux résistances en traction du béton lui-même à cet âge. En comparaison avec le béton B1 et B3 présentés avant, la température mesurée en QAB lors de l'hydratation du béton R1bis est de 20 °C supérieure, ce qui entraîne ainsi le

développement de déformations et contraintes plus élevées. Il serait aussi intéressant de comparer les évolutions des autres propriétés du béton R1bis telles que les déformations endogènes, le module d'Young ou le fluage.

### **III.3.4. Influence de la formulation sur les risques de fissuration**

Les 9 bétons testés avec l'anneau n'ont pas fissuré. On remarque cependant des différences entre eux : le potentiel de risque de fissuration n'atteint pas le même niveau selon le béton. Plus le béton est substitué en addition lente à réagir (laitier et cendres volantes), plus la contrainte se développe lentement et la valeur limite atteinte à la fin de l'essai est faible. On peut donc dire que les bétons les moins substitués et donc ayant un échauffement thermique plus élevé ont un potentiel de fissuration supérieur si la moindre contrainte – phénomènes physiques tels que le séchage ou phénomènes mécaniques impliqués par la forme de la structure cf. voile... - dans la structure massive est ajoutée.

L'essai avec le béton R1bis, dont l'échauffement thermique est de 20 °C supérieur au plus réactif de nos bétons, met bien en évidence l'effet majeur de la chaleur d'hydratation sur la fissuration du béton. Plus le béton est exothermique, plus celui-ci a de risques de fissurer s'il est utilisé dans les ouvrages d'art dont les déformations sont gênées.

## **III.4. Conclusion**

Dans ce chapitre, 9 bétons ont été étudiés au jeune âge c'est-à-dire durant les 7 premiers jours de leur hydratation, avec une mesure du module d'Young statique et dynamique, des déformations endogènes, du fluage sous chargement et du risque de fissuration.

Le risque de fissuration est évalué à l'aide d'un nouvel essai avec deux anneaux en invar entre lesquels est coulé du béton. Ces deux anneaux sont soumis aux variations de température du béton mesurées en QAB. Lors de l'échauffement du béton, un gonflement se produit et est gêné par l'anneau externe en invar dont le coefficient de dilatation est plus faible que le béton. Cela entraîne le développement de contrainte en compression. Lorsque le béton refroidit, celui-ci se rétracte. Cette fois-ci, c'est l'anneau interne qui empêche le retrait et génère des contraintes en traction. C'est lors du refroidissement du béton et le développement des contraintes en traction que le béton peut fissurer. La fissure a lieu lorsque la contrainte devient supérieure à la résistance en traction du béton. Les 9 bétons formulés dans cette thèse n'ont pas fissuré contrairement au béton R1bis. Ceci s'explique par une chaleur générée par nos bétons sensiblement plus faible que celle du béton R1bis – entre 23,5 et 49,6 kJ.kg<sup>-1</sup> contre 64,2 kJ.kg<sup>-1</sup> à l'essai QAB.

L'utilisation de l'essai BT-Ring pour évaluer le risque de fissuration a pour avantages de mettre en action tous les phénomènes qui entrent en jeu au jeune âge du béton : évolution de l'échauffement thermique, du module d'Young, des déformations endogènes et du fluage. L'imposition de la température mesurée par QAB durant l'hydratation du béton reflète l'échauffement thermique produit dans une structure massive. Cet essai n'est cependant pas totalement une preuve de non fissuration du béton s'il était utilisé en structure massive. BT-Ring met certes en jeu un volume similaire à celui

d'une éprouvette 16\*32 utilisée pour les mesures de dégagement de chaleur par QAB, mais la vraie question à se poser reste par rapport à une structure massive. En effet, au niveau de la peau d'une pièce massive, la température, donc le degré d'hydratation du béton n'est pas la même qu'au cœur, contrairement à ce qui est mesuré en QAB et imposé dans l'essai BT-Ring. Ceci implique une évolution différente des résistances mécaniques et des déformations au cours du temps, selon le choix de l'étude (cœur ou peau du béton). Il est donc nécessaire de poursuivre cette étude et analyse avec une modélisation de cet essai. Pour cela, le logiciel de calcul CESAR est utilisé, en prenant en compte l'évolution des propriétés mécaniques – module d'Young, déformations endogènes, fluage – et thermiques – température lors de l'hydratation du béton. Ces résultats sont présentés dans le chapitre suivant.

Pour autant, cette étude, et surtout l'essai à l'anneau a principalement mis en évidence l'importance de la limitation de l'élévation de la température lors de l'hydratation d'un béton. En effet, les 9 formulations de béton étudiées n'ont pas fissuré, malgré la fabrication et l'utilisation d'une grande quantité de ciments – dont pour certains, la chaleur d'hydratation est élevée. La discrimination par rapport au ciment est donc faible, comparée à la formulation du béton. Pour les pièces massives, il est donc important de bien formuler le béton de manière à limiter cet échauffement. Pour cela, il est possible de substituer le ciment par des additions moins réactives, ou plus lentes dans le temps – laitier ou cendres volantes, d'augmenter le rapport E/L, ou plus simplement de limiter la quantité de pâte dans la formulation béton. Il est donc important d'optimiser le squelette granulaire afin de maximiser la compacité et donc de minimiser la quantité de pâte ou matière réactive impliquant l'échauffement thermique. Ainsi, l'utilisation d'un ciment très exothermique n'est pas exclue tant que la formulation béton est aussi optimisée vis-à-vis du dégagement de chaleur.



## CHAPITRE IV. SIMULATION NUMERIQUE DE L'ESSAI BT-RING

Dans le chapitre précédent, 10 bétons ont été étudiés au jeune âge - avec un suivi du module d'Young statique et dynamique en continu, du fluage et des déformations endogènes, et une évaluation du risque de fissuration avec un nouvel essai nommé BT-Ring mettant en jeu tous ces phénomènes.

A la suite de cela, il a été décidé de poursuivre la réflexion en modélisant l'essai à l'anneau par éléments finis avec le logiciel de calculs CESAR. Dans le but de prendre en compte au mieux l'échauffement thermique du béton et l'évolution des caractéristiques mécaniques du matériau, deux modules de calculs de CESAR sont utilisés : TEXO et MEXO. Le module TEXO permet de calculer le champ de température et le champ de degré d'hydratation, de manière à exprimer l'évolution mécanique du matériau. Les résultats sont ensuite utilisés dans le module MEXO afin de déterminer les champs de déplacement et de contraintes pour prédire les risques de fissuration au jeune âge [Ulm, 1996]. Dans cette partie ne sont pas présentés les aspects algorithmiques du calcul qui dépassent le cadre de la thèse, mais seulement la modélisation et la comparaison avec l'expérimental de 3 bétons – B1, B3 et R1bis. Leurs formulations sont détaillées dans les Tableau III.4-1 et Tableau III.4-2.

N° formulation	B1	B3
Type A	S	SF
Type C	C3	C2
Liant (kg)	360	360
A/A+C	0,50	0,12
0 - 4	873	867
4 - 11	349	347
11 - 22	715	713
E/L	0,375	0,375
Adjuvant (%)	0,518	1,15

Tableau III.4-1 : Formulations des bétons B1 et B3 pour un m<sup>3</sup>.

Constituants	R1bis (kg)
Ciment_R_2012	410
Eau	203
Sable_NR_2016	864
Gravillon_NR 4/8	100
Gravillon_NR 8/12	829
K <sub>2</sub> O	1,75
E/C	0,46

Tableau III.4-2 : Formulation du béton R1bis pour un m<sup>3</sup>.

## IV.1. Présentation du modèle utilisé

L'évolution des températures dans les structures en béton au jeune âge peut être modélisée par éléments finis. L'analyse des phénomènes physiques montre que l'on peut découpler l'effet thermique des effets mécaniques<sup>2</sup>.

### IV.1.1. Modélisation du comportement thermo-chimique

La modélisation des effets thermiques de la réaction d'hydratation se fait dans CESAR (module TEXO) au moyen de l'équation de la chaleur IV.1-1:

$$C_{th} \frac{dT}{dt} + k \nabla^2 T = \dot{Q} \quad \text{IV.1-1}$$

Avec :  $C_{th}$  la capacité calorifique du béton ( $\text{J} \cdot \text{mm}^{-3} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ ),  
 $k$  la conductivité thermique ( $\text{J} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{mm}^{-1} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$ ),  
 $\dot{Q} = \frac{Q_\infty}{\xi_\infty} \frac{d\xi}{dt}$  le taux de chaleur généré par l'hydratation du ciment ( $\text{J} \cdot \text{mm}^{-3} \cdot \text{h}^{-1}$ ),  
 $T$  la température ( $^\circ\text{C}$ ),  
 $t$  le temps (h),  
 $\xi$  le degré d'hydratation de la réaction.

Le degré d'hydratation est défini par l'équation IV.1-2 :

$$\xi = \xi_\infty \frac{Q(t)}{Q_\infty} \quad \text{IV.1-2}$$

Avec :  $\xi_\infty$  le degré d'hydratation maximal,  
 $Q_\infty$  la chaleur maximale atteinte compte tenu de la formulation ( $\text{J} \cdot \text{mm}^{-3}$ ).

On peut estimer la chaleur à l'infini selon l'équation IV.1-3 :

$$Q = Q_\infty \cdot \exp\left(-\left(\frac{t}{\tau}\right)^\beta\right) \quad \text{IV.1-3}$$

Avec :  $Q_\infty$  la chaleur d'hydratation à l'infini ( $\text{J} \cdot \text{g}^{-1}$ ),  
 $\tau$  le temps caractéristique (h),  
 $\beta$  un paramètre.

Le degré d'hydratation final est estimé selon l'équation empirique IV.1-4 proposée par Waller [Waller, 1999] :

$$\xi_\infty = 1 - e^{-3,3e/c} \quad \text{IV.1-4}$$

---

<sup>2</sup> En fait un couplage existe : les dissipations mécaniques se font en partie sous forme thermique. Cet apport est toutefois négligeable devant l'apport dû aux réactions chimiques.

Les données nécessaires pour résoudre ce problème sont la conductivité thermique, la capacité calorifique et la chaleur d'hydratation et sa cinétique.

#### IV.1.1.1. La conductivité thermique $k$

La conductivité thermique d'un béton dépend de nombreux paramètres qui ne sont pas toujours constants : la teneur en eau du béton, le type de granulats, la porosité, la température, le degré d'avancement de l'hydratation [Mounanga, et al., 2006]. Il existe différentes formules pour tenir compte de ces paramètres. Mais, d'une part, ce paramètre varie peu pendant l'hydratation et, d'autre part, des calculs sur structures montrent qu'en faisant varier ces paramètres, cela n'entraîne que des différences marginales sur les températures calculées. On peut donc garder constante la valeur de la conductivité thermique (autour de  $2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Toutefois, un paramètre est à considérer dans l'évaluation de la conductivité thermique, c'est le pourcentage d'armatures. En effet, l'acier est beaucoup plus conducteur que le béton et dans les structures très ferraillées, il importe d'en tenir compte ( $k$  peut atteindre jusqu'à  $3 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  [Acker, et al., 2008]).

#### IV.1.1.2. La capacité calorifique $C_{th}$

La capacité thermique est égale au produit de la masse volumique par la capacité thermique massique du béton. Elle dépend donc de la composition du béton, notamment du type de granulats, mais aussi de la teneur en eau, du degré d'avancement de la réaction d'hydratation, de la température [Waller, 1999]. Pour les besoins de la pratique, on peut la considérer constante, égale à  $2,4 \text{ J. cm}^{-3}.\text{°C}^{-1}$ , ou bien la calculer à partir de la composition du béton.

#### IV.1.1.3. La chaleur d'hydratation $Q$ et sa cinétique $\dot{Q}$

La chaleur d'hydratation et sa cinétique dépendent de nombreux paramètres de formulation (type de ciment, finesse du ciment, rapport eau sur ciment, additions, adjuvants) et de la température du béton par le biais d'une loi de type Arrhenius :

$$\dot{\xi}(t) = \tilde{A}(\xi) \exp\left(-\frac{E_a}{RT(t)}\right) \quad \text{IV.1-5}$$

Avec :  $\tilde{A}(\xi)$  l'affinité chimique de la réaction d'hydratation ( $\text{h}^{-1}$ ),  
 $E_a$  l'énergie d'activation ( $\text{J.mol}^{-1}$ ),  
 $R$  la constante des gaz parfaits égale à  $8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ,  
 $T$  la température (absolue) du béton (K).

L'affinité peut être déterminée à l'aide d'un essai adiabatique cf. partie II.3.2.3 du chapitre II, par la relation IV.1-6 obtenue en combinant les équations IV.1-2 et IV.1-5 :

$$\tilde{A}(\xi) = \dot{Q} \frac{\xi_\infty}{Q_\infty} \exp\left(\frac{E_a}{RT(t)}\right) \quad \text{IV.1-6}$$

La loi d'Arrhénius est fondamentale dans la modélisation du béton au jeune âge. Elle a deux conséquences. La première est que le paramètre  $Q$  (ou  $\xi$ ) ne peut pas être éliminé entre les équations IV.1-2 et IV.1-5. En d'autres termes, l'état thermique du béton ne peut être décrit uniquement à l'aide

de l'historique de température du béton. On a besoin de connaître la quantité de chaleur dégagée  $Q(t)$  ou le degré d'hydratation  $\xi(t)$ . La seconde est que la cinétique de  $Q$  et  $\xi$  dépendent de la température. Le problème thermique linéaire devient donc thermique non linéaire. La loi d'Arrhénius est une véritable loi d'évolution du degré d'hydratation, caractéristique de chaque béton. Celui-ci est considéré comme une inconnue du problème au même titre que la température dans le problème thermo-chimique.

#### IV.1.2. Modélisation du comportement mécanique au jeune âge

Après avoir fait le calcul thermique, un calcul mécanique peut être enchaîné avec le module MEXO de CESAR. Dans ce travail, nous avons utilisé la loi de comportement incrémentale présentée ci-dessous cf. équation IV.1-7 :

$$\dot{\sigma} = \mathbf{C}(\xi) \dot{\varepsilon}_{el} = \mathbf{C}(\xi)(\dot{\varepsilon} - \dot{\varepsilon}_{au} - \dot{\varepsilon}_{th} - \dot{\varepsilon}_{bc}) \quad \text{IV.1-7}$$

Avec :  $\sigma$  le tenseur de contrainte,

$\varepsilon$  le tenseur de déformation,

$\mathbf{C}$  le tenseur de rigidité dépendant de  $E(\xi)$  – le module d'élasticité - et du coefficient de Poisson supposé constant,

$\varepsilon_{au}$  le retrait endogène,

$\varepsilon_{th}$  la déformation thermique,

$\varepsilon_{bc}$  la déformation de fluage propre.

Dans la littérature, plusieurs travaux prennent en compte l'endommagement du béton en plus des déformations différées et thermiques cf. par exemple le modèle de Mazars utilisé dans Code\_Aster [Hamon, 2013], la thèse de Briffaut [Briffaut, 2010], l'article de Benboudjema et Torrenti [Benboudjema and Torrenti, 2008] ou celui de Omar et al. [Omar, et al., 2004]) et/ou de la plasticité, mais cette possibilité n'est pas encore développée dans CESAR.

Pour les paramètres de l'équation IV.1-7 on fait les hypothèses suivantes :

- Le coefficient de dilatation thermique  $\alpha$  est supposé constant. C'est une simplification mais les résultats expérimentaux montrent que très rapidement la variation de ce paramètre devient faible [Delsaute, et al., 2016]. On a donc la relation IV.1-8 :

$$\dot{\varepsilon}_{th} = \alpha \dot{T} \quad \text{IV.1-8}$$

- L'évolution du retrait endogène est supposée linéaire avec le degré d'hydratation. C'est clairement une forte simplification au vu des résultats expérimentaux pour nos bétons (cf. partie III.2.4 du chapitre III). Ce point pourrait être amélioré dans le futur. Ici on a donc la relation IV.1-9 :

$$\dot{\varepsilon}_{au} = \beta \dot{\xi} \quad \text{IV.1-9}$$

- Le module d'élasticité évolue avec le degré d'hydratation en utilisant la relation proposée par de Schutter cf. équation IV.1-10 [De Schutter and Taerwe, 1996] :

$$E(\xi) = E_{\infty} \left( \frac{\xi - \xi_0}{\xi_{\infty} - \xi_0} \right)^a \quad \text{IV.1-10}$$

Avec :  $\xi_0$  correspond au seuil de percolation mécanique [Stefan, et al., 2010, Torrenti and Benboudjema, 2005],

$a$  est un paramètre de calage.

- L'analyse de nombreux résultats expérimentaux, y compris au jeune âge, montre que le fluage propre évolue en fonction du temps avec une relation du type IV.1-11 [Delsaute, et al., 2017, Leroy, et al., 2017, Torrenti and Le Roy, 2017] :

$$\varepsilon_{bc} = \frac{\sigma}{C} \log \left( 1 + \frac{t - t_0}{\tau_0(\xi)} \right) \quad \text{IV.1-11}$$

Avec :  $C$  un paramètre indépendant du degré d'hydratation (et donc de l'âge de chargement),  
 $\tau_0$  un temps dépendant du degré d'hydratation  $\xi$ .

L'application de cette relation au chapitre III a montré qu'elle est également bien adaptée pour nos bétons. Toutefois, pour une utilisation dans un code éléments finis avec une formulation incrémentale, elle est assez compliquée à mettre en œuvre lorsque la contrainte varie et que l'on doit se placer dans le cadre du principe de superposition. Dans ce cas, on préfère souvent utiliser des éléments rhéologiques de type Kelvin Voigt (KV). En effet, avec ce type d'éléments, il suffit à chaque pas de temps de résoudre pour chaque élément une équation différentielle du second ordre (cf. équation IV.1-12), sans avoir à stocker en mémoire toute l'histoire des contraintes [Benboudjema and Torrenti, 2008] :

$$\tau_{bci} \ddot{\varepsilon}_{bc}^i + \left( \tau_{bci} \frac{k_{bc}^i(\xi)}{k_{bc}^i(\xi)} + 1 \right) \dot{\varepsilon}_{bc}^i = \frac{\dot{\sigma}}{k_{bc}^i} \quad \text{avec } i = 1, 2 \text{ et } 3 \quad \text{IV.1-12}$$

Nous utilisons 3 éléments de KV (cf. Figure IV.1-1) avec des temps caractéristiques fixés (donc ne dépendant pas du temps ou de  $\xi$ ) et égaux à 5 h, 50 h et 500 h. Les raideurs de chaque élément sont calées sur les résultats expérimentaux. La Figure IV.1-2 montre qu'il est possible de reproduire les essais de fluage réalisés avec cette hypothèse. Bien entendu, pour des temps dépassant le plus grand temps caractéristique utilisé ici, la réponse de ce modèle s'éloignerait du comportement réel. Cette modélisation n'est donc valable que pour des temps courts i.e. au jeune âge.

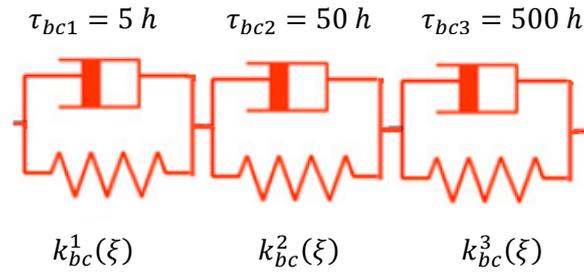


Figure IV.1-1 : Modèle rhéologique utilisé.

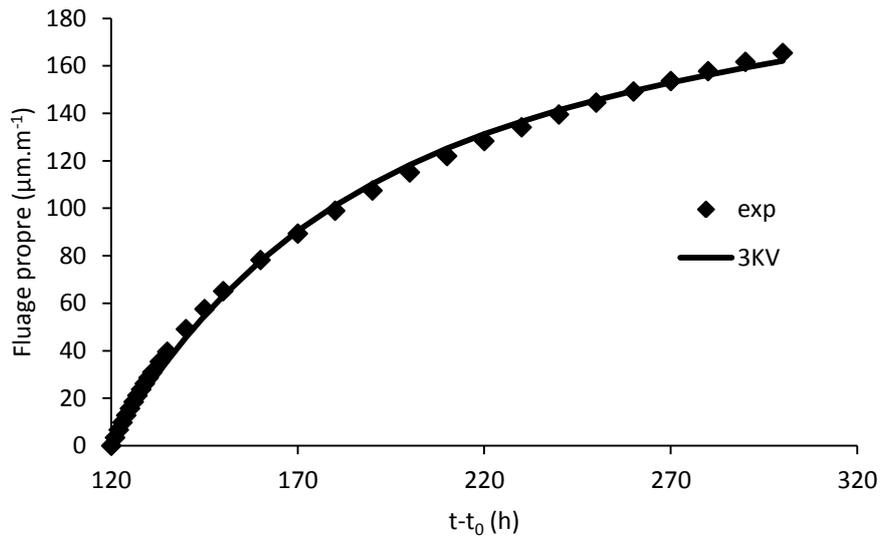


Figure IV.1-2 : Comparaison de l'essai de fluage du béton B3 avec le modèle comprenant 3 éléments de Kelvin Voigt en série.

La raideur des éléments de KV varie bien sûr avec le degré d'hydratation. On reprend ici les propositions de de Schutter [De Schutter and Taerwe, 1996] et de Benboudjema et Torrenti [Benboudjema and Torrenti, 2008]. La loi d'évolution a été légèrement modifiée afin de reproduire au mieux les résultats des essais de Delsaute (avec le béton de la maquette VeRCoR) [Delsaute, et al., 2016]. La relation suivante est finalement utilisée pour la raideur de chaque élément de KV :

$$k_{bc}^i(\xi) = k_{bc\infty}^i \left( \frac{1-b}{1-b\xi/\xi_\infty} \right) \text{ avec } i = 1, 2 \text{ et } 3 \quad \text{IV.1-13}$$

Avec :  $b$  est une constante égale à 0,6,

$k_{bc\infty}^i$  est obtenu par optimisation vis-à-vis des résultats expérimentaux.

La Figure IV.1-3 montre l'application de la relation IV.1-13 au cas des bétons de la maquette VeECoR [Delsaute, et al., 2016].

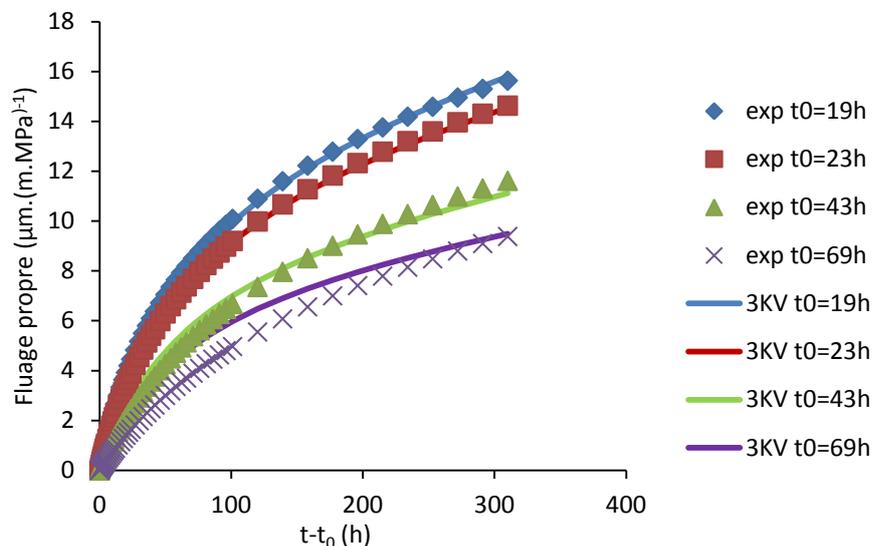


Figure IV.1-3 : Comparaison des déformations de fluage propre à 19 h ( $\xi = 0,25$ ), 23 h ( $\xi = 0,36$ ), 43 h ( $\xi = 0,66$ ) et 69 h ( $\xi = 0,8$ ).

## IV.2. Application à la simulation de l'essai BT-Ring

### IV.2.1. Géométrie, maillage et conditions aux limites

Sur la Figure IV.2-1 est présenté le maillage de la modélisation thermique non linéaire (dépendance de la cinétique de chaleur avec la température et le degré d'hydratation) de l'essai BT-Ring. Seulement une coupe de l'anneau est présentée étant donné la symétrie autour de l'axe de révolution. Le béton est au centre, avec de part et d'autre les deux anneaux en invar (rectangles bleus) – interne le plus proche de l'axe de révolution et externe, le plus éloigné. Les lignes vertes signalent les conditions particulières d'échange avec l'extérieur. Un maillage quadratique est utilisé de manière à s'affranchir d'un manque de sensibilité. Il est plus fin dans le béton que dans les anneaux en invar afin de modéliser au mieux le comportement du béton, avec au total 3679 nœuds. Les 3 croix oranges représentent 3 points – l'un au centre de l'anneau en béton, et deux autres sur la même ligne en z, mais proches de chaque anneau - pour lesquels l'homogénéité des résultats dans le béton est étudiée.

Thermiquement, les conditions aux limites sont les suivantes : la température extérieure est considérée égale à 20 °C ce qui était le cas lors de l'essai expérimental et la température initiale du béton est considérée comme égale à 20 °C, ce qui n'est pas toujours le cas cf. Figure IV.2-3. Le coefficient d'échanges thermiques entre le béton et l'extérieur est pris égal à  $3,6 \cdot 10^{-3} \text{ J.h}^{-1} \cdot \text{mm}^{-2} \cdot \text{°C}^{-1}$  ce qui correspond à une bâche isolante.

Le module d'Young de l'invar est pris égal à 145 GPa. Pour les conditions aux limites mécaniques, les deux nœuds au centre des anneaux en invar ne sont fixés qu'en  $z$  – le problème étant axisymétrique – de manière à permettre les déformations du système. Les déplacements sont continus entre le béton et les anneaux (pas de décollement possible).

La température mesurée en QAB est imposée au milieu des anneaux en invar (chargement thermique). Cette température imposée sera différente selon chaque béton testé.

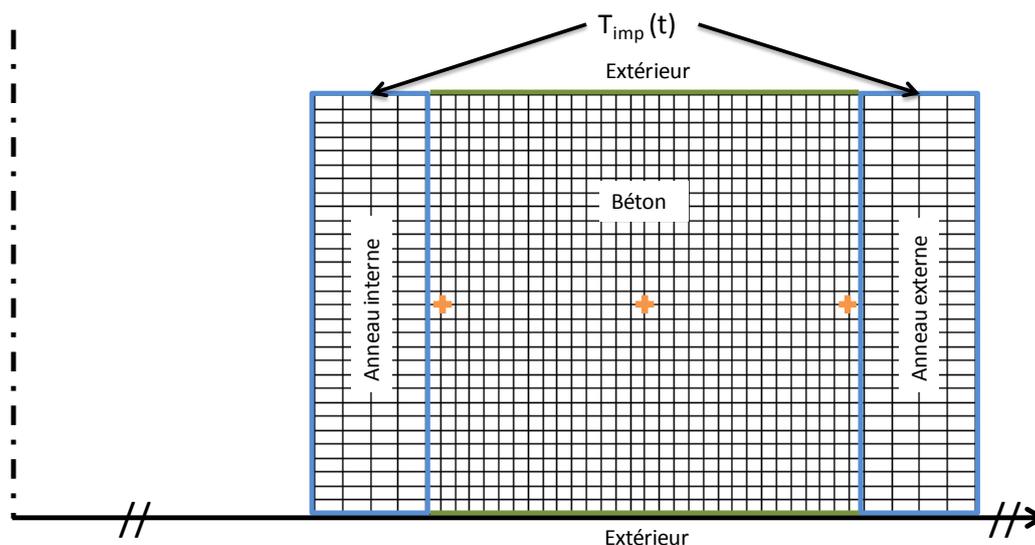


Figure IV.2-1 : Maillage de l'essai BT-Ring.

## IV.2.2. Données utilisées dans le calcul

Pour chaque béton, plusieurs données sur le béton sont nécessaires :

- des données thermiques :
  - la température mesurée en QAB durant l'hydratation du béton et donc celle imposée lors de l'essai expérimental et la température extérieure en fonction du temps,
  - la température adiabatique d'après l'essai QAB en fonction du temps prenant en compte la thermoactivation due à la température.
- des données mécaniques :
  - la déformation endogène à l'infini, considérée comme proche de celle à 7 jours  $\beta$ ,
  - le coefficient de dilatation thermique CDT,
  - le module d'Young à l'infini  $E_{\infty}$ ,
  - le degré d'hydratation à l'infini  $\xi_{\infty}$ ,
  - le degré d'hydratation  $\xi_0$ ,
  - la puissance  $a$  de la fonction reliant le module d'Young avec le degré d'hydratation,
  - le degré d'hydratation à la fin de l'essai BT JASPE pour caler le fluage,
  - les caractéristiques du modèle rhéologique utilisé pour le fluage.

Les caractéristiques thermiques du béton et de l'invar sont répertoriées dans le Tableau IV.2-1 :

	Capacité calorifique $C_{th}$ ( $J.mm^{-3}.^{\circ}C^{-1}$ )	Conductivité thermique $k$ ( $J.h^{-1}.mm^{-1}.^{\circ}C^{-1}$ )
Béton	$2,4.10^{-3}$	6
Invar	$3,5.10^{-3}$	150

Tableau IV.2-1 : Caractéristiques thermiques de l'invar et du béton utilisées pour la modélisation.

Dans le Tableau IV.2-2 sont présentées les données mécaniques nécessaires à la modélisation de l'essai BT-Ring pour les 3 bétons.

	$\beta$ ( $\mu m.m^{-1}$ )	CDT ( $10^{-6} .^{\circ}C^{-1}$ )	$E_{\infty}$ (GPa)	a	$\xi_0$	$\xi_{\infty}$
B1	104,8	6,5	41,0	1,10	0,079	0,71
B3	-107,6	6,9	44,6	0,89	0,034	0,71
R1bis	-104,6	6,2	39,6	4,28	0,061	0,80

Tableau IV.2-2 : Données utilisées dans la modélisation de l'essai BT-Ring.

On constate que le béton B1 présente de l'expansion contrairement aux deux autres qui présentent du retrait.

Dans le Tableau IV.2-3 sont présentées les caractéristiques des 3 chaînes Kelvin Voigt cf. Figure IV.1-1, utilisées pour modéliser le fluage des 3 bétons étudiés, aux temps caractéristiques respectifs 1, 2 et 3 de 5 h, 50 h et 500 h selon l'équation IV.1-13.

Temps caractéristique (h)	5	50	500
$k_{bc\infty}^i$ (MPa)	$k_{bc\infty}^1$	$k_{bc\infty}^2$	$k_{bc\infty}^3$
B1	2382058	171465	87655
B3	959578	84124	38788
R1bis	443097	63828	73018

Tableau IV.2-3 : Caractéristiques des 3 chaînes Kelvin Voigt utilisées dans le calcul.

Afin de vérifier la fonction de fluage implantée dans CESAR, les déformations de fluage de chaque béton sont modélisées et comparées avec les valeurs expérimentales. A chaque fois, il y a concordance des résultats, ce qui nous permet d'affirmer que l'équation implantée et les caractéristiques du modèle rhéologique sont validées.

Les températures utilisées sont présentées dans les parties ci-dessous pour chaque béton étudié. A chaque fois, la contrainte moyenne volumique générée dans le béton modélisé et réel est présentée en fonction du temps réel.

Pour rappel, les résistances en compression des 3 bétons modélisés sont présentées dans le Tableau IV.2-4.

$R_f$ (MPa)	1 jour	2 jours	28 jours	30 jours	35 jours
B1	1,2	2,1	4,1	-	-
B3	2,0	3,6	5,4	-	-
R1bis	3,3	3,4	-	3,8	3,9

Tableau IV.2-4 : Résistances en traction des 3 bétons modélisés.

### IV.2.3. Essai du béton B3

Dans cette partie est présentée la comparaison entre la contrainte générée dans l'essai BT-Ring expérimental et celui modélisé avec CESAR.

La température imposée est celle présentée sur la Figure IV.2-2, avec un maximum de température de 35 °C mesuré en QAB. La comparaison entre la température mesurée dans le béton expérimentalement et modélisée est présentée sur la Figure IV.2-3. Un petit décalage dans le temps est visible entre les deux, probablement dû au temps de réaction du béton durant l'expérience réelle.

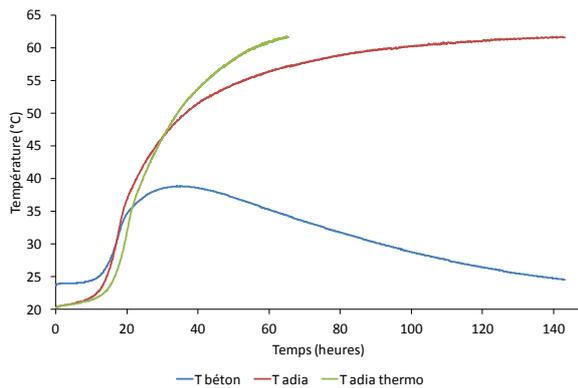


Figure IV.2-2 : Evolution de la température mesurée en QAB, de la température adiabatique et de la température après prise en compte de la thermoactivation du béton B3.

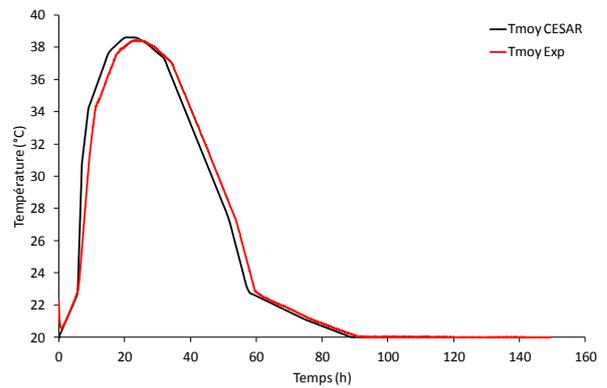


Figure IV.2-3 : Comparaison de la température moyenne dans le béton B3 durant l'essai expérimental ou modélisé avec CESAR.

Afin de s'assurer que tous les éléments contenus dans le béton subissent le même échauffement thermique au cours du temps, la température obtenue au niveau des 3 points préalablement repérés dans le béton cf. Figure IV.2-1 est représentée sur la Figure IV.2-4. On constate que, dans le calcul, la température est bien homogène dans tout le béton modélisé.

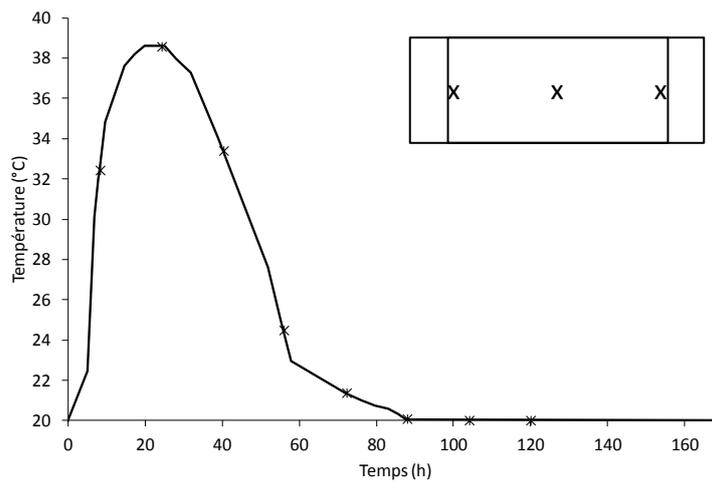


Figure IV.2-4 : Vérification de l'homogénéité de la température dans la modélisation de l'essai BT-Ring du béton B3.

Les champs de température au maximum de température (t = 30 h) et à la fin de l'essai (t = 144 h) présentés sur les Figure IV.2-5 et Figure IV.2-6 montrent bien l'homogénéité des valeurs – avec moins de 0,2 °C d'écart au maximum de température.

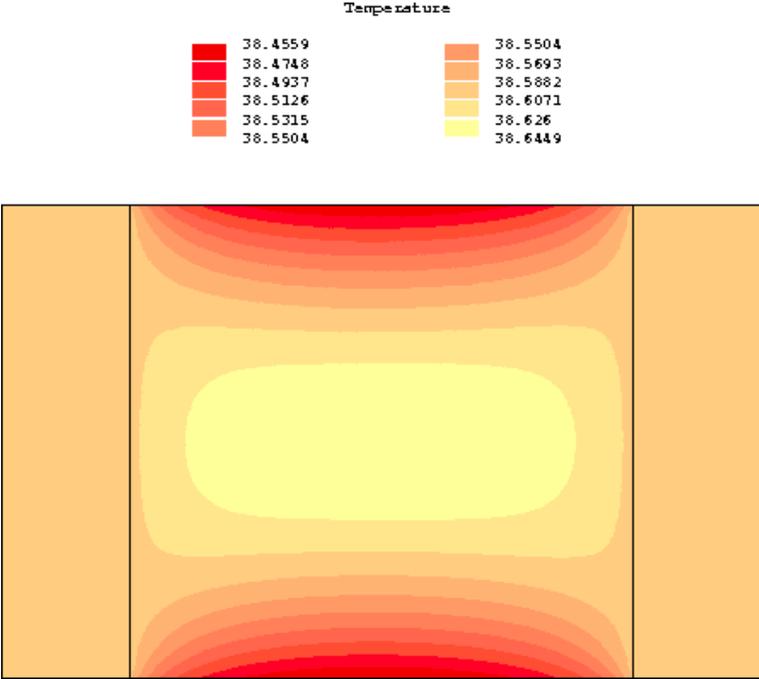


Figure IV.2-5 : Champ de température au maximum du pic thermique (t = 30 h) du béton B3 modélisé avec CESAR.

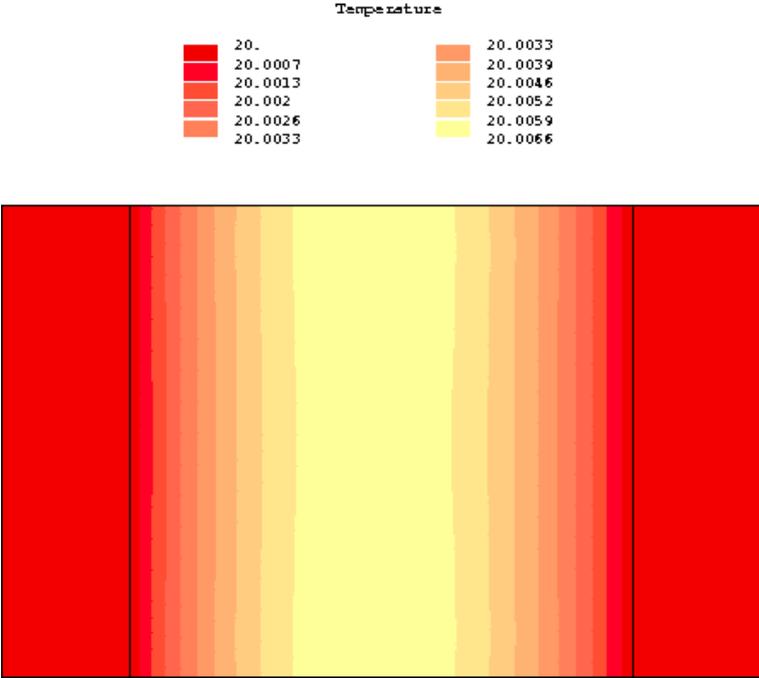


Figure IV.2-6 : Champ de température à la fin de l'essai (t = 144 h) du béton B3 modélisé avec CESAR.

En comparant les résultats de la Figure IV.2-7, on constate que le degré d'hydratation modélisé est le même que celui mesuré dans l'essai expérimental. De plus, le degré d'hydratation modélisé au niveau des trois points étudiés montre bien l'homogénéité de celui-ci.

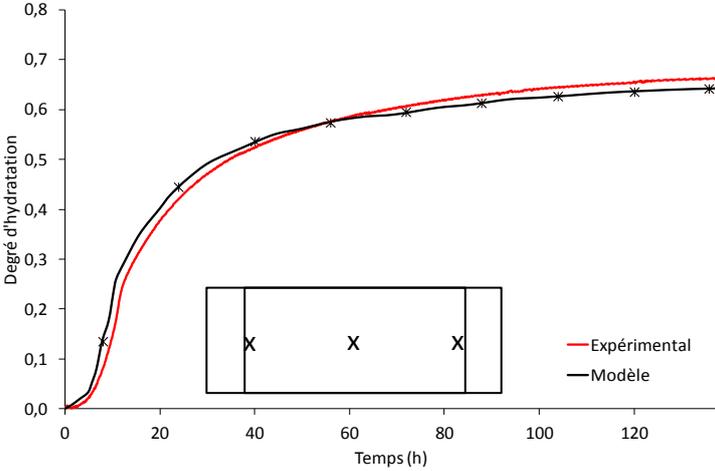


Figure IV.2-7 : Evolution du degré d'hydratation du béton B3 expérimental et modélisé au cours du temps dans l'essai BT-Ring.

De plus, les champs d'hydratation au maximum du pic de température (t = 30 h) et à la fin de l'essai (cf. Figure IV.2-8 et Figure IV.2-9) montre bien l'homogénéité de l'hydratation, ce qui est en accord avec l'homogénéité de la température.

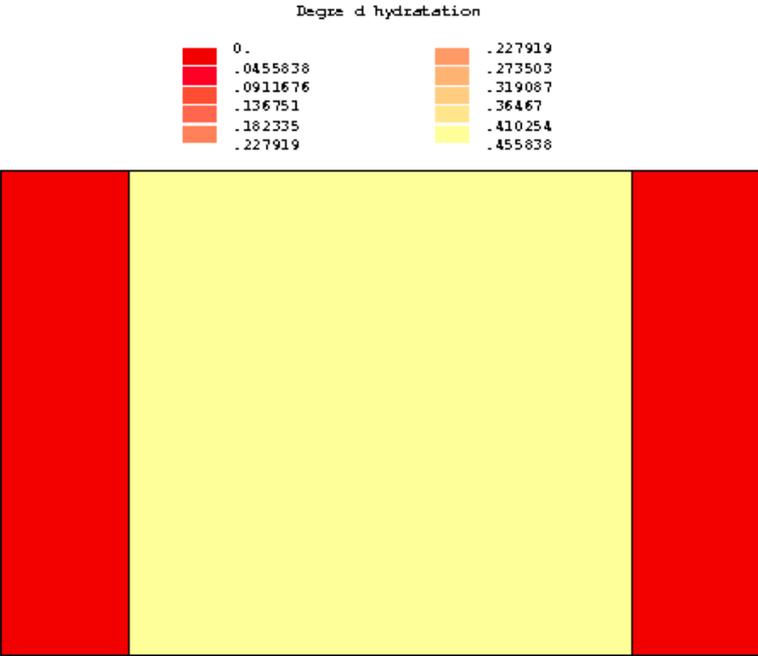


Figure IV.2-8 : Champ d'hydratation au maximum du pic thermique (t = 30 h) du béton B3 modélisé avec CESAR.

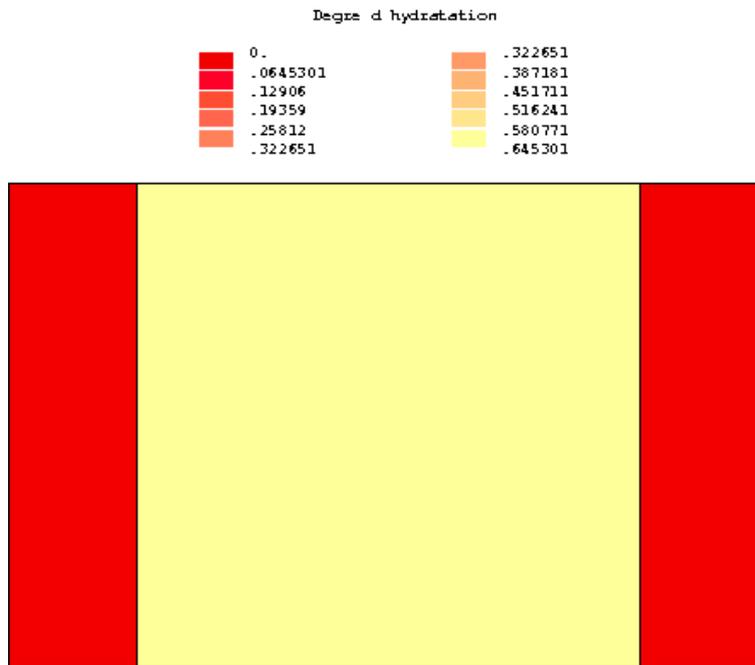


Figure IV.2-9 : Champ d'hydratation à la fin de l'essai ( $t = 144$  h) du béton B3 modélisé avec CESAR.

Dans un second temps, l'homogénéité de la contrainte orthoradiale dans le béton cf. Figure IV.2-10 est aussi étudiée à l'aide des mêmes 3 points sélectionnés sur la Figure IV.2-1. Cette fois-ci, contrairement à la température, on constate que les 3 points sélectionnés ne subissent pas la même contrainte au cours du temps. Cette différence est principalement visible lors de la phase de refroidissement et la génération de contrainte en traction. Le point situé à côté de l'anneau interne (triangle rouge vers le haut) développe plus de contrainte en traction que le point situé à côté de l'anneau externe (triangle rouge vers le bas). Le point situé au milieu du béton (point rouge) subit moins de contrainte en traction. Le fait que le point proche de l'anneau interne subisse le plus de contrainte en traction par rapport aux deux autres points correspond bien à une analyse mécanique des contraintes générées. La contrainte au niveau du point central dans le béton est légèrement inférieure à celle générée à côté des deux anneaux sans doute à cause d'un effet de déformations gênées dans le sens vertical. Cette contrainte est quasi équivalente à la contrainte moyenne orthoradiale dans le béton. Si fissuration il y a, elle sera amorcée à l'endroit où la contrainte en traction dépasse la résistance en traction du béton, c'est-à-dire au niveau de l'anneau interne.

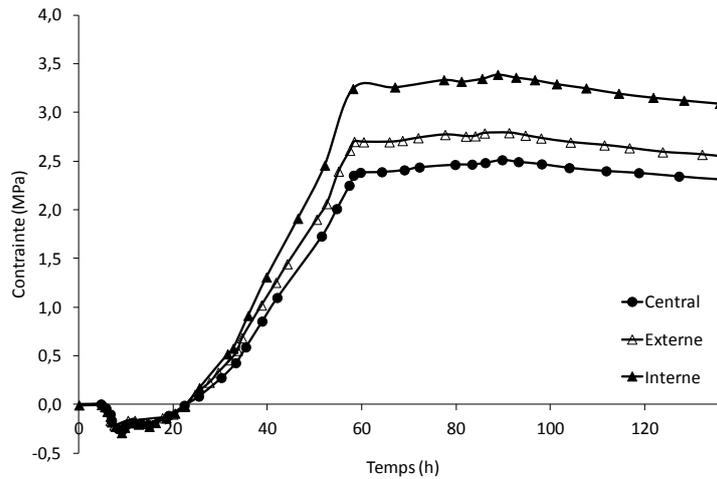


Figure IV.2-10 : Vérification de l'homogénéité des contraintes dans la modélisation de l'essai BT-Ring du béton B3.

Selon l'équation III.1-9 déjà présentée au chapitre III et en conditions isothermes, Messan a défini un critère d'uniformité (A1) [Messan, 2006] :

$$A1 = \frac{\sigma_{\theta\theta}(R_i)}{\sigma_{\theta\theta}(R_e)} - 1 = \frac{1}{2} \left( \frac{R_e^2}{R_i^2} - 1 \right) \quad \text{IV.2-1}$$

Avec  $R_i$  le rayon interne de l'anneau en béton,  
 $R_e$  le rayon externe de l'anneau en béton,  
 $\sigma_{\theta\theta}$  la contrainte orthoradiale,  
 $\sigma_{rr}$  la contrainte radiale.

En utilisant les valeurs de 160 mm pour le rayon interne de l'anneau en béton et de 240 mm pour le rayon externe, A1 est égal à 0,625. Dans notre calcul on a obtenu, par exemple à 75 h, un ratio 2,4/3,4 égal à 0,7. La différence peut s'expliquer par des effets multiaxiaux du calcul, provenant des conditions aux limites.

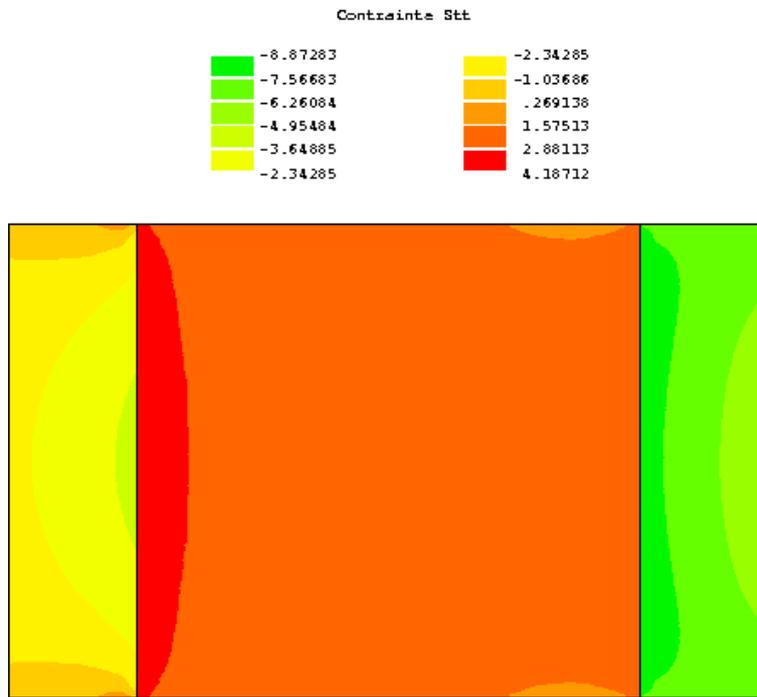


Figure IV.2-11 : Champ de contrainte tangentielle au maximum du pic de contrainte ( $t = 85$  h) du béton B3 modélisé avec CESAR.

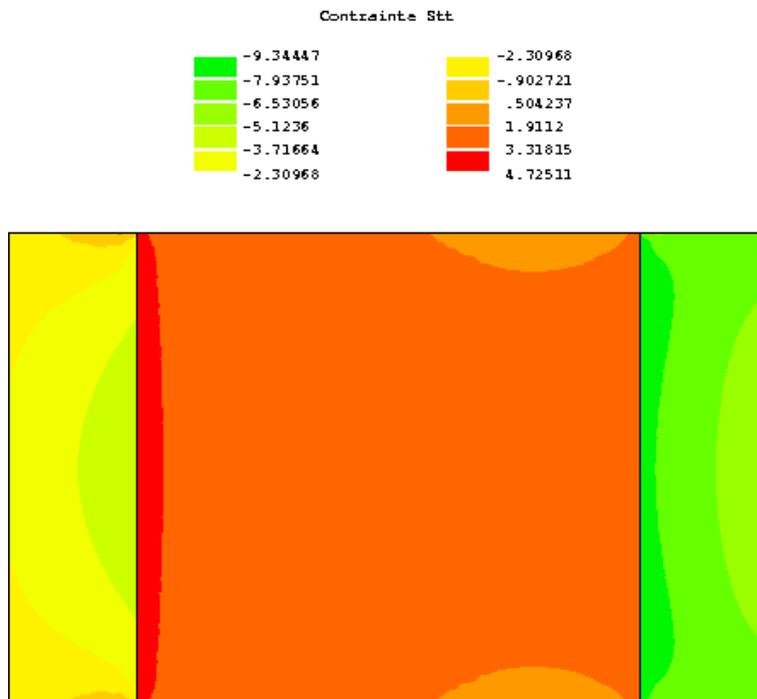


Figure IV.2-12 : Champ de contrainte tangentielle à la fin de l'essai ( $t = 144$  h) du béton B3 modélisé avec CESAR.

La Figure IV.2-13 présente la comparaison de la contrainte développée dans l'anneau lors de l'essai expérimental et lors de la modélisation de cet essai du béton B3 avec le logiciel CESAR au niveau du point à côté de l'anneau interne. On constate tout d'abord que la contrainte développée en compression

lors de la phase d'échauffement est bien inférieure à celle mesurée réellement (0,3 MPa contre 2,5 MPa). Etant donné la faible valeur de la contrainte en compression développée en modélisation, dès le refroidissement du béton (vers 23 h), la contrainte générée passe en traction, alors que durant l'essai réel, il faut atteindre 50 h avant de détecter une contrainte en traction. De plus, la contrainte obtenue par modélisation stagne rapidement autour de 3,4 MPa contre 3 MPa durant l'essai réel, avec une légère décroissance à partir de 90 h. L'une des raisons est le fluage du béton. Or, dans le cas réel, cette décroissance n'est pas observée. Ce n'est qu'après 110 h que l'écart entre l'expérimental et le modèle devient inférieur à 10 %.

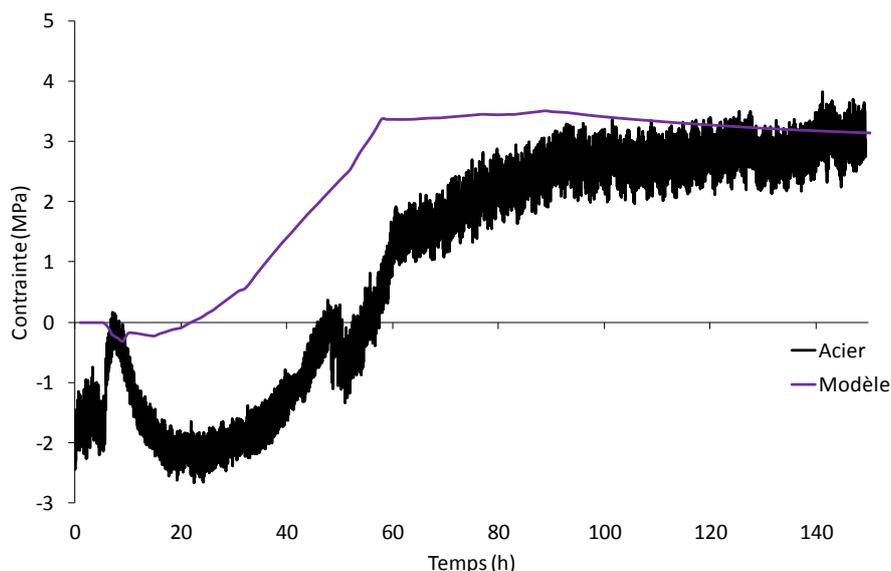


Figure IV.2-13 : Comparaison de la contrainte mesurée expérimentalement et celle modélisée sur CESAR du béton B3.

#### IV.2.4. Essai du béton B1

La température imposée est celle présentée sur la Figure IV.2-14. Ce béton, après recalage à 20 °C en température initiale, n'atteint que 33 °C en QAB. La Figure IV.2-15 montre la concordance entre la température dans le béton B1 durant l'essai expérimental et la modélisation. La légère différence au pic thermique est expliquée par les pertes calorifiques durant l'essai réel.

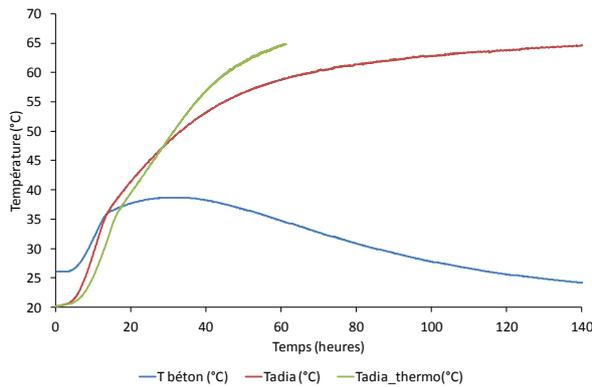


Figure IV.2-14 : Evolution de la température mesurée en QAB, de la température adiabatique et de la température après prise en compte de la thermoactivation du béton B1.

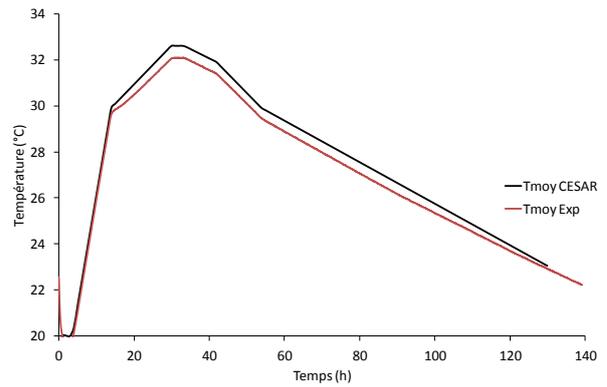


Figure IV.2-15 : Comparaison de la température moyenne dans le béton B1 durant l'essai expérimental ou modélisé avec CESAR.

Comme pour le béton B3, l'homogénéité de la température lors de l'essai BT-Ring modélisé avec le béton B1 est évaluée et validée avec les 3 points sélectionnés cf. Figure IV.2-16.

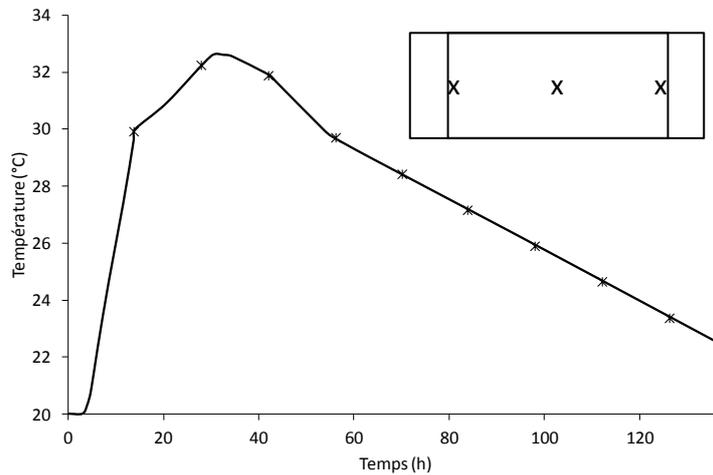


Figure IV.2-16 : Vérification de l'homogénéité de la température dans la modélisation de l'essai BT-Ring du béton B1.

Les Figure IV.2-17 et Figure IV.2-18 confirment l'homogénéité de la température avec les champs thermiques à 35 h et 144 h – la différence n'étant que de 0,1 °C au maximum de température.

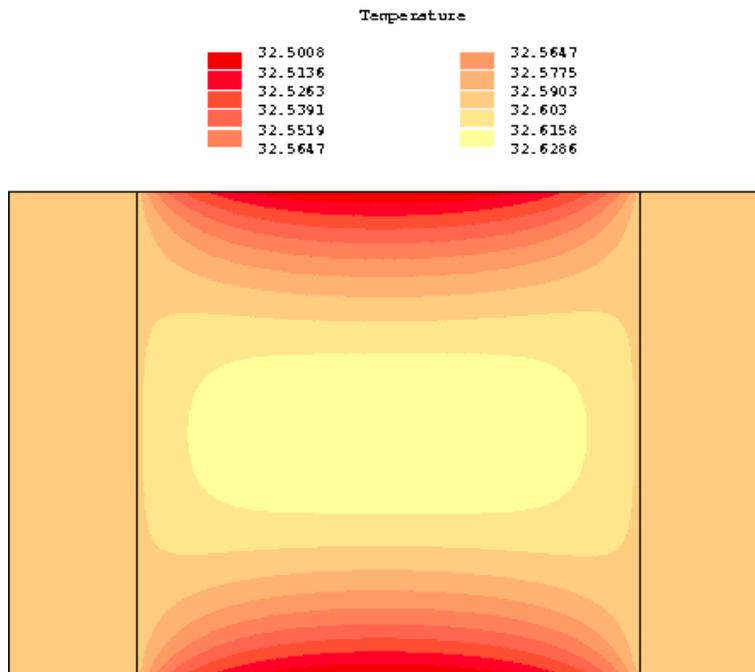


Figure IV.2-17 : Champ de température au maximum du pic thermique ( $t = 35$  h) du béton B1 modélisé avec CESAR.

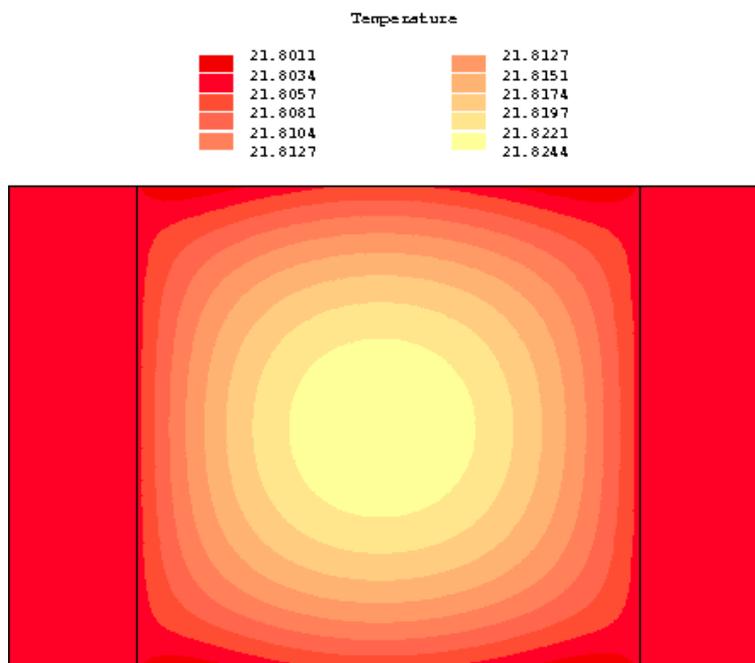


Figure IV.2-18 : Champ de température à la fin de l'essai ( $t = 144$  h) du béton B1 modélisé avec CESAR.

La Figure IV.2-19 présente l'évolution du degré d'hydratation du béton B1 durant l'essai expérimental et durant la modélisation de l'essai BT-Ring avec CESAR pour 3 points.

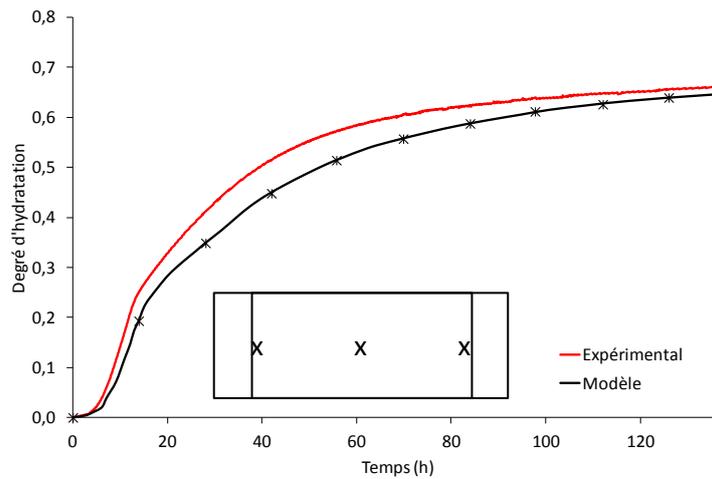


Figure IV.2-19 : Evolution du degré d'hydratation du béton B1 expérimental et modélisé en fonction du temps de l'essai BT-Ring.

Premièrement, on constate que le degré d'hydratation modélisé correspond bien à celui obtenu par la modélisation. Deuxièmement, on constate que le degré d'hydratation dans la modélisation est bien homogène (cf. Figure IV.2-20 et Figure IV.2-21), ce qui est en accord avec la température dans l'essai modélisé. En effet, la température étant homogène, il n'y a pas de raison qu'une partie du béton s'hydrate plus vite qu'une autre.

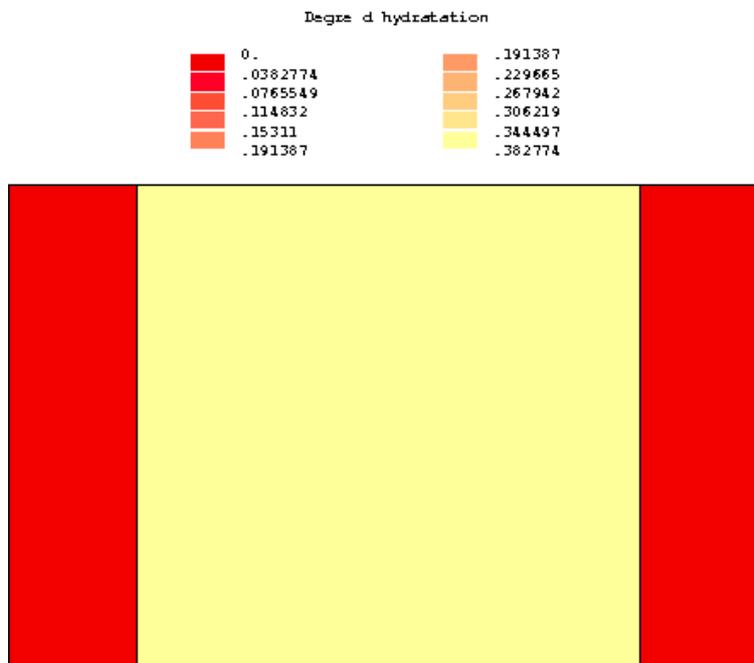


Figure IV.2-20 : Champ d'hydratation au maximum du pic thermique (t = 35 h) du béton B1 modélisé avec CESAR.

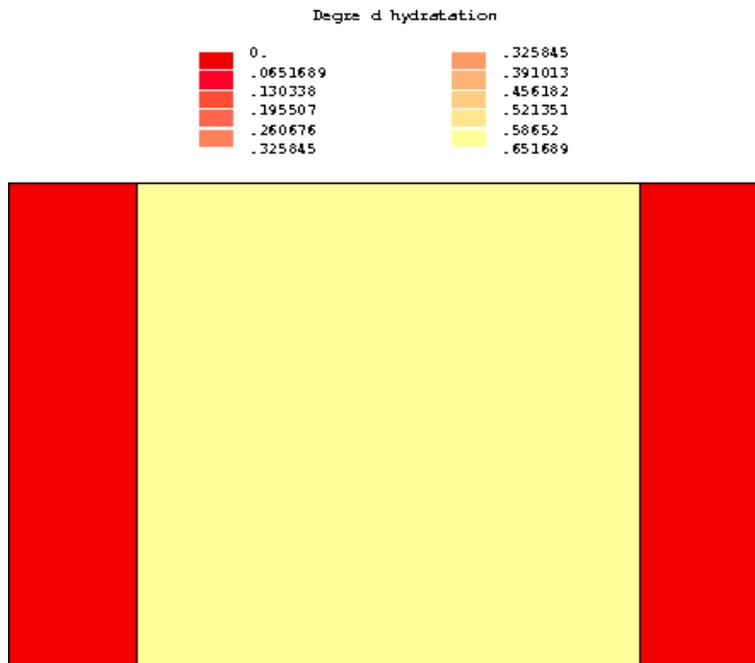


Figure IV.2-21 : Champ d'hydratation à la fin de l'essai (t = 144 h) du béton B1 modélisé avec CESAR.

La Figure IV.2-22 montre l'évolution de la contrainte lors de l'essai BT-Ring modélisé avec le béton B1, pour les 3 points sélectionnés. Tout d'abord, étant donné la plus faible température atteinte en QAB lors de l'hydratation du béton B1 par rapport au béton B3 (5 °C moins chaud), la contrainte en compression générée est elle aussi légèrement plus faible. Ensuite, la contrainte en traction générée lors du refroidissement présente des différences selon le point étudié : plus le point est proche de l'anneau interne et donc plus son retrait est gêné, plus la contrainte générée est élevée (1,45 MPa contre 1,10 MPa au centre). La valeur moyenne de la contrainte modélisée dans le béton est similaire à celle obtenue au point central. Contrairement aux mesures avec le béton B1, la contrainte en traction ne diminue pas, ce qui est expliqué par le cycle thermique imposé. Ainsi le champ de contrainte à 144 h cf. Figure IV.2-23 correspond aussi à celui au maximum et confirme le développement de contrainte plus importante au niveau de l'anneau interne. C'est la contrainte à ce point là qui sera comparée avec les données expérimentales.

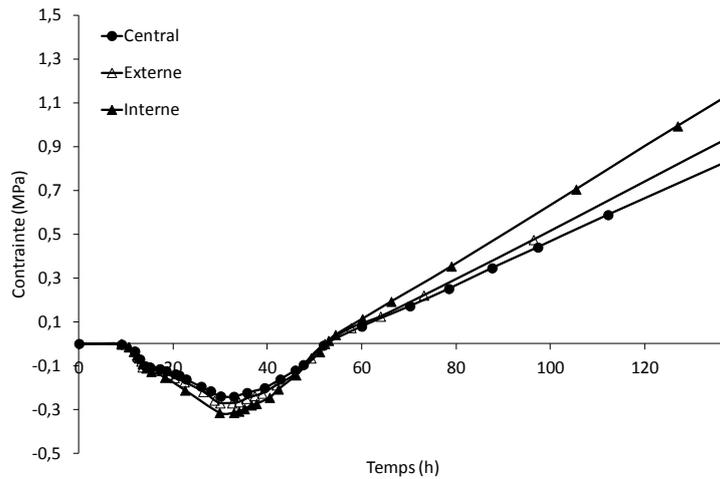


Figure IV.2-22 : Vérification de l'homogénéité des contraintes dans la modélisation de l'essai BT-Ring du béton B1.

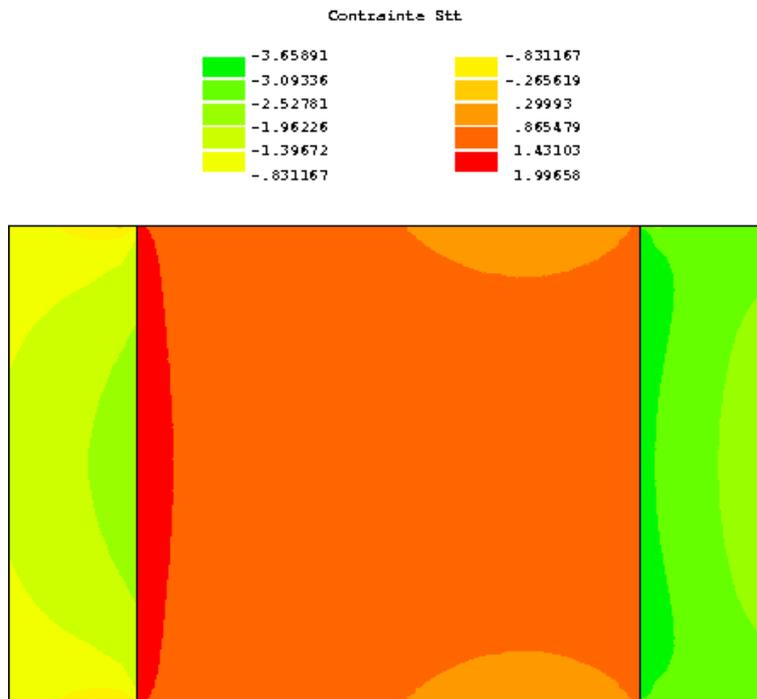


Figure IV.2-23 : Champ de contrainte tangentielle au maximum de contrainte (t = 144 h) du béton B1 modélisé avec CESAR.

La Figure IV.2-24 présente la comparaison de la contrainte développée dans l'anneau lors de l'essai expérimental et lors de la modélisation de cet essai du béton B1 avec le logiciel CESAR au niveau de l'anneau interne. Le modèle numérique a un comportement similaire aux courbes expérimentales (croissance linéaire) mais avec un fort décalage temporel. Cet écart peut provenir d'une sous-estimation de la capacité thermique du béton ou de sa vitesse d'hydratation.

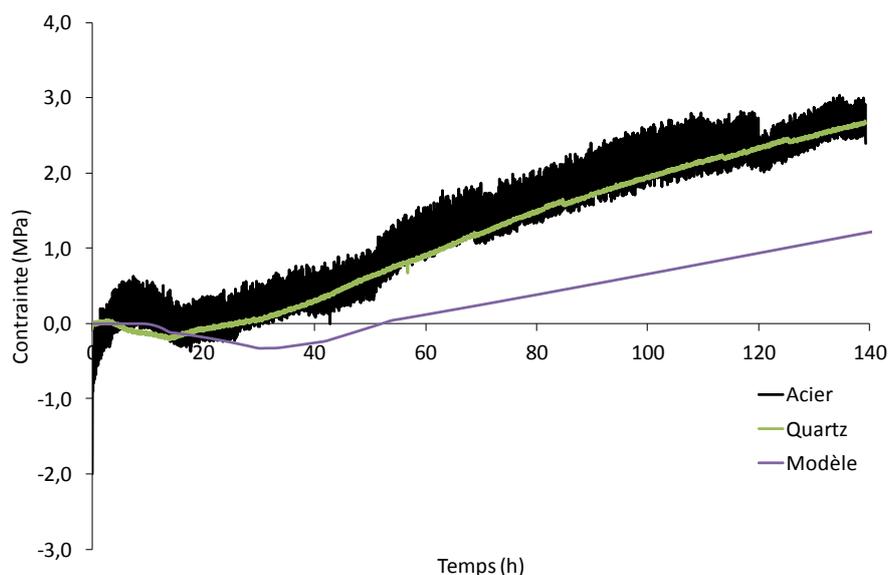


Figure IV.2-24 : Comparaison de la contrainte mesurée expérimentalement et celle modélisée sur CESAR du béton B1.

#### IV.2.5. Essai du béton R1bis

La température imposée est celle présentée sur la Figure IV.2-25. Ce béton - plus exothermique que ceux formulés durant cette thèse - atteint 55 °C lors de l'essai QAB. De manière à vérifier que la température dans le béton durant l'essai expérimental et la modélisation est identique, les deux évolutions sont superposées sur la Figure IV.2-26. La concordance est vérifiée.

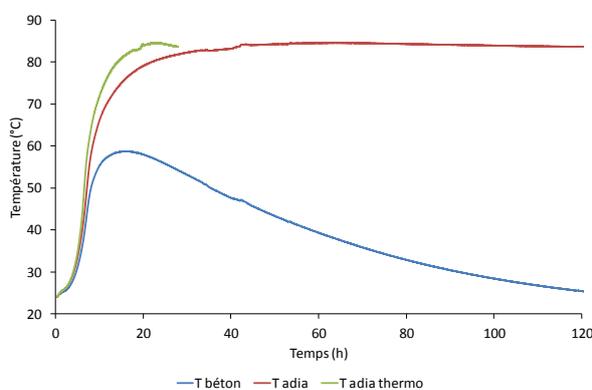


Figure IV.2-25 : Evolution de la température mesurée en QAB, de la température adiabatique et de la température après prise en compte de la thermoactivation du béton R1bis.

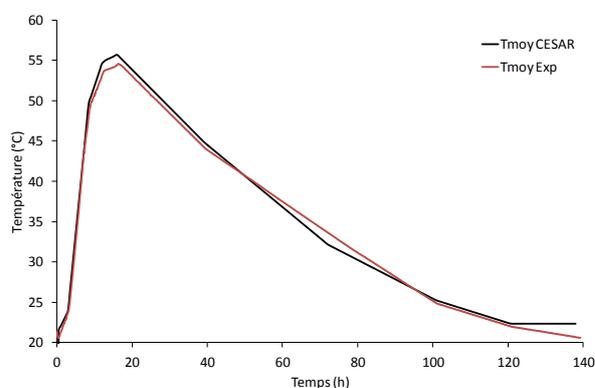


Figure IV.2-26 : Comparaison de la température moyenne dans le béton R1bis durant l'essai expérimental ou modélisé avec CESAR.

Pour ce béton, l'homogénéité de la température et de la contrainte dans l'anneau en béton modélisé est aussi vérifiée : la température est homogène quel que soit le point étudié cf. Figure IV.2-27 alors que la contrainte est plus élevée à côté de l'anneau interne qu'ailleurs cf. Figure IV.2-33.

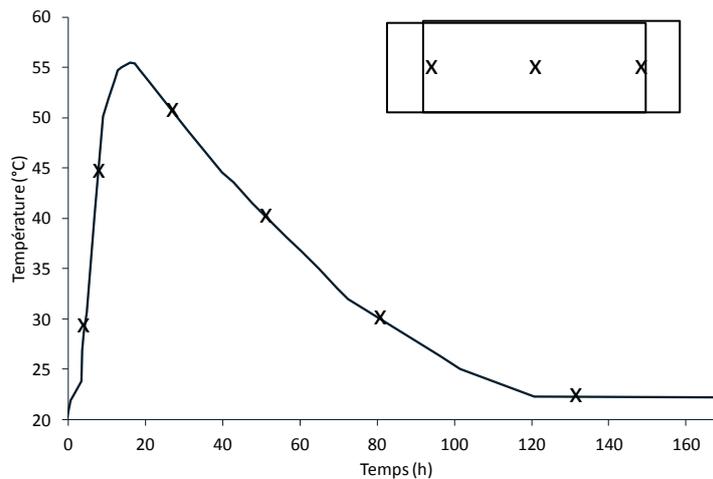


Figure IV.2-27 : Vérification de l'homogénéité de la température dans la modélisation de l'essai BT-Ring du béton R1bis.

Les Figure IV.2-28 et Figure IV.2-29 représentent le champ de température dans l'anneau au maximum du pic thermique ( $t = 16$  h) et à la fin de l'essai ( $t = 144$  h). Les champs obtenus sont en accord avec l'évolution similaire de la température au cours de l'essai pour les 3 points sélectionnés sur la Figure IV.2-27. En effet, la température au niveau de la surface supérieure et inférieure du béton est légèrement plus faible que celle au cœur ( $0,5$  °C au maximum de température). On considérera donc la température comme étant homogène dans le béton.

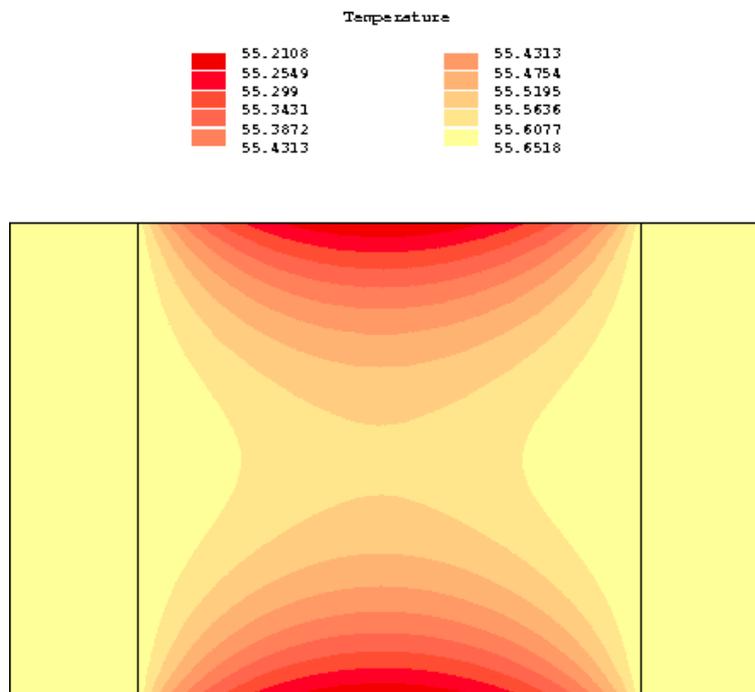


Figure IV.2-28 : Champ de température au maximum du pic de température ( $t = 16$  h) du béton R1bis modélisé avec CESAR.

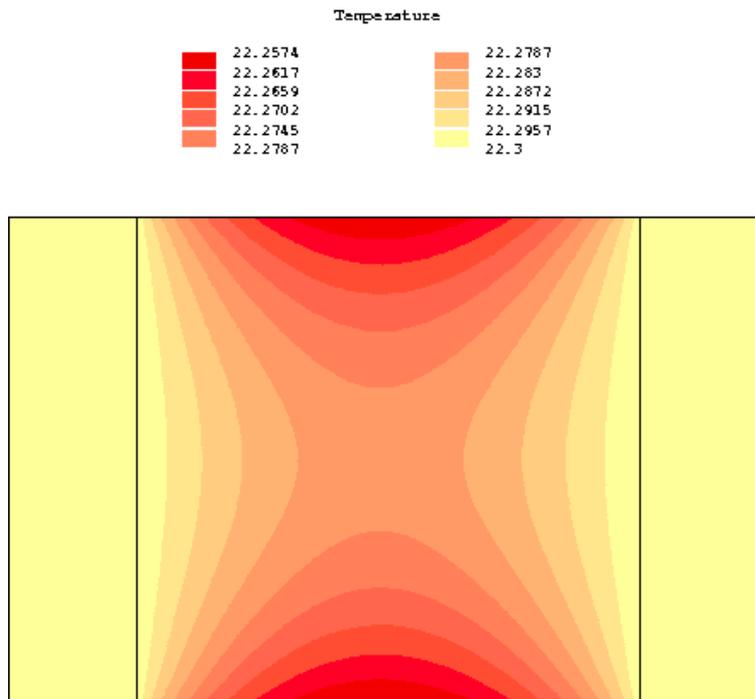


Figure IV.2-29 : Champ de température à la fin de l'essai (t = 144 h) du béton R1bis modélisé avec CESAR.

La Figure IV.2-30 l'évolution du degré d'hydratation du béton R1bis durant l'essai expérimental et durant la modélisation de l'essai BT-Ring avec CESAR pour 3 points.

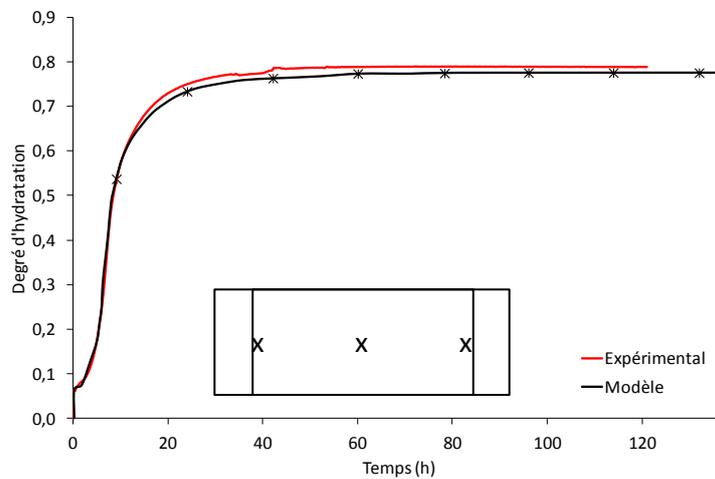


Figure IV.2-30 : Evolution du degré d'hydratation du béton R1bis expérimental et modélisé au cours du temps.

Premièrement, on constate que le degré d'hydratation modélisé correspond bien à celui obtenu par la modélisation. Deuxièmement, on constate que le degré d'hydratation dans la modélisation est bien homogène (cf. Figure IV.2-31 et Figure IV.2-32), ce qui est en accord avec la température dans l'essai modélisé. En effet, la température étant quasi homogène, il n'y a pas de raison qu'une partie du béton s'hydrate plus vite qu'une autre.

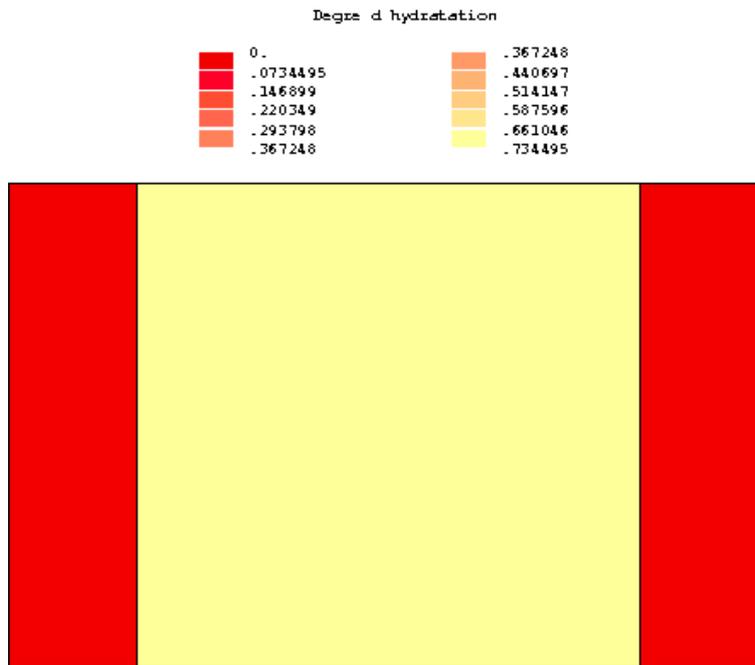


Figure IV.2-31 : Champ d'hydratation au maximum du pic de température ( $t = 16$  h) du béton R1bis modélisé avec CESAR.

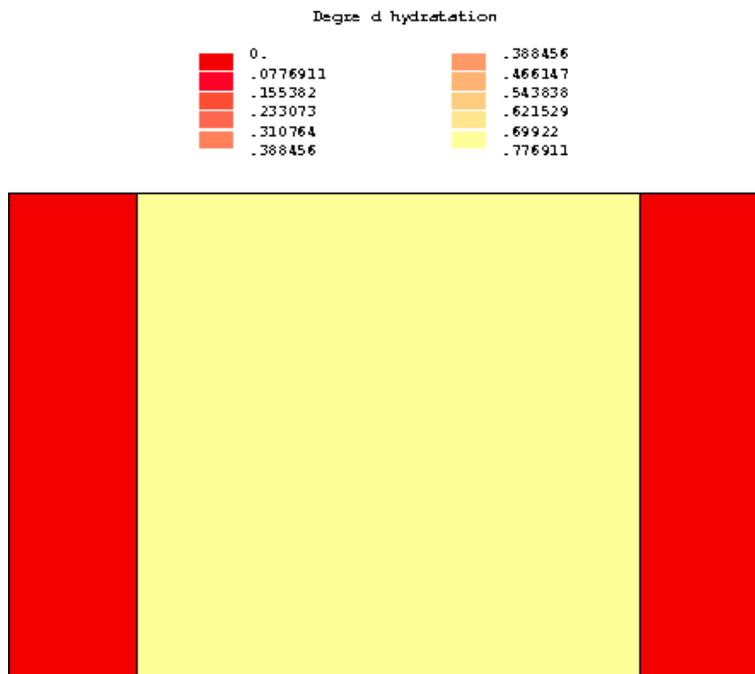


Figure IV.2-32 : Champ d'hydratation à la fin de l'essai ( $t = 144$  h) du béton R1bis modélisé avec CESAR.

Comme le présente la Figure IV.2-33, lorsque l'on regarde l'évolution de la contrainte orthoradiale dans le béton en fonction du temps, on constate, comme pour les autres calculs, qu'elle n'est pas homogène selon la position du point étudié : le point situé à côté de l'anneau interne subit plus de contrainte que le point central ou même le point à côté de l'anneau externe. Ceci est surtout visible lors de la phase de refroidissement avec le développement de contrainte en traction dû au retrait gêné

du matériau. Les champs de contraintes au maximum de contrainte ( $t = 120$  h) cf. Figure IV.2-34 et à la fin de l'essai ( $t = 144$  h) cf. Figure IV.2-35 reflètent bien ces différences. Ainsi, la comparaison avec les données expérimentales se fera avec la contrainte à côté de l'anneau interne.

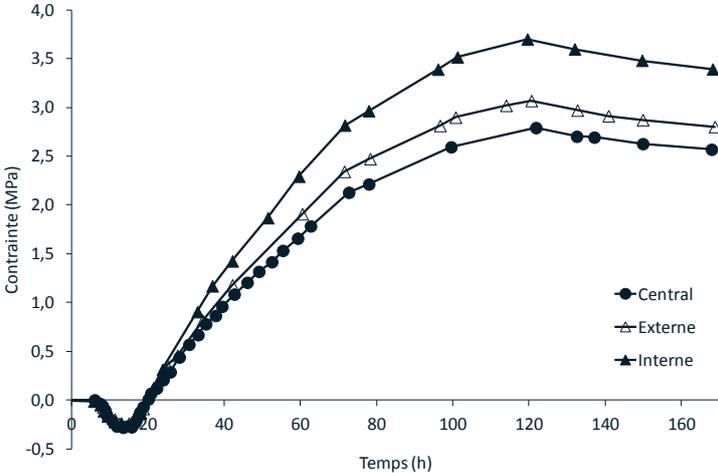


Figure IV.2-33 : Vérification de l'homogénéité des contraintes dans la modélisation de l'essai BT-Ring du béton R1bis.

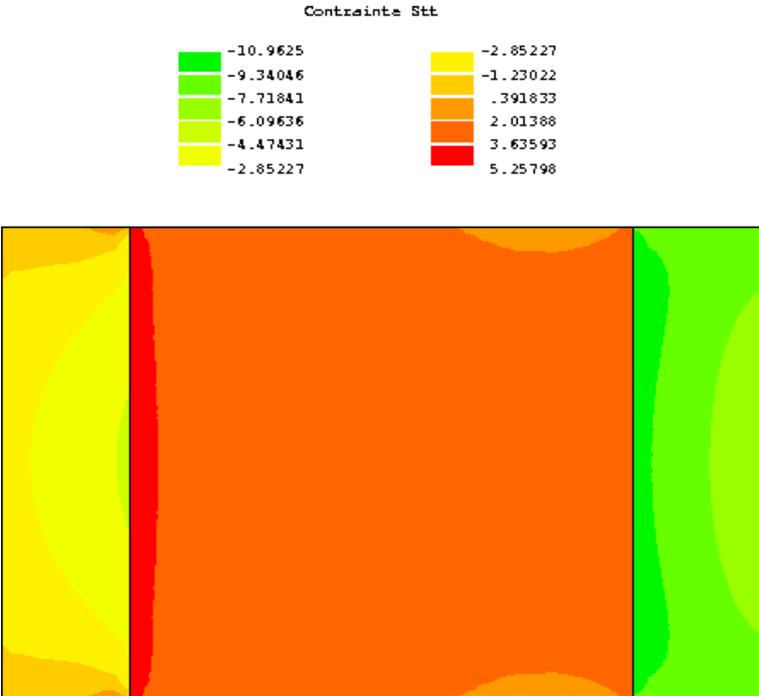


Figure IV.2-34 : Champ de contrainte tangentielle au maximum du pic de contrainte ( $t = 120$  h) du béton R1bis modélisé avec CESAR.

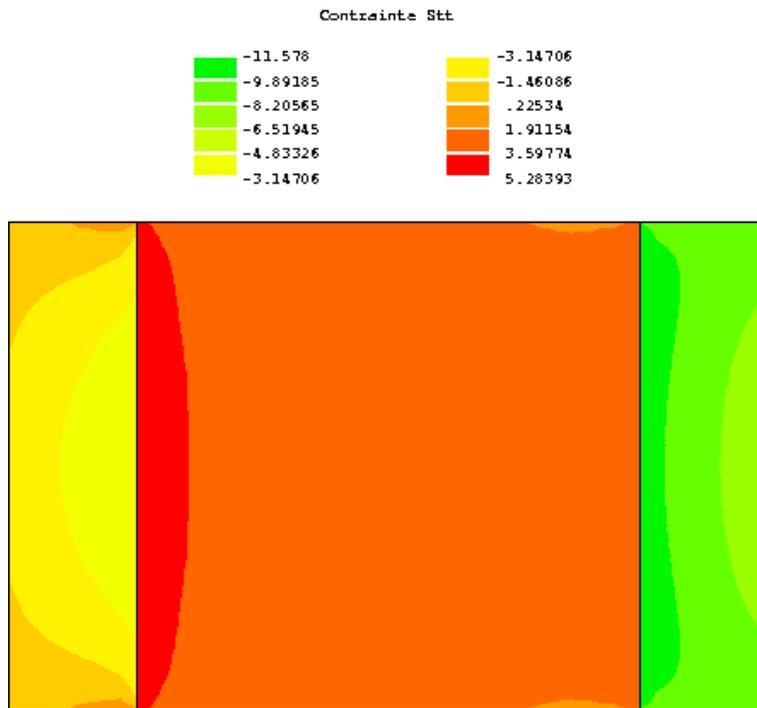


Figure IV.2-35 : Champ de contrainte tangentielle à la fin de l'essai ( $t = 144$  h) du béton R1bis modélisé avec CESAR.

Après analyse des champs de contrainte, il est possible de détecter des valeurs de contraintes supérieures au niveau du béton en contact avec l'anneau d'invar interne, en parties supérieure et inférieure. Le béton R1bis ayant fissuré à 62 heures, la Figure IV.2-36 présente l'évolution de la contrainte sur toute la hauteur de l'anneau interne à ce moment là.

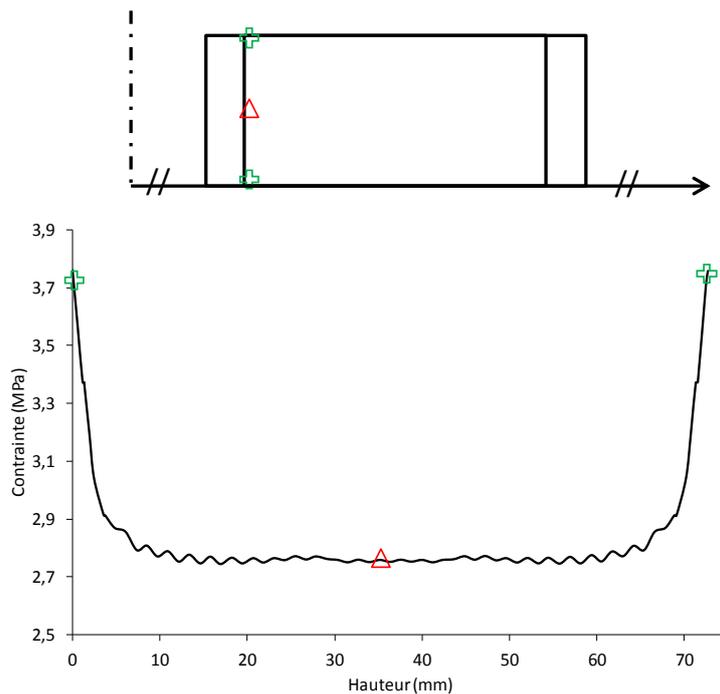


Figure IV.2-36 : Evolution de la contrainte dans le béton R1bis modélisé au contact et sur la hauteur de l'anneau interne à 62 heures.

On remarque nettement que la contrainte développée dans le béton au niveau des bords, et sur une épaisseur de l'ordre de 5 mm seulement, est supérieure à celle développée au niveau du reste de l'anneau.

Ainsi, la Figure IV.2-37 présente la comparaison de la contrainte développée dans l'anneau lors de l'essai expérimental et lors de la modélisation de cet essai du béton R1bis avec le logiciel CESAR au niveau de l'anneau interne, soit au milieu soit au niveau des bords au maximum de contrainte comme il a pu être montré sur la Figure IV.2-36. Une faible contrainte en compression (0,3 MPa) est générée malgré la température imposée plus élevée que pour les deux autres bétons (55 °C). Ensuite, durant le refroidissement, on constate qu'expérimentalement, le béton fissure vers 62 h en temps réel, fissuration visible par un saut sur la contrainte mesurée. Après correction thermique des jauges quartz la valeur expérimentale de la contrainte obtenue à 62 h est de 5,0 MPa, avec une incertitude de  $\pm 0,5$  MPa. Après recalage en temps équivalent selon l'historique thermique durant l'hydratation des résistances en traction, on constate que la contrainte mesurée dépasse la résistance en traction du béton dès 40 h (et que donc on aurait pu s'attendre à ce que la fissuration survienne dès cette échéance).

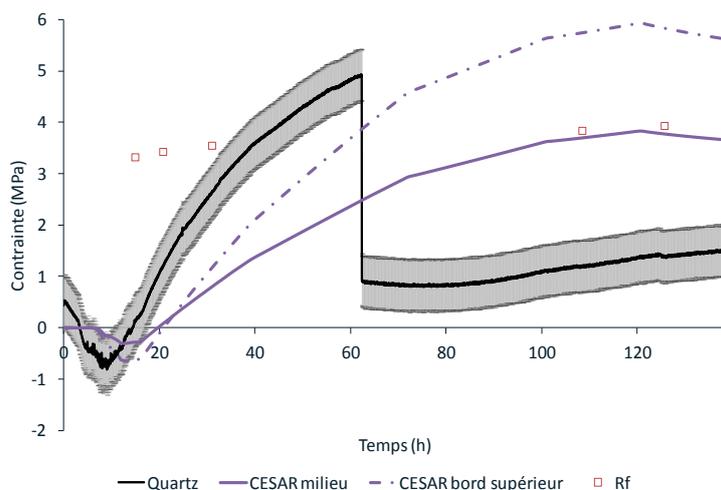


Figure IV.2-37 : Comparaison de la contrainte mesurée expérimentalement et celle modélisée sur CESAR du béton R1bis au niveau de l'anneau interne.

En comparant les valeurs de contrainte modélisées avec les valeurs de contrainte expérimentales, il est possible de voir que les contraintes modélisées au niveau des bords sont plus proches de celles obtenues expérimentalement avec les jauges quartz. A 62 h, au niveau des bords, la contrainte en traction modélisée atteint 3,8 MPa contre seulement 2,3 MPa au milieu de la hauteur de l'anneau. Ce n'est qu'à 120 h que la contrainte en traction se développe jusqu'à atteindre 3,8 MPa au milieu de la hauteur de l'anneau, et 5,9 MPa au niveau des bords. Ainsi, il est possible qu'à 62 h, la fissure soit amorcée au niveau du bord (3,9 MPa de résistance en traction à 35 jours, après recalage en temps équivalent à 20 °C). La modélisation prédit donc une fissuration en accord avec l'expérience mais un niveau de contrainte plus faible que celui estimé expérimentalement. A ce stade, il est difficile de conclure entre une surestimation des contraintes due aux mesures ou une sous-estimation de la résistance en traction réelle (bien que les conséquences de températures élevées au jeune âge soient plutôt des résistances plus faibles à long terme).

## IV.2.6. Discussion

### IV.2.6.1. Modélisation

Après modélisation de l'essai BT-Ring avec le logiciel de calculs CESAR et comparaison avec les résultats expérimentaux pour 3 bétons – B1, B3 et R1bis, on constate que le modèle sous-estime les contraintes générées – surtout en traction. Différentes causes peuvent être mises en avant.

Tout d'abord le fluage du béton, pris en compte à l'aide du modèle rhéologique, ne serait pas adapté. Des calculs ont été faits avec et sans fluage, sans que cela ne change plus que marginalement la sous-estimation des contraintes générées. Par ailleurs, la prise en considération de l'effet de la température sur le fluage n'a pas été testée mais cela ne permettrait sans doute pas d'avoir une meilleure correspondance entre l'expérimental et le numérique. En effet, le fluage du matériau augmente avec la température, ce qui conduirait à une diminution plus rapide des contraintes. Par ailleurs, il existe aussi un couplage entre le fluage et la fissuration, mais il n'a pas été pris en considération pour ces premiers calculs.

Ensuite, il est possible de penser que le module d'Young des anneaux en invar - pris égal à une valeur moyenne classique de 145 GPa - ne soit pas la valeur réelle du module d'Young des anneaux. Un module d'Young plus grand impliquerait une gêne plus importante lors de la phase de retrait du béton, et donc la création de plus de contrainte en traction. Cependant, même la prise en compte d'un module d'Young de 165 GPa sous-estime les contraintes générées.

L'utilisation de la loi d'évolution du module d'Young de de Schutter pourrait aussi être questionnée. Cependant la réalisation d'un test, en modifiant la puissance de la loi ou avec la loi de Byfors, sous-estime également les contraintes générées dans le béton.

Si on écarte un problème de programmation, il faut considérer d'autres phénomènes physiques qui ne sont pas ou mal pris en compte lors de la modélisation, tel que le coefficient de dilatation thermique et le retrait. Dans un premier temps, 5 valeurs des déformations endogènes ont été testées ( $\epsilon_{inf}$  multipliée par 0,25, 0,5, 1, 2 ou 3) sur le béton R1bis cf. Figure IV.2-38. On remarque que plus les déformations sont importantes, plus la contrainte générée au niveau de l'anneau interne est proche de celle obtenue par l'expérimental. Or, la valeur des déformations à l'infini dépend fortement du  $t_0$  à partir duquel on décide de considérer les déformations comme autre chose qu'un tassement gravitationnel du béton cf. partie III.1.3.2.1 du chapitre III.

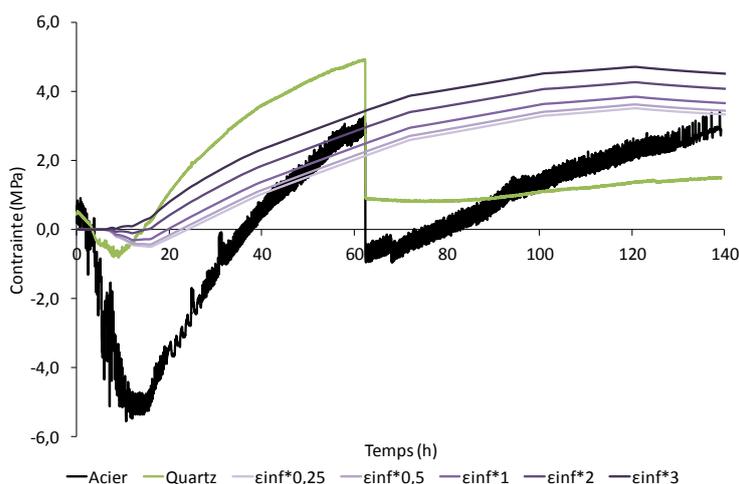


Figure IV.2-38 : Comparaison de la contrainte mesurée expérimentalement et celle modélisée sur CESAR du béton R1bis au niveau de l'anneau interne selon les déformations endogènes à l'infini considérées.

De plus, dans le calcul, les déformations endogènes sont modélisées de manière linéaire avec le degré d'hydratation. Or, comme il a été présenté dans la partie III.2.4.2 du chapitre III, les déformations endogènes des bétons étudiés n'évoluent pas linéairement avec  $\xi$ . De plus, comme le montre Delsaute, même si le CDT se stabilise rapidement après prise du béton autour de sa valeur (entre 5 et 7  $\mu\text{m.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ ), celui-ci est relativement important avant (100-200  $\mu\text{m.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ ). Ces deux solutions n'ont pas été testées mais dans le futur, il pourrait être intéressant de modifier, dans le code de calcul, la valeur du CDT et la loi reliant les déformations endogènes au degré d'hydratation du béton et de prendre en compte le retrait de dessiccation.

Enfin, la contrainte développée au niveau des bords du béton semble être plus élevée par rapport au milieu de l'anneau de béton en contact avec l'invar, ce qui permettrait d'expliquer la fissuration ou non du béton.

#### IV.2.6.2. Représentativité de l'essai QAB

Enfin, afin d'avoir une idée de la correspondance des phénomènes thermiques ayant lieu dans le QAB et donc dans l'essai BT-Ring, une modélisation a été réalisée sur CESAR, en ne prenant en compte que des échanges thermiques radiaux avec l'extérieur (coefficient d'échange égal à  $14,4 \text{ J.h}^{-1}.\text{mm}^{-2}.\text{°C}^{-1}$ ) où la température est prise égale à  $20 \text{ °C}$ . On remarque que pour avoir un pic thermique ayant la même valeur que celle mesurée en QAB, il faut un cylindre de rayon compris entre 150 et 200 mm cf. Figure IV.2-39. Dans la phase de refroidissement, la température en QAB semble être plus proche d'un cylindre de 400 mm de rayon. Cette différence est expliquée par la valeur du coefficient d'échange sélectionnée qui ne correspond sûrement pas totalement à la réalité et aussi par la chaleur accumulée dans le calorimètre.

Dans l'avenir, on peut imaginer de pratiquer l'essai BT-Ring en imposant une température calculée à partir de l'essai QAB et d'un modèle comme celui présenté appliqué à une structure représentative de la structure réelle à couler.

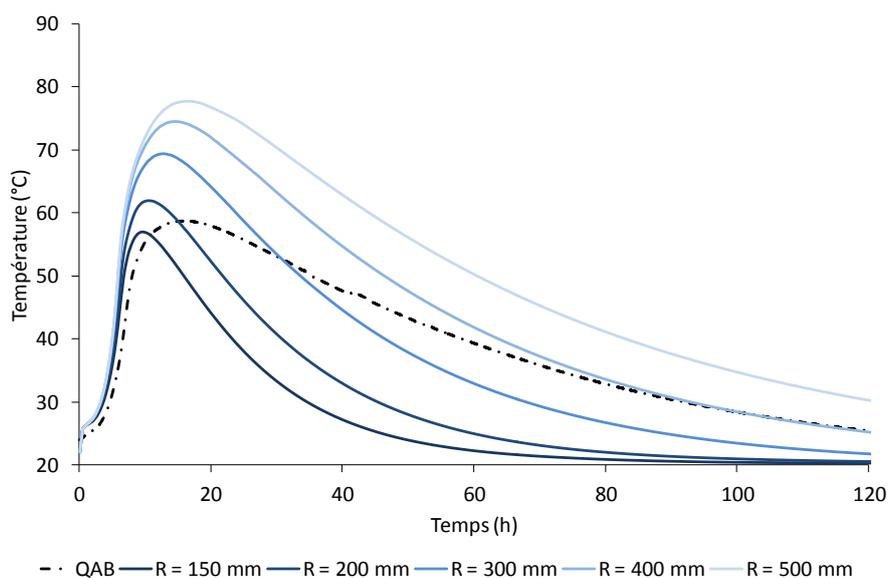


Figure IV.2-39 : Comparaison de l'évolution de la température mesurée en QAB du béton R1bis et modélisée sur CESAR au cœur d'un cylindre correspondant à une pièce massive avec différents rayons (150, 200, 300, 400 et 500 mm).

### IV.3. Conclusion

Dans ce chapitre sont présentés les résultats de la modélisation de l'essai BT-Ring pour 3 bétons –B1, B3 et R1bis – comparés avec ceux obtenus expérimentalement. La modélisation s'est faite sur le

logiciel de calcul CESAR développé par le LCPC et les deux modules TEXO (thermique) et MEXO (mécanique) permettant de modéliser le risque de fissuration du béton au jeune âge.

Tout d'abord le maillage de l'essai avec les deux anneaux en invar et l'anneau en béton a été réalisé, puis la loi permettant de prendre en compte le fluage du béton a été implantée dans CESAR. Cette équation est obtenue à partir d'un modèle rhéologique prenant en compte 3 chaînes de Kelvin Voigt dont les coefficients sont calés avec nos essais.

En appliquant la température mesurée en QAB durant l'échauffement de chaque béton, il est possible de calculer la contrainte moyenne développée dans le béton. La contrainte moyenne obtenue est inférieure à la contrainte générée au niveau des anneaux en invar. Ceci est encore plus notable au niveau de l'anneau interne durant la phase de refroidissement. Cette différence est expliquée par la gêne plus importante du retrait au niveau de l'anneau interne et donc le développement de contrainte en traction plus élevée. Si fissure il y a, elle aura lieu au niveau de l'anneau interne et sera propagée quasi instantanément. La comparaison de la contrainte orthoradiale modélisée avec la contrainte mesurée expérimentalement montre que la contrainte modélisée est inférieure, que ce soit en compression ou en traction. Ceci peut être dû à plusieurs choses : un module moyen de l'invar pris égal à 145 GPa qui ne correspond pas au module réel des anneaux, une relation non linéaire entre les déformations endogènes et le degré d'hydratation, ou d'autres phénomènes physiques ayant lieu durant l'essai expérimental et non pris en compte dans la modélisation tel que le retrait de dessiccation. En effet, l'augmentation du module d'Young de l'invar générerait plus le retrait et donc impliquerait un accroissement de la contrainte en traction. Une relation non linéaire entre les déformations endogènes et le degré d'hydratation pourrait permettre de générer plus de contrainte en traction. Enfin, les autres phénomènes non pris en compte dans la modélisation - tel que le retrait de dessiccation - pourraient augmenter les déformations et donc induire plus de contrainte en traction.

## CONCLUSION GENERALE

Cette thèse s'est divisée en plusieurs parties afin d'évaluer la relation entre la chaleur d'hydratation du ciment et la montée en température ainsi que les contraintes générées au jeune âge du béton.

Dans un premier temps, l'influence de la composition cimentaire sur le développement et l'évolution des caractéristiques de l'état frais à l'état durci de celui-ci est étudiée à l'aide de la méthode des plans d'expériences (PEX). Pour cela, nous avons utilisé deux clinkers se différenciant principalement par leur quantité en C3A (0 ou 7 %) et deux ajouts dont la quantité substituée au clinker est comprise de 5 à 35 % de filler calcaire ou 5 à 80 % de laitier, en faisant varier la quantité d'anhydrite (3,85 à 7,85 %) et la finesse moyenne du ciment (9 à 15  $\mu\text{m}$ ). De manière à simplifier la fabrication, 3 plans d'expériences sont faits : un pour C3A-7\_LL, un pour C3A-7\_S et un pour C3A-0\_S.

L'étude de ces ciments a mis en évidence l'effet, au jeune âge, du C3A sur le dégagement de chaleur ou le développement de résistances mécaniques alors qu'à plus long terme, c'est la présence d'ajout qui va les impacter. De ce fait, la prise en compte des chaleurs d'hydratation à 41 h n'est pas suffisante pour les ciments fortement substitués et nécessite la considération des chaleurs à 120 h. Etant donné la fabrication de ciments ayant une distribution granulométrique plus resserrée que les ciments commerciaux, nous avons pu mettre en évidence l'influence de la distribution granulaire sur la demande en eau et donc sur l'évolution des chaleurs ou des résistances mécaniques.

Enfin, il est industriellement intéressant de noter que la finesse perd de l'efficacité lorsqu'une certaine quantité d'ajout est substituée au clinker - entraînant l'obtention de mêmes chaleurs d'hydratation et de résistances mécaniques - et qu'il n'est donc pas nécessaire de sur-broyer un ciment fortement dosé en ajout. Ces résultats cimentaires ont été analysés à l'aide d'un logiciel statistique, mais n'ont pas pu conduire à l'obtention de modèles viables reliant la composition du ciment et ses propriétés.

Dans un second temps, et afin de poursuivre l'étude au niveau béton, 9 ciments – soit 3 ciments provenant de la première étude par 3 plans d'expériences ciments - ont été sélectionnés par rapport à leurs chaleurs d'hydratation et résistances mécaniques et caractérisés de manière plus détaillée. Pour cela, des arrêts d'hydratation au cours du temps et des mesures de chaleurs par microcalorimétrie isotherme à 5, 20 et 30 °C sont réalisés. Les arrêts d'hydratation montrent que la présence d'ajout retarde dans le temps l'hydratation du clinker et diminue ainsi la quantité de chaleur dégagée. Lorsque du laitier est présent dans le ciment, le dosage des amorphes – principalement les hydrates - et donc le suivi de l'hydratation est difficile étant donné la structure amorphe du laitier. La comparaison des chaleurs d'hydratation à 5, 20 et 30 °C met en évidence la thermoactivation des réactions d'hydratation du ciment et permet l'obtention des énergies d'activation des ciments qui varient principalement entre 30 et 40  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  à 20 °C.

A partir des 3 ciments contenant du filler calcaire sélectionnés, 30 bétons ont été formulés à l'aide d'un plan d'expériences, en faisant varier le type et la quantité d'addition (laitier, cendres volantes ou fumée de silice), le rapport E/L et le pourcentage d'adjuvant. Dans cette étude, le squelette granulaire utilisé est optimisé et non modifié par la suite. Les mesures de chaleurs d'hydratation semi-adiabatiques (QAB) et de résistances mécaniques mettent en relief l'effet du type et de la quantité d'addition mais surtout l'effet du couple ciment-addition sur les propriétés du béton formulé. L'état frais du béton, et principalement l'affaissement, est influencé par la demande en eau du ciment et des

additions et l'utilisation d'adjuvant. La modification du rapport E/L induit une mise en place plus ou moins facile à l'état frais, mais surtout une modification des propriétés du béton. L'augmentation du rapport E/L en faible quantité peut être bénéfique. Cependant si elle est trop importante, cela peut entraîner une diminution des propriétés mécaniques du béton et augmenter sa porosité, impliquant une baisse de sa résistance aux agressions extérieures. Au jeune âge, si l'addition utilisée est peu réactive, c'est surtout le type et la quantité de ciment qui va influencer le développement des résistances mécaniques et le dégagement de chaleur. Une fois le béton durci, c'est l'activité et l'interaction du couple ciment-addition qui impactent le plus les propriétés du béton.

La compilation de ces résultats a permis la création d'un outil de formulation béton permettant de répondre à un cahier des charges donné, avec comme facteurs limitant la température dans un essai adiabatique ou les résistances mécaniques, pour une classe d'environnement donnée. Il ressort que pour un facteur limitant fixé telle qu'une température minimale d'échauffement, il est possible de formuler des bétons avec des ciments ayant des chaleurs d'hydratation relativement élevées sans ajouter nécessairement une grande quantité d'addition. L'optimisation du squelette granulaire est un paramètre sur lequel il est possible de jouer pour limiter l'échauffement des bétons.

Dans un troisième et dernier temps, l'étude de l'influence de la formulation du béton sur les risques de fissuration au jeune âge s'est faite grâce à 9 bétons sélectionnés selon leur chaleur d'hydratation et leurs résistances mécaniques. Pour cela, un suivi de l'évolution du module d'Young dynamique et statique, du retrait endogène et du fluage sous chargement est fait et un nouvel essai – BT-Ring – mettant en jeu tous ces phénomènes est développé.

Cet essai est constitué de deux anneaux en invar entre lesquels est coulé du béton. L'évolution de la température mesurée en essai semi-adiabatique (QAB) lors de l'hydratation de chaque béton est imposée dans les anneaux en invar. L'essai BT-Ring, grâce à l'imposition de la température mesurée en QAB et la gêne du retrait par les anneaux en invar a pour avantage d'être représentatif d'une pièce massive en retrait gêné. Le coefficient de dilatation thermique de l'invar est inférieur à celui du béton. Par conséquent durant la phase d'échauffement, l'anneau en invar gêne le gonflement du béton impliquant le développement de contraintes en compression, et durant le refroidissement, gêne le retrait et génère des contraintes en traction. Lorsque la contrainte en traction générée dans le béton devient supérieure à sa propre résistance en traction, alors il y a fissuration. La validation de la méthode s'est faite à l'aide d'un béton dont la chaleur d'hydratation est importante ( $64,2 \text{ kJ.kg}^{-1}$  en QAB) et qui a fissuré lors de l'essai BT-Ring. Les 9 bétons sélectionnés n'ont pas fissuré (chaleur d'hydratation comprise entre  $23,5$  et  $49,6 \text{ kJ.kg}^{-1}$  en QAB).

Généralement, la présence d'addition (laitier et cendres volantes) retarde le développement des propriétés mécaniques – résistances mécaniques, module d'Young statique et dynamique. Lorsqu'il s'agit de fumée de silice, de par sa finesse et sa réactivité, les réactions d'hydratation sont accélérées. La présence de laitier dans le béton génère un fluage plus important du matériau, mais surtout, à partir d'une certaine quantité présente, le gonflement du matériau. Ceci pourrait être expliqué par la formation d'hydrates ayant une structure plus grosse ou par la rigidité plus faible du matériau facilitant le gonflement lors du développement de la portlandite et de l'ettringite. L'imposition dans l'essai BT-Ring, de la température mesurée par QAB durant l'hydratation du béton reflète l'échauffement thermique produit dans une structure massive.

Cette étude, et surtout l'essai à l'anneau BT-Ring développé dans le cadre de cette thèse a principalement mis en évidence l'importance de la limitation de l'élévation de la température lors de

l'hydratation d'un béton. En effet, les 9 formulations de béton étudiées n'ont pas fissuré, malgré la fabrication et l'utilisation d'une grande quantité de ciments – dont pour certains la chaleur d'hydratation est élevée. La discrimination par rapport au ciment est donc faible, comparée à la formulation du béton. Pour les pièces massives, il est donc important de bien formuler le béton de manière à limiter cet échauffement. Pour cela, il est possible de substituer le ciment par des additions moins réactives, ou plus lentes dans le temps – laitier ou cendres volantes, d'augmenter le rapport E/L, ou plus simplement de limiter la quantité de pâte dans la formulation béton. Il est primordial d'optimiser le squelette granulaire afin de maximiser la compacité et de minimiser la quantité de pâte ou matière réactive impliquant l'échauffement thermique. Ainsi, l'utilisation d'un ciment exothermique - qui n'est pas LH - n'est pas forcément exclue et dépend de la formulation du béton.

Enfin, l'essai BT-Ring a été modélisé par éléments finis avec le logiciel de calculs CESAR développé par le LCPC, à l'aide des modules TEXO (thermique) et MEXO (mécanique). Ce dernier prend en compte l'évolution du module d'Young selon la loi de Schutter, les déformations endogènes et le fluage au cours du temps. Pour le moment, la modélisation de l'essai ne correspond pas aux résultats expérimentaux avec une différence majeure sur la contrainte en traction développée. Plusieurs explications sont possibles : soit le module d'Young de l'invar qui a été pris égal à 145 GPa, est plus élevé, soit la relation entre les déformations endogènes et le degré d'hydratation est non-linéaire contrairement à ce qui est actuellement implanté, soit les déformations endogènes sont mal évaluées (problème du choix du  $t_0$ ), soit par d'autres phénomènes, tel que le retrait de dessiccation, ayant lieu en expérimental et non pris en compte dans la modélisation. Il semble cependant que le fait que la contrainte ne soit pas homogène sur la hauteur des anneaux puisse expliquer en grande partie cet écart.



## PERSPECTIVES

Suite à ce travail, plusieurs perspectives s'offrent à nous. Tout d'abord par rapport à l'obtention de modèles reliant la composition cimentaire et la quantité de chaleur dégagée ou les propriétés mécaniques développées, il peut être envisagé de réaliser de nouveaux ciments afin d'agrandir la base de données et de permettre une analyse statistique. Une deuxième solution serait de faire des ciments de laboratoire afin de bien contrôler les variations de phases dans le clinker et donc de ne prendre en considération que les variations des paramètres sélectionnés – le pourcentage de C3A, le type et le pourcentage d'ajout, le pourcentage d'anhydrite et la finesse du mélange.

Ensuite, de manière à améliorer le suivi d'hydratation des ciments, particulièrement ceux contenant du laitier – matériau amorphe à plus de 95 %, il pourrait être intéressant de poursuivre la recherche sur la construction d'une phase hkl correspondant au laitier pour l'analyse DRX, et permettant donc de distinguer le laitier amorphe non réagi, des C-S-H amorphes formés. Il serait instructif de réaliser des mesures RMN du silicium et de l'aluminium afin de quantifier la quantité de C-S-H.

Concernant l'effet de la formulation du béton sur les chaleurs d'hydratation et les propriétés mécaniques, la recherche sur le couple ciment-addition pourrait être poursuivie de manière à mieux connaître son influence au cours du temps. L'outil de formulation nécessite des améliorations sur l'état frais afin de mieux prévoir l'affaissement du béton. Il pourrait aussi être intéressant de formuler d'autres bétons afin d'augmenter la base de données de manière à améliorer cet outil. Le passage de la chaleur d'hydratation ciment à la chaleur d'hydratation béton, à partir de la formulation du béton, reste encore inconnu. Une étude minéralogique plus approfondie des bétons au laitier serait nécessaire afin de confirmer l'hypothèse de la formation de C-A-S-H ou de M-S-H au lieu de C-S-H à partir d'une certaine quantité de laitier présent dans le béton.

Enfin, l'évaluation du risque de fissuration avec l'essai BT-Ring pourrait être améliorée avec l'utilisation de jauges de déformations ayant le même coefficient de dilatation thermique que les anneaux en invar, de manière à s'affranchir de la correction thermique appliquée. La modélisation de cet essai avec CESAR reste encore à améliorer. Cet essai pourrait in fine servir de test de qualification des bétons par rapport au risque de fissuration, et de référence pour le calage des modèles permettant le calcul de structures massives au jeune âge.

Cet essai n'est cependant pas totalement une garantie de non fissuration du béton s'il était utilisé en structure massive. En effet, au niveau de la peau d'une pièce massive, la température, et donc le degré d'hydratation du béton, n'est pas la même qu'au cœur, contrairement à ce qui est mesuré en QAB et donc imposé dans l'essai BT-Ring. Ceci implique une évolution différente des résistances mécaniques et des déformations au cours du temps, selon le choix dans l'étude (cœur ou peau du béton). Il est donc nécessaire de poursuivre cette étude par une analyse avec une modélisation de cet essai et la réalisation de tests où dans un premier temps, un gradient de température est imposé sans que les déformations soient gênées et dans un second temps où le retrait est gêné comme dans les structures massives. Dans l'avenir, on peut imaginer de pratiquer l'essai BT-Ring en imposant une température calculée à partir de l'essai QAB et d'un modèle comme celui présenté appliqué à une structure représentative de la structure réelle à couler.



# RÉFÉRENCES

- [Acker, 2001]. **Acker P**, Micromechanical analysis of creep and shrinkage mechanisms. *Proceedings of the CONCREEP 6*, **2001**.
- [Acker, et al., 2008]. **Acker P, Torrenti JM, Guerin M**, La maîtrise de la fissuration au jeune âge : condition de durabilité des ouvrages en béton. *in La durabilité des bétons*, **2008**, Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- [Acker and Ulm, 2001]. **Acker P, Ulm F-J**, Creep and shrinkage of concrete: physical origins and practical measurements. *Nuclear Engineering and Design*, **2001**, 203:143-158.
- [AFNOR, 1994]. **AFNOR**. 1994. NF P15-433, Méthodes d'essais des ciments. Détermination du retrait et du gonflement.
- [AFNOR, 1996]. **AFNOR**. 1996. NF P 18-427, Détermination des variations dimensionnelles entre deux faces opposées d'éprouvettes de béton durci.
- [AFNOR, 2003]. **AFNOR**. 2003. NF EN 1008, Eau de gâchage pour bétons : Spécifications d'échantillonnage, d'essais et d'évaluation de l'aptitude à l'emploi, y compris les eaux des processus de l'industrie du béton, telle que l'eau de gâchage pour béton.
- [AFNOR, 2004]. **AFNOR**. 2004. NF EN 196-8, Méthodes d'essais des ciments Partie 8 : Chaleur d'hydratation - Méthode par dissolution.
- [AFNOR, 2006]. **AFNOR**. 2006. NF EN 196-1, Méthode d'essais des ciments. Partie 1 : Détermination des résistances mécaniques.
- [AFNOR, 2006]. **AFNOR**. 2006. NF EN 15167-1, Laitier granulé de haut-fourneau moulu pour utilisation dans le béton, mortier et coulis. Partie 1 : définitions, exigences et critères de conformité.
- [AFNOR, 2008]. **AFNOR**. 2008. NF EN 12620, Granulats pour béton.
- [AFNOR, 2009]. **AFNOR**. 2009. NF EN 196-3+A1, Méthodes d'essais des ciments. Partie 3 : détermination du temps de prise et de la stabilité.
- [AFNOR, 2009]. **AFNOR**. 2009. NF EN 13263-1+A1, Fumée de silice pour béton. Partie 1 : définition, exigences et critères de conformité.
- [AFNOR, 2009]. **AFNOR**. 2009. NF P 98-107, Assises de chaussées. Activation du laitier vitrifié. Définitions, caractéristiques et spécifications.
- [AFNOR, 2010]. **AFNOR**. 2010. ISO 1920-10, Testing of concrete: - Part 10: Determination of static modulus of elasticity in compression.
- [AFNOR, 2010]. **AFNOR**. 2010. NF EN 196-9, Méthodes d'essais des ciments Partie 9 : Chaleur d'hydratation - Méthode semi-adiabatique.
- [AFNOR, 2010]. **AFNOR**. 2010. NF EN 1097-2, Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques de granulats. Partie 2 : Méthodes pour la détermination de la résistance à la fragmentation.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 197-1, Méthodes d'essais des ciments Partie 1 : composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 206-1/CN, Béton. Spécification, performance, production et conformité - Complément national à la norme NF EN 206-1.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 450-1, Cendres volantes pour béton Partie 1 : Définition, spécification et critères de conformité.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 933-1, Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats. Partie 1 : Détermination de la granularité - Analyse granulométrique par tamisage.

- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 934-2, Adjuvants pour béton, mortier et coulis. Partie 2 : Adjuvants pour bétons - Définitions, exigences, conformité, marquage et étiquetage.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 12350-2, Essais pour béton frais Partie 2 : Essai d'affaissement.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 12350-6, Essais pour béton frais Partie 6 : Masse volumique.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 12350-7, Essais pour béton frais Partie 7 : Teneur en air - Méthode de la compressibilité.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 12390-2, Essais pour béton durci. Partie 2 : Confection et conservation des éprouvettes pour essais de résistance.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 12390-3, Essais pour béton durci. Partie 3 : Résistance à la compression des éprouvettes.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 12390-3, Essais pour béton durci partie 3 : Résistance à la compression des éprouvettes.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 12390-6, Essais pour béton durci. Partie 6 : Détermination de la résistance en traction par fendage d'éprouvettes.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF EN 12390-6, Essais pour béton durci Partie 6 : Détermination de la résistance en traction par fendage d'éprouvettes.
- [AFNOR, 2012]. **AFNOR**. 2012. NF P18-508, Additions pour béton hydraulique. Additions calcaires. Spécifications et critères de conformité.
- [AFNOR, 2013]. **AFNOR**. 2013. NF EN 196-2, Méthodes d'essais des ciments — Partie 2 : Analyse chimique des ciments.
- [AFNOR, 2013]. **AFNOR**. 2013. NF EN 933-9+A1, Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats — Partie 9 : Qualification des fines — Essai au bleu de méthylène.
- [AFNOR, 2013]. **AFNOR**. 2013. NF P 18-576, Granulats - Détermination du coefficient de friabilité du sable.
- [AFNOR, 2014]. **AFNOR**. 2014. NF EN 1097-6, Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats. Partie 6 : Détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption d'eau.
- [AFNOR, 2016]. **AFNOR**. 2016. PR NF EN 12390-14, Essai pour béton durci — Partie 14 : Méthode semi-adiabatique de détermination de la chaleur dégagée par le béton au cours son processus de durcissement.
- [Aili, 2017]. **Aili A**, Shrinkage and creep of cement-based materials under multiaxial load: Poromechanical modeling for application in nuclear industry. **2017**, Thèse de l'Université Paris-Est.
- [Al Shamaa, et al., 2015]. **Al Shamaa M, Lavaud S, Divet L, Nahas G, Torrenti JM**, Influence of relative humidity on delayed ettringite formation. *Cement and Concrete Composites*, **2015**, 58:14-22.
- [Alexanderson, 1972]. **Alexanderson J**, Strength losses in heat cured concrete. *Swedish cement and concrete research insitute*, **1972**, 43:135.
- [Arliguie and Hornain, 2007]. **Arliguie G, Hornain H**, *Presses de l'École nationale des ponts et chaussées*, GranDuBé: grandeurs associées à la durabilité des bétons. **2007**.
- [Arrhénius, 1915]. **Arrhénius S, G. Bell and Sons Ed.**, Quantitative laws in biological chemistry. **1915**.
- [ASTM, 2004]. **ASTM**. 2004. Standard C 1581-04. Standard Test method for determining age at cracking and induced tensile stress characteristics of mortar and concrete under restrained shrinkage, p. 787-792, vol. 4. ASTM International, West Conshohocken.

- [ASTM, 2009]. **ASTM**. 2009. C1679 - 09 - Standard practice for measuring hydration kinetics of hydraulic cementitious mixtures using isothermal calorimetry.
- [ASTM, 2013]. **ASTM**. 2013. C1702 - 13 - Standard test method for measurement of heat of hydration of hydraulic cementitious materials using isothermal conduction calorimetry.
- [ASTM, 2014]. **ASTM**. 2014. C1698 - Standard Test method for autogenous strain of cement paste and mortar, p. 1-8.
- [Atrushi, 2003]. **Atrushi DS**, Tensile and compressive creep of early age concrete: Testing and modelling. **2003**, PhD Thesis, Norwegian University of Sciences and Technology.
- [Avrami, 1939]. **Avrami M**, Kinetics of phase change. I. General theory. *Journal of Chemical Physics*, **1939**, 7:1103-1112.
- [Baby, 2013]. **Baby F**, Evolution de la relation « Rigidité Apparente / Module d'Young » dans l'essai BT JASPE. **2013**, IFSTTAR.
- [Bamforth, 2007]. **Bamforth PB**. 2007. CIRIA C660. Early-age thermal crack control in control. CIRIA, London.
- [Banthia, et al., 1996]. **Banthia N, Yan C, Mindess S**, Restrained shrinkage cracking in fiber reinforced concrete - a novel test technique. *Cement and Concrete Research*, **1996**, 26:
- [Baroghel-Bouny, 2004]. **Baroghel-Bouny V**, Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages - Maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali réaction - Etat de l'art et guide pour la mise en oeuvre d'une approche performantielle sur la base d'indicateurs de durabilité. *Association Française de Génie Civil*, **2004**,
- [Baroghel-Bouny, et al., 2006]. **Baroghel-Bouny V, Mounanga P, Khelidj A, Loukili A, Rafai N**, Autogenous deformations of cement pastes: Part II. W/C effects, micro-macro correlations, and threshold values. *Cement and Concrete Research*, **2006**, 36:123-136.
- [Bažant, et al., 2004]. **Bažant ZP, Cusatis G, Cedolin L**, Temperature Effect on Concrete Creep Modeled by Microprestess-Solidification Theory. **2004**.
- [Bazant, et al., 1997]. **Bazant ZP, Hauggaard A, Baweja S, Ulm F-J**, Microprestess-solidification theory for concrete creep. I. Aging and drying effects. *J. Eng. Mech.*, **1997**, 123:1188-1194.
- [Bazant and Wittman, 1982]. **Bazant ZP, Wittman FH**, Mathematical modeling of creep and shrinkage in concrete. **1982**.
- [Benboudjema and Torrenti, 2008]. **Benboudjema F, Torrenti JM**, Early age behaviour of concrete nuclear containments. *Nuclear Engineering and Design*, **2008**, 238:2495-2506.
- [Bentz, 2000]. **Bentz DP**, CEMHYD3D: A three-dimension cement hydration and microstructure development modelling package. **2000**, Version 2.0 NISTIR 6485.
- [Bentz, 2010]. **Bentz DP**, Blending different fineness cements to engineer the properties of cement-based materials. *Magazine of Concrete Research*, **2010**, 62:327-338.
- [Bentz and Garboczi, 1991]. **Bentz DP, Garboczi EJ**, Percolation of phases in a three-dimensional cement paste microstructural model. *Cement and Concrete Research*, **1991**, 21:325-344.
- [Bentz, et al., 1999]. **Bentz DP, Garboczi EJ, Haecker CJ, Jensen OM**, Effects of cement particle size distribution on performance properties of Portland cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, **1999**, 29:1663-1671.
- [Bernard, et al., 2003]. **Bernard O, Ulm F-J, Germaine JT**, Volume and deviator creep of calcium-leached cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, **2003**, 33:1127-1136.
- [Bernard, et al., 2003]. **Bernard O, Ulm F-J, Lemarchand E**, A multiscale micromechanics-hydration model for the early-age elastic properties of cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, **2003**, 33:1293-1309.

- [Berodier, 2015]. **Berodier E**, Impact of the supplementary cementitious materials on the kinetics and microstructural development of cement hydration. **2015**, Science et génie des matériaux, Thèse de l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne.
- [Berodier, 2015]. **Berodier E**, Impact of the supplementary cementitious materials on the kinetics and microstructural development of cement hydration. **2015**, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne.
- [Berodier and Scrivener, 2014]. **Berodier E, Scrivener K**, Understanding the Filler Effect on the Nucleation and Growth of C-S-H. *Journal of the American Ceramic Society*, **2014**, 97:3764-3773.
- [Bessa-Badreddine, 2004]. **Bessa-Badreddine A**, Etude de la contribution des additions minérales aux propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des mortiers. **2004**, Génie Civil, Thèse de l'Université de Cergy-Pontoise.
- [Bishnoi and Scrivener, 2009]. **Bishnoi S, Scrivener KL**,  $\mu$ ic: A new platform for modelling the hydration of cements. *Cement and Concrete Research*, **2009**, 39:266-274.
- [Bissonnette and Pigeon, 1995]. **Bissonnette B, Pigeon M**, Tensile creep at early ages of ordinary, silica fume and fiber reinforced concretes. *Cement and Concrete Research*, **1995**, 25:1075-1085.
- [Bissonnette, et al., 2007]. **Bissonnette B, Pigeon M, Vaysburd AM**, Tensile creep of concrete: Study of its sensitivity to basic parameters. *ACI Materials Journal*, **2007**, 104:360-368.
- [Bjøntegaard, et al., 2004]. **Bjøntegaard Ø, Hammer TA, Sellevold EJ**, On the measurement of free deformation of early age cement paste and concrete. *Cement and Concrete Composites*, **2004**, 26:427-435.
- [Bouasker, 2007]. **Bouasker M**, Etude numérique et expérimentale du retrait endogène au très jeune âge des pâtes de ciment avec et sans inclusions. **2007**, Thèse de l'Université de Nantes.
- [Bouasker, et al., 2008]. **Bouasker M, Mounanga P, Turcry P, Loukili A, Khelidj A**, Chemical shrinkage of cement pastes and mortars at very early age: Effect of limestone filler and granular inclusions. *Cement and Concrete Composites*, **2008**, 30:13-22.
- [Boudchicha, 2007]. **Boudchicha A**, Utilisation des additions minérales et des adjuvants fluidifiants pour l'amélioration des propriétés rhéologiques et mécaniques des bétons. **2007**, Thèse de l'Université Mentouri Constantine.
- [Boulay, 2007]. **Boulay C**. 2007. Développement d'un dispositif de mesure du retrait endogène d'un béton au jeune âge, Huitième édition des Journées scientifiques du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton, Montréal, Canada.
- [Boulay, et al., 2013]. **Boulay C, Staquet S, Delsaute B, Carette J, Crespini M, Yazoghli-Marzouk O, Merliot E, Ramanich S**, How to monitor the modulus of elasticity of concrete, automatically since the early age? *Mater Struct*, **2013**,
- [Briffaut, 2010]. **Briffaut M**, Etude de la fissuration au jeune âge des structures massives en béton : influence de la vitesse de refroidissement, des reprises de bétonnage et des armatures. **2010**, Thèse de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan.
- [Briffaut, et al., 2012]. **Briffaut M, Benboudjema F, Torrenti JM, Nahas G**, Effects of early-age thermal behaviour on damage risks in massive concrete structures. *European Journal of Environmental Civil Engineering*, **2012**, 16:589-605.
- [Broll, 2014]. **Broll N**, Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X. *Techniques de l'ingénieur*, **2014**, p1080.

- [Buffo-Lacarrière, 2007]. **Buffo-Lacarrière L**, Prédiction et évaluation de la fissuration précoce des ouvrages en béton. **2007**, Thèse de l'Université de Toulouse.
- [Builes, et al., 2008]. **Builes M, García E, Riveros CA**, Dynamic and static measurements of small strain moduli of toyoura sand. *Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia*, **2008**, 43:86-101.
- [Byfors, 1980]. **Byfors J**, Plain concrete at early age. **1980**, Swedish Cement and Concrete Research Institute.
- [Carde, 2007]. **Carde C**, Pathologie - Ettringite. *Bétons le magazine*, **2007**, 9:75-76.
- [Carette, et al., 2018]. **Carette J, Joseph S, Cizer Ö, Staquet S**, Decoupling the autogenous swelling from the self-desiccation deformation in early age concrete with mineral additions: Micro-macro observations and unified modelling. *Cement and Concrete Composites*, **2018**, 85:122-132.
- [Carette and Staquet, 2015]. **Carette J, Staquet S**, Monitoring the setting process of mortars by ultrasonic P and S-waves transmission velocity measurement. *Construction and Building Materials*, **2015**, 94:196-208.
- [Carette and Staquet, 2016]. **Carette J, Staquet S**, Monitoring and modeling the early age and hardening behavior of eco-concrete through continuous non-destructive measurements: Part II. Mechanical behavior. *Cement and Concrete Composites*, **2016**, 73:1-9.
- [Carlson and Reading, 1988]. **Carlson RW, Reading TJ**, Model of studying shrinkage cracking in concrete building walls. *ACI Structures Journal*, **1988**, 85:395-404.
- [Cau Dit Coumes, 2007]. **Cau Dit Coumes C**, Contribution à la formation et à la caractérisation de matériaux cimentaires pour le conditionnement de déchets radioactifs. **2007**, HDR.
- [Cau Dit Coumes, 2007]. **Cau Dit Coumes C**, Contribution à la formation et à la caractérisation de matériaux cimentaires pour le conditionnement de déchets radioactifs. **2007**.
- [Charron, 2003]. **Charron JP**, Contribution à l'étude du comportement au jeune âge des matériaux cimentaires en conditions de déformations libres et gênées. **2003**, Université de Laval, Québec.
- [Charron, 2003]. **Charron JP**, Contribution à l'étude du comportement au jeune âge des matériaux cimentaires en conditions de déformations libres et gênées. **2003**, Thèse de l'Université de Laval.
- [Colleparadi, et al., 1979]. **Colleparadi M, Monosi S, Moriconi G, Corradi M**, Tetracalcium aluminoferrite hydration in the presence of lime and gypsum. *Cement and Concrete Research*, **1979**, 9:431-437.
- [Costoya Fernandez, 2008]. **Costoya Fernandez MM**, Effect of particle size on the hydration kinetics and microstructural development of tricalcium silicate. **2008**, Thèse de l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne.
- [Cyr and Divet, 2014]. **Cyr M, Divet L**, Additions minérales. *in Le grand livre des bétons*, **2014**,
- [Cyr, et al., 2000]. **Cyr M, Lawrence P, Ringot E, Carles-Gibergues**, Variation des facteurs d'efficacité caractérisant les additions minérales. *Mater Struct*, **2000**, 33:466-472.
- [d'Aloia-Schwartzentruber and Torrenti, 2014]. **d'Aloia-Schwartzentruber L, Torrenti JM**, Le grand livre des bétons. **2014**.
- [D'Aloia and Chanvillard, 1997]. **D'Aloia L, Chanvillard G**, Concrete strength estimation at early ages: Modification of the method of equivalent age. *ACI Materials Journal*, **1997**, 94:520-530.
- [D'Aloia and Chanvillard, 2002]. **D'Aloia L, Chanvillard G**, Determining the "apparent" activation energy of concrete: Ea—numerical simulations of the heat of hydration of cement. *Cement and Concrete Research*, **2002**, 32:1277-1289.
- [de Larrard, 2000]. **de Larrard T**, Structures granulaires et formulation des bétons. **2000**, IFSTTAR.

- [De Schutter, 1999]. **De Schutter G**, Hydratation and temperature development of concrete made with blast-furnace slag cement. *Cement and Concrete Research*, **1999**, 29:143-149.
- [De Schutter, 2004]. **De Schutter G**, Applicability of degree of hydration concept and maturity method for thermo-visco-elastic behaviour of early age concrete. *Cement and Concrete Composites*, **2004**, 26:437-443.
- [De Schutter and Taerwe, 1996]. **De Schutter G, Taerwe L**, Degree of hydration-based description of mechanical properties of early age concrete. *Materials & Structures*, **1996**, 29:335-344.
- [Delsaute, 2017]. **Delsaute B**, New approach for monitoring and modelling of the creep and shrinkage behaviour of cement pastes, mortars and concretes since setting time. **2017**, Thèse de l'Université Libre de Bruxelles & Université Paris-Est.
- [Delsaute, et al., 2016]. **Delsaute B, Boulay C, Granja J, Carette J, Azenha M, Dumoulin C, Karaiskos G, Deraemaeker A, Staquet S**, Testing concrete E-modulus at very early ages through several techniques: An inter-laboratory comparison. *An International journal for experimental mechanics*, **2016**, 52:91-109.
- [Delsaute, et al., 2016]. **Delsaute B, Torrenti JM, Staquet S**. 2016. Monitoring and modeling of the early properties of the VeRCORs concrete, TINCE, Paris.
- [Delsaute, et al., 2017]. **Delsaute B, Torrenti JM, Staquet S**, Modeling basic creep of concrete since setting time. *Cement and Concrete Composites*, **2017**, 83:239-250.
- [Diederich, 2010]. **Diederich P**, Contribution à l'étude de l'influence des propriétés des fillers calcaires sur le comportement autoplaçant du béton. **2010**, Génie Civil, Thèse de l'Université Toulouse III - Paul Sabatier.
- [Divet, et al., 2006]. **Divet L, Le Roy R, Van Rompaey G**, Hydratation du laitier de haut fourneau. *LCPC - Ecole des Ponts et Chaussées*, **2006**,
- [Dreux and Festa, 2002]. **Dreux G, Festa J**, Nouveau guide du béton et de ses constituants. **2002**.
- [Dumoulin, et al., 2012]. **Dumoulin C, Karaiskos G, Carette J, Staquet S, Deraemaeker A**, Monitoring of the ultrasonic P-wave velocity in early-age with embedded piezoelectric transducers. *Smart Materials and Structures*, **2012**, 21:
- [Fierens and Verhaegen, 1976]. **Fierens P, Verhaegen JP**, Hydration of tricalcium silicate in paste — Kinetics of calcium ions dissolution in the aqueous phase. *Cement and Concrete Research*, **1976**, 6:337-342.
- [Fierens and Verhaegen, 1976]. **Fierens P, Verhaegen JP**, Induction period of hydration of tricalcium silicate. *Cement and Concrete Research*, **1976**, 6:287-292.
- [Fierens and Verhaegen, 1976]. **Fierens P, Verhaegen JP**, Propriétés nucléophiles de surfaces de silicate tricalcique. *Cement and Concrete Research*, **1976**, 6:103-111.
- [Fredericci, et al., 2000]. **Fredericci C, Zanotto ED, Ziemath EC**, Crystallization mechanism and properties of a blast furnace slag glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, **2000**, 273:64-75.
- [Freiesleben-Hansen and Pedersen, 1977]. **Freiesleben-Hansen P, Pedersen EJ**, Maturity computer for controlled curing and hardening of concrete. *Nordisk betong*, **1977**, 1:21-25.
- [Fukuhara, et al., 1981]. **Fukuhara M, Goto S, Asaga K, Daimon M, Kondo R**, Mechanisms and kinetics of C4AF hydration with gypsum. *Cement and Concrete Research*, **1981**, 11:407-414.
- [Garboczi, 1993]. **Garboczi EJ**, Computational materials science of cement-based materials. *Mater Struct*, **1993**, 26:191-195.
- [García Calvo, et al., 2013]. **García Calvo JL, Alonso MC, Hidalgo A, Fernández Luco L, Flor-Laguna V**, Development of low-pH cementitious materials based on CAC for HLW

- repositories: Long-term hydration and resistance against groundwater aggression. *Cement and Concrete Research*, **2013**, 51:67-77.
- [Garrault-Gauffinet and Nonat, 1999]. **Garrault-Gauffinet S, Nonat A**, Experimental investigation of calcium silicate hydrate (C-S-H) nucleation. *Journal of Crystal Growth*, **1999**, 200:565-574.
- [Garrault, et al., 2006]. **Garrault S, Behr T, Nonat A**, Formation of the C-S-H Layer during Early Hydration of Tricalcium Silicate Grains with Different Sizes. *The Journal of Physical Chemistry B*, **2006**, 110:270-275.
- [Gartner, 2004]. **Gartner E**, Industrially interesting approaches to "low-CO<sub>2</sub>" cements. *Cement and Concrete Research*, **2004**, 34:1489-1498.
- [Ghorab and Kishar, 1985]. **Ghorab HY, Kishar EA**, Studies on the stability of the calcium sulfoaluminate hydrates. Part 1: Effect of temperature on the stability of ettringite in pure water. *Cement and Concrete Research*, **1985**, 15:93-99.
- [Goel, et al., 2006]. **Goel R, Kumar R, Paul DK**, Comparative study of various creep and shrinkage prediction models for concrete. *Journal of materials in civil engineering*, **2006**, 19:249-260.
- [Gu, et al., 2006]. **Gu H, Song G, Dhonde H, Mo YL, Yan S**, Concrete early-age strength monitoring using embedded piezoelectric transducers. *Smart Materials and Structures*, **2006**, 15:1837-1845.
- [Guénot-Delahaie, 1997]. **Guénot-Delahaie I**, Contribution à l'analyse physique et à la modélisation du fluage propre du béton. **1997**, Thèse de l'Ecole des Ponts et Chaussées.
- [Gutteridge and Dalziel, 1990]. **Gutteridge WA, Dalziel JA**, Filler cement: The effect of the secondary component on the hydration of Portland cement: Part 2. Fine hydraulic binders. *Cement and Concrete Research*, **1990**, 20:853-861.
- [Gutteridge and Dalziel, 1990]. **Gutteridge WA, Dalziel JA**, Filler cement: The effect of the secondary component on the hydration of Portland cement: Part I. A fine non-hydraulic filler. *Cement and Concrete Research*, **1990**, 20:778-782.
- [Hamon, 2013]. **Hamon F**, Code\_Aster : Modèle d'endommagement de Mazars. **2013**, EDF.
- [Han, et al., 2017]. **Han F, He X, Zhang Z, Liu J**, Hydration heat of slag or fly ash in the composite binder at different temperatures. *Thermochimica Acta*, **2017**, 655:202-210.
- [Hanson, 1953]. **Hanson JA**, A ten-year study of creep properties of concrete. **1953**, Bureau of reclamation.
- [Haouas, 2007]. **Haouas A**, Comportement au jeune âge des matériaux cimentaires - Caractérisation et modélisation chimio-hydro-mécanique du retrait. **2007**, Thèse de l'ENS Cachan.
- [Hauggaard, et al., 1999]. **Hauggaard A, Damkilde L, Hansen PF**, Transitional thermal creep of early age concrete. *Journal of materials in civil engineering*, **1999**, 125:458-465.
- [Hewlett, 1998]. **Hewlett PC**, Elsevier, Lea's Chemistry of Cement and Concrete, 4th Edition. **1998**.
- [Houzé, 2013]. **Houzé C**, Etude de la valorisation des laitiers de l'industrie sidérurgique et de production des alliages silicomanganèse. **2013**, Structures et matériaux, Thèse de l'Université de Paris Est.
- [Hu, et al., 2014]. **Hu J, Ge Z, Wang K**, Influence of cement fineness and water-to-cement ratio on mortar early-age heat of hydration and set times. *Construction and Building Materials*, **2014**, 50:657-663.
- [Hu, et al., 2017]. **Hu X, Shi C, Shi Z, Tong B, Wang D**, Early age shrinkage and heat of hydration of cement-fly ash-slag ternary blends. *Construction and Building Materials*, **2017**, 153:857-865.
- [IFSTTAR, 2017]. **IFSTTAR**. 2017. Recommandations pour la prévention des désordres dus à la réaction sulfatique interne - Guide technique.

- [Irfan-ul-Hassan, et al., 2016]. **Irfan-ul-Hassan M, Pichler B, Reihnsner R, Hellmich C**, Elastic and creep properties of young cement paste, as determined from hourly repeated minute-long quasi-static tests. *Cement and Concrete Research*, **2016**, 82:36-49.
- [Jansen, et al., 2011]. **Jansen D, Goetz-Neunhoeffler F, Stabler C, Neubauer J**, A remastered external standard method applied to the quantification of early OPC hydration. *Cement and Concrete Research*, **2011**, 41:602-608.
- [JCI, 2008]. **JCI**. 2008. Guidelines for Control of Cracking of Mass Concrete.
- [Jennings, 2000]. **Jennings HM**, A model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste. *Cement and Concrete Research*, **2000**, 30:101-116.
- [Jennings, 2008]. **Jennings HM**, Refinements to colloid model of C-S-H in cement: CM-II. *Cement and Concrete Research*, **2008**, 38:275-289.
- [Jensen and Hansen, 1999]. **Jensen OM, Hansen PF**, Influence of temperature on autogenous deformation and relative humidity change in hardening cement paste. *Cement and Concrete Research*, **1999**, 29:567-575.
- [Jiang, et al., 2014]. **Jiang C, Yang Y, Wang Y, Zhou Y, Ma C**, Autogenous shrinkage of high performance concrete containing mineral admixtures under different curing temperatures. *Construction and Building Materials*, **2014**, 61:260-269.
- [Jiang, et al., 2005]. **Jiang Z, Sun Z, Wang P**, Autogenous relative humidity change and autogenous shrinkage of high-performance cement pastes. *Cement and Concrete Research*, **2005**, 35:1539-1545.
- [Joisel]. **Joisel A**, Prise et fausse prise des ciments. Centre d'études et de recherches de l'industrie des liants hydrauliques.
- [Jonasson, 1994]. **Jonasson JE**, Modelling of temperature, moisture and stresses in young concrete. **1994**, PhD Thesis, Lulea University of Technology.
- [Jones, et al., 2003]. **Jones MR, Zheng L, Newlands MD**, Estimation of the filler content required to minimise voids ratio in concrete. *Magazine of Concrete Research*, **2003**, 55:193-202.
- [Joudi-Bahri, et al., 2012]. **Joudi-Bahri I, Lecomte A, Ouezdou MB, Achour T**, Use of limestone sands and fillers in concrete without superplasticizer. *Cement and Concrete Composites*, **2012**, 34:771-780.
- [Juilland, et al., 2010]. **Juilland P, Gallucci E, Flatt R, Scrivener K**, Dissolution theory applied to the induction period in alite hydration. *Cement and Concrete Research*, **2010**, 40:831-844.
- [Justnes, et al., 1992]. **Justnes H, Meland I, Bjoergum JO, Krane J**. 1992. The mechanism of silica fume action in concrete studied by solid state <sup>29</sup>Si NMR, NMR-Seminar, Guerville, France.
- [Kadri and Duval, 2009]. **Kadri E-H, Duval R**, Hydration heat kinetics of concrete with silica fume. *Construction and Building Materials*, **2009**, 23:3388-3392.
- [Kadri, 1998]. **Kadri EH**, Contribution à l'étude de l'influence de la fumée de silice sur les caractéristiques des bétons à hautes performances **1998**, Thèse de l'Université de Cergy Pontoise.
- [Kadri, et al., 2010]. **Kadri EH, Aggoun S, De Schutter G, Ezziane K**, Combined effect of chemical nature and fineness of mineral powders on Portland cement hydration. *Mater Struct*, **2010**, 43:665-673.
- [Kanstad, 1991]. **Kanstad T**, Evaluation of material models for shrinkage and creep of concrete. *Nordic concrete research*, **1991**, 10:93-104.
- [Khokhar, et al., 2010]. **Khokhar MIA, Roziere E, Turcry P, Grondin F, Loukili A**, Mix design of concrete with high content of mineral additions: Optimisation to improve early age strength. *Cement and Concrete Composites*, **2010**, 32:377-385.

- [Kishi and Maekawa, 1994]. **Kishi T, Maekawa K**, Thermal and mechanical modelling of young concrete based on hydration process of multi-component cement materials. *Proceedings of the Thermal cracking in concrete at early age*, **1994**.
- [Kjellsen and Detwiler, 1992]. **Kjellsen KO, Detwiler RJ**, Reactions kinetics of Portland cement mortars hydrated at different temperatures. *Cement and Concrete Research*, **1992**, 22:112-120.
- [Klemczak and Batog, 2016]. **Klemczak B, Batog M**, Heat of hydration of low-clinker cements. *J Therm Anal Calorim*, **2016**, 123:1351-1360.
- [Klieger, 1958]. **Klieger P**, Effect of mixing and curing temperature on concrete strength. **1958**, Portland Cement Association.
- [Knudsen, 1984]. **Knudsen T**, The dispersion model for hydration of portland cement: I. Genral concepts. *Cement and Concrete Research*, **1984**, 14:622-630.
- [Kocaba, 2009]. **Kocaba V**, Development and evaluation of methods to follow microstructural development of cementitious systems including slags. **2009**, Science et génie des matériaux, Thèse de l'Ecole polytechnique fédérale de Lausanne.
- [Kolani, 2012]. **Kolani B**, Comportement au jeune âge des structures en béton armé à base de liants composés aux laitiers. **2012**, Génie civil, Thèse de l'Université de Toulouse.
- [Kolias, 1980]. **Kolias SW, R.I.T.**, Relationships between the static and the dynamic moduli of elasticity in cement stabilised materials *Materials & Structures*, **1980**, 13:99-107.
- [Kousksou, et al., 2014]. **Kousksou T, Jamil A, Zeraouli Y**, Nouvelle technique pour la détermination des capacités thermiques massiques par calorimétrie à balayage. **2014**,
- [Kovler, et al., 1999]. **Kovler K, Igarashi S, Bentur A**, Tensile creep behavior of high strength concretes at early ages. *Mater Struct*, **1999**, 32:383-387.
- [Kristiawan and Nugroho, 2017]. **Kristiawan SA, Nugroho AP**, Creep Behaviour of Self-compacting Concrete Incorporating High Volume Fly Ash and its Effect on the Long-term Deflection of Reinforced Concrete Beam. *Procedia Engineering*, **2017**, 171:715-724.
- [Krüger, et al., 2016]. **Krüger M, Bregar R, David GA, Juhart J**, Non-destructive evaluation of eco-friendly cementitious materials by ultrasound. *Proceedings of the International RILEM Conference on materialq, systems and structures in civil engineering. Segment on service life of cement-based materials and structures*, **2016**, Lyngby, Denmark.
- [Kumar Mehta and Monteiro, 2006]. **Kumar Mehta P, Monteiro PJM**, *The McGraw-Hill Companies*, Concrete: Microstructure, properties and materials. Fourth Edition. **2006**.
- [Lafont, 2013]. **Lafont E**, Etude chimique et dimensionnelle de résines échangeuses d'ions cationiques en milieu cimentaire. **2013**, Thèse de l'Université de Bourgogne
- [Laplante and Boulay, 1994]. **Laplante P, Boulay C**, Evolution du coefficient de dilatation thermique du béton en fonction de sa maturité aux tout premiers âges. *Mater Struct*, **1994**, 27:596-605.
- [Laplante and Boulay, 1994]. **Laplante P, Boulay C**, Evolution du coefficient de dilatation thermique du béton en fonction de sa maturité aux tout premiers âges. *Materials & Structures*, **1994**, 27:596-605.
- [Laugesen, 2005]. **Laugesen JL**, Density functional calculations of elastic properties of portlandite, Ca(OH)<sub>2</sub>. *Cement and Concrete Research*, **2005**, 35:199-202.
- [LCPC, 2007]. **LCPC**. 2007. Guide technique, Recommandations pour la prévention des désordres dus à la réaction sulfatique interne.
- [Le Chatelier, 1904]. **Le Chatelier MH, Dunod**, Recherches expérimentales sur la constitution des mortiers hydrauliques. **1904**.

- [Lee, et al., 2006]. **Lee KM, Lee HK, Lee SH, Kim GY**, Autogenous shrinkage of concrete containing granulated blast-furnace slag. *Cement and Concrete Research*, **2006**, 36:1279-1285.
- [Lerch, 1946]. **Lerch W**, The influence of gypsum on the hydration and properties of Portland cement pastes. *Proceedings of the Forty ninth annual meeting of the society ASTM*, **1946**.
- [Lerch and Bogue, 1934]. **Lerch W, Bogue RH**, Heat of hydration of portland cement pastes. *Journal of Research of National Bureau of Standard*, **1934**, 12:645-664.
- [Leroy, et al., 2017]. **Leroy R, Le Maou F, Torrenti JM**, Long term basic creep behavior of high performance concrete. Data and Modelling. *Materials & Structures*, **2017**, 50-85.
- [Lim and Wee, 2000]. **Lim SN, Wee TH**, Autogenous shrinkage of ground-granulated blast-furnace slag concrete. *ACI Materials Journal*, **2000**, 97:587-593.
- [Locher, 2006]. **Locher FW**, *Verlag Bau + Technik*, Cement: principles of production and use. **2006**.
- [Locher, et al., 1973]. **Locher FW, Sprung S, Korf P**, The effect of the particle size distribution and properties strength of Portland cement. *Zement - Kalk - Gips International*, **1973**, 26:349-355.
- [Lothenbach, et al., 2011]. **Lothenbach B, Scrivener K, Hooton RD**, Supplementary cementitious materials. *Cement and Concrete Research*, **2011**, 41:1244-1256.
- [Loukili, et al., 2000]. **Loukili A, Chopin D, Khelidj A, Le Touzo J-Y**, A new approach to determine autogenous shrinkage of mortar at an early age considering temperature history. *Cement and Concrete Research*, **2000**, 30:915-922.
- [Lura, 2003]. **Lura P**, Autogenous deformation and internal curing of concrete. **2003**, PhD Thesis of Delft University of technology.
- [Lura, et al., 2001]. **Lura P, van Breugel K, Maruyama I**, Effect of curing temperature and type of cement on early-age shrinkage of high-performance concrete. *Cement and Concrete Research*, **2001**, 31:1867-1872.
- [Maage, 1986]. **Maage M**, Strength and heat development in concrete: influence of fly ash and condensed silica fume. *Proceedings of the 2nd CANMET/ACI International conference on fly ash, silica fume, slag and, natural pozzolans in concrete*, **1986**.
- [Maekawa, et al., 1999]. **Maekawa K, Chaube R, Kishi T, E & FN Spon**, Modelling of Concrete Performance. **1999**.
- [Mardani-Aghabaglou, et al., 2016]. **Mardani-Aghabaglou A, Boyaci OC, Hosseinneshad H, Felekoglu B, Ramyar K**, Effect of gypsum type on properties of cementitious materials containing high range water reducing admixture. *Cement and Concrete Composites*, **2016**, 68:15-26.
- [Martin, 2010]. **Martin RP**, Analyse sur structures modèles des effets mécaniques de la réaction sulfatique interne du béton. **2010**, Thèse de l'Université de Paris-Est.
- [Massazza and Diamon, 1992]. **Massazza F, Diamon M**, Chemistry of hydration of cements and cementitious systems. *Proceedings of the 9th International Congress on the Chemistry of Cement*, **1992**, New Delhi.
- [Matschei, et al., 2007]. **Matschei T, Lothenbach B, Glasser FP**, The role of calcium carbonate in cement hydration. *Cement and Concrete Research*, **2007**, 37:551-558.
- [Messan, 2006]. **Messan A**, Contribution à l'étude du comportement au très jeune âge des structures mince en mortier. **2006**, Thèse de l'Université de Montpellier II.
- [Minard, 2003]. **Minard H**, Etude intégrée des processus d'hydratation, de coagulation, de rigidification et de prise pour un système C3S-C3A-sulfates-alcalins. **2003**, Thèse de l'Université de Bourgogne.
- [Moreira, 2011]. **Moreira M**, Pore structure in blended cement pastes. **2011**, PhD Thesis of Technical University of Denmark.

- [Mounanga, et al., 2006]. **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*, **2006**, 36:110-122.
- [Mounanga, et al., 2004]. **Mounanga P, Khelidj A, Loukili A, Baroghel-Bouny V**, Predicting Ca(OH)<sub>2</sub> content and chemical shrinkage of hydrating cement pastes using analytical approach. *Cement and Concrete Research*, **2004**, 34:255-265.
- [Mounanga, et al., 2006]. **Mounanga P, Poullain PH, Bastian G, Khelidj A**. 2006. Etude expérimentale des propriétés thermo-physiques de matrices cimentaires au très jeune âge, Colloque Transfert 2006, Lille.
- [Neville, 2000]. **Neville A**, *Eyrolles*, Propriétés des bétons. **2000**.
- [Neville, 1996]. **Neville AM**, *Eyrolles, Editions*, Propriétés des bétons. Partie 9 : élasticité, retrait et fluage. **1996**.
- [Nonat, 2008]. **Nonat A**, L'hydratation des ciments. in *La durabilité des bétons*, **2008**, Presses de l'école nationale des Ponts et chaussées.
- [Odler and Dörr, 1979]. **Odler I, Dörr H**, Early hydration of tricalcium silicate II. The induction period. *Cement and Concrete Research*, **1979**, 9:277-284.
- [Oluokun, 1991]. **Oluokun**, Prediction of concrete tensile strength from its compressive strength: Evaluation of existing relations for normal weight concrete. *ACI Materials Journal*, **1991**, 88:115-121.
- [Omar, et al., 2004]. **Omar M, Pijaudier-Cabot G, Loukili A**, Etude comparative du couplage endommagement-fluage. *Revue française de génie civil*, **2004**, 8:457 - 481.
- [Østergaard, et al., 2001]. **Østergaard L, Lange DA, Altoubat SA, Stang H**, Tensile basic creep of early-age concrete under constant load. *Cement and Concrete Research*, **2001**, 31:1895-1899.
- [Pane and Hansen, 2002]. **Pane I, Hansen PF**, Early age creep and stress relaxation of concrete containing blended cement. *Materials & Structures*, **2002**, 35:92-96.
- [Pavoine, et al., 2012]. **Pavoine A, Brunetaud X, Divet L**, The impact of cement parameters on Delayed Ettringite Formation. *Cement and Concrete Composites*, **2012**, 34:521-528.
- [Pertué, 2008]. **Pertué A**, Etude expérimentale du retrait endogène, du fluage propre et de la fissuration des matrices cimentaires aux jeune et très jeune âges. **2008**, Génie Civil, Thèse de l'Université de Nantes.
- [Pons and Torrenti, 2008]. **Pons G, Torrenti JM**, Retrait et fluage. in *La durabilité des bétons*, **2008**, Presse des Ponts et Chaussée.
- [Powers and Brownyard, 1946-1947]. **Powers TC, Brownyard TL**, Studies of the physical properties of hardened portland cement paste. *Journal of American Concrete Institute*, **1946-1947**, 18:101-132.
- [Ramachandran V. S., 1995]. **Ramachandran V. S. MN, Rudert V.**, Concrete admixtures Handbook. *Properties, Science and Technology*, **1995**,
- [Ranaivomanana, et al., 2013]. **Ranaivomanana N, Multon S, Turatsinze A**, Basic creep of concrete under compression, tension and bending. *Construction and Building Materials*, **2013**, 38:173-180.
- [Regourd, et al., 1980]. **Regourd M, Mortureux B, Gautier E, Hornain H, Volant J**, Caractérisation et activation thermique des ciments au laitier. *Proceedings of the Seventh International Congress on the Chemistry of Cement*, **1980**, Paris.
- [Reinhardt and Grosse, 2004]. **Reinhardt HW, Grosse CU**, Continuous monitoring of setting and hardening of mortar and concrete. *Construction and Building Materials*, **2004**, 18:145-154.

- [Renaudin, 1998]. **Renaudin G**, Etude d'une famille d'hydroxydes doubles lamellaires d'aluminium et de calcium : les phases AFm (aluminates tetracalciques hydratés). **1998**, *Thèse de doctorat*. Thèse de l'Université Henri Poincaré, Nancy.
- [Ridi, et al., 2011]. **Ridi F, Fratini E, Luciani P, Winnefeld F, Baglioni P**, Hydration kinetics of tricalcium silicate by calorimetric methods. *Journal of Colloid and Interface Science*, **2011**, 364:118-124.
- [Riding, et al., 2011]. **Riding KA, Poole JL, Folliard KJ, Juenger MCG, Schindler AK**, New model for estimating apparent activation energy of cementitious systems. *ACI Materials Journal*, **2011**, 108:550-557.
- [Rossi, et al., 2012]. **Rossi P, Tailhan J-L, Le Maou F, Gaillet L, Martin E**, Basic creep behavior of concretes investigation of the physical mechanisms by using acoustic emission. *Cement and Concrete Research*, **2012**, 42:61-73.
- [Sant, 2012]. **Sant G**, The influence of temperature on autogenous volume changes in cementitious materials containing shrinkage reducing admixtures. *Cement and Concrete Composites*, **2012**, 34:855-865.
- [Schlitter, et al., 2010]. **Schlitter JL, Senter AH, Bentz DP, Nantung T, Weiss WJ**, A dual concentric ring test for evaluation residual stress development due to restrained volume change. *Journal of ASTM International*, **2010**, 7:
- [Schöler, et al., 2017]. **Schöler A, Lothenbach B, Winnefeld F, Haha MB, Zajac M, Ludwig H-M**, Early hydration of SCM-blended Portland cements: A pore solution and isothermal calorimetry study. *Cement and Concrete Research*, **2017**, 93:71-82.
- [Scrivener and Wieker, 1992]. **Scrivener K, Wieker W**, Advances in hydration at low, ambient and elevated temperatures. *Proceedings of the 9th International congress on the chemistry of cements*, **1992**, New Delhi.
- [Sellier, et al., 2016]. **Sellier A, Multon S, Buffo-Lacarrière L, Vidal T, Bourbon X, Camps G**, Concrete creep modelling for structural applications: non-linearity, multi-axiality, hydration, temperature and drying effects. *Cement and Concrete Research*, **2016**, 79:301-315.
- [Shah and Grzybowski, 1989]. **Shah SP, Grzybowski M**, Model to predict cracking in fiber reinforced concrete due to restrained shrinkage. *Magazine of Concrete Research*, **1989**, 41:125-135.
- [Springenschmid, et al., 1994]. **Springenschmid R, Breitenbücher R, Mangold M**, Development of the cracking frame and the temperature-stress testing machine. *Proceedings of the Thermal cracking in concrete at early age*, **1994**, London.
- [Sprung, et al., 1985]. **Sprung S, Kuhlmann K, Ellerbrock HG**, Particle size distribution and properties of cement. Part II. Water demand of Portland cement. *Zement - Kalk - Gips International*, **1985**, 38:528-534.
- [Stefan, 2009]. **Stefan L**, Étude expérimentale et modélisation de l'évolution des propriétés mécaniques au jeune âge dans les matériaux cimentaires. **2009**, Thèse de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan et de l'Université de Laval.
- [Stefan, et al., 2010]. **Stefan L, Benboudjema F, Torrenti JM, Bissonnette B**, Prediction of elastic properties of cement pastes at early ages. *Computational Materials Science*, **2010**, 47:775-784.
- [Stefan, et al., 2018]. **Stefan L, Boulay C, Torrenti JM, Bissonnette B, Benboudjema F**, Influential factors in volume change measurements for cementitious materials at early ages and in isothermal conditions. *Cement and Concrete Composites*, **2018**, 85:105-121.
- [Talero, 2002]. **Talero R**, Kinetochimical and morphological differentiation of ettringites by the Le Chatelier–Anstett test. *Cement and Concrete Research*, **2002**, 32:707-717.

- [Talero, et al., 2017]. **Talero R, Pedrajas C, González M, Aramburo C, Blázquez A, Rahhal V**, Role of the filler on Portland cement hydration at very early ages: Rheological behaviour of their fresh cement pastes. *Construction and Building Materials*, **2017**, 151:939-949.
- [Taylor, 1997]. **Taylor HFW, Thomas Telford**, Cement Chemistry, 2nd Edition. **1997**.
- [Tazawa, et al., 1995]. **Tazawa E, Matsuoka Y, Miyazawa S, Okamoto S**, Effect of auto-genous shrinkage on self stress in hardening concrete. *Proceedings of the RILEM Symposium Thermal Cracking in Concrete at early Ages*, **1995**, Munich.
- [Tazawa and Miyazawa, 1995]. **Tazawa E, Miyazawa S**, Influence of cement and admixture on autogenous shrinkage of cement paste. *Cement and Concrete Research*, **1995**, 25:281-287.
- [Tennis and Jennings, 2000]. **Tennis PD, Jennings HM**, A model for two types of calcium silicate hydrate in the microstructure of Portland cement pastes. *Cement and Concrete Research*, **2000**, 30:855-863.
- [Thomas, et al., 1998]. **Thomas JJ, Jennings HM, Allen AJ**, The surface area of cement paste as measured by neutron scattering: evidence for two C-S-H morphologies. *Cement and Concrete Research*, **1998**, 28:897-905.
- [Toma, et al., 1999]. **Toma G, Pigeon M, Marchan J, Bissonnette B, Delagrave A**, Early age autogenous restrained shrinkage: stress build up and relaxation. *Proceedings of the Second International Research Seminar on self-dessiccation and its importance in concrete technology*, **1999**, Lund, Sweden.
- [Torrenti, 1996]. **Torrenti JM**, Comportement mécanique du béton. Bilan de six années de recherche. **1996**, Habilitation à diriger des recherches. Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.
- [Torrenti and Benboudjema, 2005]. **Torrenti JM, Benboudjema F**, Mechanical threshold of cementitious materials at early age. *Mater Struct*, **2005**, 38:299-304.
- [Torrenti and Le Roy, 2017]. **Torrenti JM, Le Roy R**, Analysis of some basic creep tests on concrete and their implications for modeling. *Structural Concrete*, **2017**, 0:1-6.
- [Ulm, 1996]. **Ulm F-J**, Modélisation du béton au jeune âge - 3ème édition. *César-LCPC 3.2 Manuel d'exemples*, **1996**, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.
- [Ulm and Acker, 1998]. **Ulm F-J, Acker P**, Le point sur le fluage et la recouvrance des bétons. *Bulletin du Laboratoire des Ponts et Chaussées Spécial XX*, **1998**, Février:73-82.
- [Ulm and Acker, 1998]. **Ulm F-J, Acker P**, Le point sur le fluage et la recouvrance des bétons. **1998**, IFSTTAR.
- [Ulm and Coussy, 1998]. **Ulm F-J, Coussy O**, Couplings in early-age concrete: from material modeling to structural design. *International Journal of Solids and Structures*, **1998**, 35:4295-4311.
- [Umehara, et al., 1997]. **Umehara H, HUEhara T, Iisaka T, Sugiyama A**. 1997. Effect of creep in concrete at early age on thermal stress, p. 79-86. In Springenschmid R (ed.), Thermal cracking in concrete at early age, Proc of the RILEM International Symposium. E & FN Spon, London.
- [Valcuende, et al., 2012]. **Valcuende M, Marco E, Parra C, Serna P**, Influence of limestone filler and viscosity-modifying admixture on the shrinkage of self-compacting concrete. *Cement and Concrete Research*, **2012**, 42:583-592.
- [Van Breugel, 1991]. **Van Breugel K**, Simulation of hydration and formation of structure in hardening cement-based material. **1991**, PhD Thesis, Delft Netherland.
- [Van Breugel, 1997]. **Van Breugel K**, Simulation and hydration and formation of structure in hardening cement - Based materials. **1997**, Université de Delft.

- [Van Rompaey, 2006]. **Van Rompaey G**, Etude de la réactivité des ciments riches en laitier, à basse température et à court temps, sans ajout chloruré. **2006**, Thèse de l'Université libre de Bruxelles.
- [Verbeck, 1960]. **Verbeck GJ**, Chemistry of hydration of Portland cement - III. Energetics of the hydration of Portland cement. *Proceedings of the 4th International symposium on the chemistry of cements*, **1960**, Washington, USA.
- [Vesilind, 1980]. **Vesilind PA**, The Rosin-Rammler particle size distribution. *Resource Recovery and Conservation*, **1980**, 5:275-277.
- [Villagran-Zaccardi, et al., 2016]. **Villagran-Zaccardi Y, Gruyaert E, Alderete N, De Belie N**, Influence of particle size distribution of slag, limestone and fly ash on early hydration of cement assessed by isothermal calorimetry. *Proceedings of the International RILEM Conference on materials, systems and structures in civil engineering. Concrete with supplementary cementitious materials*, **2016**, Technical University of Denmark, Lyngby, Denmark.
- [Wadsö, 2010]. **Wadsö L**, Operational issues in isothermal calorimetry. *Cement and Concrete Research*, **2010**, 40:1129-1137.
- [Waller, 1999]. **Waller V**, Relation entre composition des bétons, exothermie en cours de prise et résistance en compression. **1999**, Thèse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- [Wang, et al., 2011]. **Wang Y-F, Ma Y-S, Zhou L**, Creep of FRP-wrapped concrete columns with or without fly ash under axial load. *Construction and Building Materials*, **2011**, 25:697-704.
- [Wasserman, 2004]. **Wasserman L**, All of statistics: A concise course in statistical inference. **2004**.
- [Weiss and Shah, 2002]. **Weiss J, Shah SP**, Restrained shrinkage cracking: the role of shrinkage reducing admixtures and specimen geometry. *Mater Struct*, **2002**, 85:85-91.
- [Yoshitake, et al., 2012]. **Yoshitake I, Rajabipour F, Mimura Y, Scanlon A**, A prediction method of tensile Young's modulus of concrete at early age. *Advances in Civil Engineering*, **2012**, 2012:1-10.
- [Yssorche Cubaynes and Ollivier, 1999]. **Yssorche Cubaynes MP, Ollivier JP**, La microfissuration d'autodessiccation et la durabilité des BHP et BTHP. *Mater Struct*, **1999**, 32:14-21.

# ANNEXE A. CALCUL DES INCERTITUDES SUR LA FABRICATION DES CIMENTS

Oxyde	C3A-7_5LL_3,85A		C3A-7_20LL_3,85A		35LL_3,85A		5LL_5,85A		20LL_5,85A		35LL_5,85A		5LL_7,85A		20LL_7,85A		35LL_7,85A	
	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max
SiO2	14,79	23,71	12,39	19,95	9,99	16,19	14,48	23,22	12,08	19,46	9,69	15,70	14,17	22,73	11,78	18,97	9,38	15,20
Al2O3	3,37	7,22	2,82	6,07	2,26	4,91	3,30	7,07	2,75	5,92	2,19	4,77	3,23	6,92	2,68	5,77	2,12	4,62
Fe2O3	-0,26	7,53	-0,21	6,39	-0,17	5,24	-0,25	7,38	-0,21	6,23	-0,16	5,08	-0,25	7,22	-0,21	6,07	-0,16	4,93
CaO	61,91	66,69	60,63	64,84	59,36	62,99	61,38	66,08	60,10	64,23	58,82	62,38	60,85	65,47	59,57	63,62	58,29	61,78
MgO	1,56	1,81	1,38	1,60	1,19	1,39	1,58	1,83	1,40	1,62	1,21	1,42	1,61	1,85	1,42	1,64	1,24	1,44
SO3	2,18	3,15	2,09	3,08	2,01	3,01	3,03	4,43	2,95	4,36	2,86	4,29	3,89	5,72	3,80	5,65	3,72	5,59
K2O	0,28	1,11	0,24	0,95	0,20	0,80	0,27	1,09	0,23	0,93	0,20	0,78	0,27	1,07	0,23	0,91	0,19	0,76
Na2O	0,08	0,34	0,07	0,31	0,07	0,27	0,08	0,33	0,07	0,30	0,07	0,27	0,08	0,33	0,07	0,30	0,07	0,26
SrO	0,03	0,18	0,03	0,18	0,04	0,17	0,03	0,18	0,03	0,18	0,04	0,17	0,03	0,19	0,04	0,18	0,04	0,17
TiO2	0,17	0,40	0,15	0,35	0,14	0,31	0,17	0,39	0,15	0,35	0,13	0,30	0,16	0,38	0,15	0,34	0,13	0,30
P2O5	0,23	0,60	0,21	0,52	0,18	0,44	0,23	0,59	0,20	0,51	0,18	0,43	0,23	0,58	0,20	0,50	0,17	0,42
MnO	0,01	0,16	0,03	0,15	0,05	0,15	0,01	0,16	0,03	0,15	0,05	0,15	0,01	0,16	0,03	0,15	0,05	0,15

Tableau A-1 : Récapitulatif des variations bornes de variations sur les chimies théoriques des ciments C3A-7\_LL fabriqués.

Oxyde	5L_3,85A		42,5L_3,85A		80L_3,85A		5L_5,85A		42,5L_5,85A		80L_5,85A		5L_7,85A		42,5L_7,85A		80L_7,85A	
	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max
SiO2	20,33	21,53	25,46	26,42	30,51	31,43	19,93	21,14	25,06	26,02	30,06	31,09	19,53	20,75	24,66	25,64	29,58	30,78
Al2O3	5,51	6,24	7,24	7,76	8,92	9,28	5,40	6,14	7,13	7,65	8,78	9,19	5,29	6,03	7,02	7,54	8,64	9,11
Fe2O3	2,52	3,62	1,80	2,69	1,08	1,76	2,46	3,56	1,74	2,63	1,02	1,70	2,40	3,50	1,68	2,57	0,96	1,64
CaO	61,75	65,78	54,46	57,40	47,17	49,02	61,21	65,20	53,91	56,82	46,63	48,44	60,66	64,62	53,37	56,24	46,09	47,87
MgO	1,84	2,09	3,47	3,68	5,04	5,34	1,86	2,11	3,50	3,70	5,07	5,35	1,88	2,13	3,52	3,72	5,10	5,37
SO3	2,40	3,03	2,45	3,01	2,49	3,01	3,41	4,14	3,46	4,13	3,50	4,16	4,43	5,26	4,48	5,25	4,51	5,34
K2O	0,56	0,83	0,43	0,63	0,30	0,43	0,55	0,81	0,42	0,62	0,28	0,42	0,53	0,80	0,40	0,60	0,27	0,40
Na2O	0,12	0,30	0,13	0,27	0,15	0,25	0,12	0,30	0,13	0,27	0,14	0,24	0,11	0,29	0,13	0,27	0,14	0,24
SrO	0,03	0,18	0,04	0,17	0,06	0,15	0,03	0,18	0,04	0,17	0,06	0,15	0,03	0,19	0,04	0,17	0,06	0,16
TiO2	0,25	0,37	0,37	0,47	0,47	0,58	0,24	0,36	0,37	0,46	0,46	0,58	0,24	0,36	0,36	0,46	0,45	0,59
P2O5	0,31	0,50	0,21	0,35	0,11	0,20	0,31	0,49	0,21	0,34	0,11	0,19	0,30	0,48	0,20	0,33	0,10	0,18
MnO	0,01	0,16	0,10	0,19	0,11	0,24	0,01	0,16	0,10	0,19	0,11	0,24	0,01	0,16	0,10	0,19	0,11	0,24

Tableau A-2 : Récapitulatif des variations bornes de variations sur les chimies théoriques des ciments C3A-7\_S fabriqués.

Oxyde	5L_3,85A		42,5L_3,85A		80L_3,85A		5L_5,85A		42,5L_5,85A		80L_5,85A		5L_7,85A		42,5L_7,85A		80L_7,85A	
	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max	min	max
SiO2	20,42	21,84	25,51	26,60	30,60	31,44	20,02	21,44	25,11	26,21	30,20	31,11	19,62	21,05	24,71	25,81	29,80	30,79
Al2O3	3,50	3,94	6,05	6,40	8,60	9,02	3,44	3,88	5,99	6,33	8,54	8,99	3,37	3,81	5,92	6,27	8,47	8,97
Fe2O3	5,70	6,82	3,67	4,57	1,64	2,33	5,57	6,69	3,54	4,44	1,51	2,20	5,44	6,56	3,41	4,31	1,38	2,07
CaO	61,12	66,96	54,09	58,01	47,06	49,11	60,58	66,23	53,55	57,30	46,53	48,48	60,05	65,52	53,02	56,62	46,00	47,88
MgO	1,01	1,27	2,99	3,24	4,96	5,27	1,06	1,31	3,03	3,28	5,00	5,28	1,10	1,35	3,07	3,31	5,04	5,30
SO3	3,49	4,24	3,09	3,73	2,68	3,24	4,48	5,34	4,08	4,84	3,67	4,39	5,47	6,44	5,07	5,95	4,65	5,55
K2O	0,47	0,79	0,37	0,61	0,28	0,42	0,46	0,78	0,36	0,59	0,27	0,41	0,45	0,76	0,35	0,58	0,26	0,40
Na2O	0,03	0,18	0,08	0,21	0,13	0,23	0,03	0,18	0,08	0,21	0,13	0,23	0,03	0,18	0,08	0,21	0,13	0,23
SrO	0,03	0,18	0,04	0,17	0,06	0,15	0,03	0,18	0,04	0,17	0,06	0,15	0,03	0,19	0,04	0,17	0,06	0,16
TiO2	0,16	0,28	0,32	0,41	0,48	0,58	0,15	0,27	0,32	0,41	0,48	0,59	0,15	0,27	0,31	0,41	0,48	0,59
P2O5	0,13	0,27	0,11	0,21	0,08	0,16	0,13	0,27	0,10	0,21	0,08	0,15	0,13	0,27	0,10	0,21	0,08	0,15
MnO	0,01	0,16	0,10	0,19	0,14	0,22	0,01	0,16	0,10	0,19	0,14	0,22	0,01	0,16	0,10	0,19	0,14	0,22

Tableau A-3 : Récapitulatif des variations bornes de variations sur les chimies théoriques des ciments C3A-0\_S fabriqués.

# ANNEXE B. CREATION D'UNE BASE DE DONNEES

## B.1. COMPOSITION MINERALOGIQUE - DRX

Phases	5LL_3,85A_9	5LL_3,85A_15	20LL_3,85A_12	35LL_3,85A_9	35LL_3,85A_15	5LL_5,85A_12	20LL_5,85A_9	20LL_5,85A_12	20LL_5,85A_15	35LL_5,85A_12	5LL_7,85A_9	5LL_7,85A_15	20LL_7,85A_12	35LL_7,85A_9	35LL_7,85A_15	5LL_4,25A_12	20LL_4,25A_9	20LL_4,25A_12 n°1	20LL_4,25A_12 n°2	20LL_4,25A_12 n°3	20LL_4,25A_12 n°4	20LL_4,25A_15
C3S	53,4	52,6	45,9	34,7	35,8	52,2	43,9	44,8	45,9	35,4	50,9	51,2	44,2	34,8	33,4	53,1	43,0	42,9	45,3	45,0	45,0	44,8
C2S	16,9	18,1	14,2	10,4	11,2	16,7	12,9	13,1	13,1	11,0	15,6	15,2	13,1	11,0	10,9	17,3	13,7	14,6	13,4	14,3	13,0	15,2
C3A	5,4	5,1	4,8	3,6	3,7	5,5	4,9	4,8	4,3	3,9	5,7	5,4	4,3	3,5	3,4	5,3	4,8	3,9	4,5	4,5	4,4	4,3
C4AF	10,9	10,7	8,6	6,5	6,4	11,3	9,0	8,5	8,4	6,5	9,6	10,1	7,7	6,3	5,9	10,9	9,0	8,9	8,8	8,5	8,9	8,8
Chaux + Portlandite	1,6	1,1	1,4	1,4	1,2	1,3	1,2	1,4	1,3	0,9	1,6	1,5	1,5	1,2	1,1	1,1	1,4	1,1	1,3	1,3	1,2	0,9
Periclase + Quartz	0,7	0,6	0,0	0,0	0,0	0,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,7	0,7	0,0	0,0	0,0	1,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Arcanite	0,3	0,5	0,0	0,0	0,0	0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,4	0,2	0,0	0,0	0,0	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gypse	0,3	0,4	0,4	0,3	0,4	0,6	0,6	0,6	0,6	0,5	0,8	0,7	0,6	0,6	0,7	0,4	0,4	0,5	0,4	0,4	0,4	0,2
Anhydrite	3,5	3,5	3,9	3,6	3,7	5,1	5,7	5,2	5,5	6,0	8,4	7,5	8,0	7,7	7,3	3,7	5,6	5,4	4,6	4,3	4,9	4,2
Calcite + Dolomite	6,2	6,9	20,8	37,6	37,5	6,0	21,8	21,8	20,9	35,9	5,7	6,8	20,6	34,9	37,4	5,7	21,7	22,1	21,7	21,7	22,0	21,5
Aphtitalite	0,6	0,7	0,0	0,0	0,0	0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,6	0,7	0,0	0,0	0,0	0,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Yeelimite	0,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,3	0,4	0,5	0,2	0,0	0,2	0,0

Tableau B.1-1: Composition minéralogique obtenue par DRX des ciments C3A-7\_LL.

Phases	5S_3,85A_9	5S_3,85A_15	42,5S_3,85A_12	80S_3,85A_9	80S_3,85A_15	5S_5,85A_12	42,5S_5,85A_9	42,5S_5,85A_12 n°1	42,5S_5,85A_12 n°2	42,5S_5,85A_12 n°3	42,5S_5,85A_12 n°4	42,5S_5,85A_15	80S_5,85A_12	5S_7,85A_9	5S_7,85A_15	42,5S_7,85A_12	80S_7,85A_9	80S_7,85A_15	5S_4,25A_12
C3S	49,2	47,1	28,7	11,4	11,7	50,7	29,4	30,0	32,1	29,9	29,2	30,5	13,7	45,2	46,8	29,5	9,4	8,4	49,6
C2S	17,0	16,3	9,4	2,0	2,3	15,8	9,1	6,6	6,8	6,5	6,4	6,9	2,1	14,5	15,1	6,3	3,3	1,5	14,9
C3A	4,8	4,8	3,0	1,0	1,0	5,0	2,8	3,0	3,0	2,8	2,7	2,9	0,8	4,3	4,8	2,6	0,6	0,6	5,2
C4AF	9,7	9,6	5,5	1,9	2,0	9,1	5,5	5,1	5,5	5,3	5,5	5,4	2,0	8,9	8,5	4,9	2,0	1,3	10,5
Periclase	0,0	0,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,5
Arcanite	0,5	0,3	0,0	0,0	0,0	0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,4	0,6	0,0	0,0	0,0	0,3
Gypse	0,5	0,4	0,4	0,3	0,3	0,8	0,4	0,5	0,6	0,5	0,6	0,5	0,4	0,8	0,7	0,6	0,7	0,4	0,3
Anhydrite	3,3	3,8	3,8	3,9	3,2	5,9	4,6	4,9	4,9	4,7	5,6	4,9	4,9	7,0	7,7	5,7	6,4	6,1	2,9
Dolomite	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,3
Portlandite	1,1	1,0	0,6	0,0	0,0	1,2	0,7	0,6	0,5	0,5	0,2	0,3	0,0	1,6	1,0	0,7	0,0	0,0	0,7
Aphtitalite	0,4	0,6	0,0	0,0	0,0	0,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,8	0,8	0,0	0,0	0,0	0,6
Akermanite	0,0	0,0	0,8	1,2	1,1	0,0	1,1	1,1	1,3	1,0	1,1	1,3	0,8	0,0	0,0	1,1	1,5	1,6	0,0
Amorphe	13,4	15,4	47,8	78,5	78,4	10,6	46,6	48,2	45,3	48,9	48,7	47,3	75,3	16,6	14,1	48,6	76,1	80,1	14,2

Tableau B.1-2 : Composition minéralogique obtenue par DRX des ciments C3A-7\_S.

Phases	5L_3,85A_9	5L_3,85A_15	42,5L_3,85A_12	80L_3,85A_9	80L_3,85A_15	5L_5,85A_12	42,5L_5,85A_9	42,5L_5,85A_12 n°1	42,5L_5,85A_12 n°2	42,5L_5,85A_12 n°3	42,5L_5,85A_12 n°4	42,5L_5,85A_15	80L_5,85A_12	5L_7,85A_9	5L_7,85A_15	42,5L_7,85A_12	80L_7,85A_9	80L_7,85A_15
C3S	58,5	57,4	32,0	11,1	10,1	50,3	30,2	33,5	29,2	29,3	28,9	21,4	11,1	49,7	49,9	27,9	13,5	14,3
C2S	19,0	20,1	11,5	3,8	3,4	19,6	11,6	10,4	11,1	11,9	10,8	11,6	3,3	19,4	20,5	11,6	2,5	2,7
C4AF	14,9	15,0	9,5	3,0	2,5	14,9	8,8	8,5	7,9	8,6	8,4	8,6	2,7	15,2	14,9	8,3	2,1	1,8
Quartz	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2
Portlandite	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Gypse	0,5	0,5	0,5	0,4	0,5	0,8	0,7	0,6	0,5	0,6	0,6	0,5	0,5	0,9	0,9	0,8	0,7	0,7
Anhydrite	3,7	4,2	3,6	4,1	4,0	6,3	5,9	5,0	4,2	5,1	5,4	5,2	5,4	6,7	8,0	8,0	6,8	6,9
Akermanite	0,0	0,0	1,1	1,1	0,9	0,0	1,2	1,5	1,2	1,4	1,3	1,3	1,0	0,0	0,0	1,2	1,2	0,9
Amorphe	3,4	3,0	41,8	76,4	78,6	8,1	41,6	40,4	45,9	43,3	44,6	43,3	76,1	8,1	5,8	42,2	73,3	72,5

Tableau B.1-3 : Composition minéralogique obtenue par DRX des ciments C3A-0\_S.

## B.2. COMPOSITION CHIMIQUE - FX

Oxydes	5LL_3,85A_9	5LL_3,85A_15	20LL_3,85A_12	35LL_3,85A_9	35LL_3,85A_15	5LL_5,85A_12	20LL_5,85A_9	20LL_5,85A_12	20LL_5,85A_15	35LL_5,85A_12	5LL_7,85A_9	5LL_7,85A_15	20LL_7,85A_12	35LL_7,85A_9	35LL_7,85A_15	5LL_4,25A_12	20LL_4,25A_9	20LL_4,25A_12 n°1	20LL_4,25A_12 n°2	20LL_4,25A_12 n°3	20LL_4,25A_12 n°4	20LL_4,25A_15
SiO <sub>2</sub>	18,9	19,2	16,3	12,9	13,4	18,5	15,4	15,9	16,0	12,9	18,4	18,5	15,5	12,5	12,5	18,9	15,6	15,7	15,5	15,7	15,6	15,8
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,2	5,1	4,2	3,4	3,6	5,1	4,2	4,2	4,2	3,4	4,7	4,8	4,0	3,3	3,3	5,3	5,3	4,3	4,4	4,3	4,3	4,4
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,2	3,2	2,6	2,1	2,1	3,0	2,6	2,5	2,6	2,1	2,8	2,9	2,4	2,0	2,0	3,2	2,8	2,7	2,8	2,7	2,7	2,8
CaO	63,0	63,4	62,3	60,1	60,6	62,3	60,8	61,5	61,8	59,9	62,7	62,4	60,8	59,7	59,3	63,3	60,9	61,6	61,0	61,6	61,6	61,6
MgO	1,7	1,7	1,5	1,3	1,3	1,7	1,5	1,5	1,5	1,3	1,6	1,7	1,5	1,4	1,4	1,7	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
SO <sub>3</sub>	2,7	2,5	2,4	2,3	2,2	3,4	3,4	3,1	3,3	3,4	4,8	4,5	4,3	4,4	4,2	2,9	2,8	3,2	3,1	3,0	3,1	2,8
K <sub>2</sub> O	0,7	0,7	0,5	0,4	0,4	0,7	0,5	0,6	0,6	0,5	0,6	0,6	0,5	0,5	0,4	0,8	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
Na <sub>2</sub> O	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
SrO	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
TiO <sub>2</sub>	0,3	0,3	0,3	0,2	0,2	0,3	0,2	0,3	0,3	0,2	0,3	0,3	0,2	0,2	0,2	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,5	0,5	0,4	0,4	0,4	0,5	0,4	0,4	0,4	0,3	0,5	0,4	0,4	0,3	0,3	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
MnO	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Cl	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
PF	3,4	3,4	9,4	16,7	15,6	4,0	10,3	9,7	9,2	15,7	3,6	3,4	9,6	15,1	15,7	2,9	9,4	9,3	9,4	9,3	9,4	9,1

Tableau B.2-1: Composition chimique obtenue par FX des ciments C3A-7\_LL.

Oxydes	5S_3,85A_9	5S_3,85A_1_5	42,55_3,85A_12	80S_3,85A_9	80S_3,85A_15	5S_5,85A_1_2	42,55_5,85A_9	42,55_5,85A_12 n°1	42,55_5,85A_12 n°2	42,55_5,85A_12 n°3	42,55_5,85A_12 n°4	42,55_5,85A_15	80S_5,85A_12	5S_7,85A_9	5S_7,85A_1_5	42,55_7,85A_12	80S_7,85A_9	80S_7,85A_15	5S_4,25A_1_2
SiO <sub>2</sub>	20,7	21,2	26,6	32,1	31,9	20,7	26,1	25,9	26,0	26,4	26,4	26,2	31,4	20,0	19,7	25,9	31,1	31,9	20,7
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,7	5,7	7,4	9,3	9,2	5,5	7,5	7,4	7,3	7,4	7,6	7,3	9,2	5,3	5,3	7,3	9,0	9,3	5,7
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,2	3,1	2,1	1,1	1,2	2,8	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	1,2	2,9	2,8	2,0	1,2	1,0	3,2
CaO	62,4	61,8	55,0	46,9	47,7	61,6	54,8	54,9	55,3	54,5	54,5	54,9	47,4	61,7	62,2	54,6	47,2	46,4	62,4
MgO	2,0	2,1	3,8	5,5	5,6	2,2	3,7	3,7	3,7	3,8	3,9	3,7	5,3	2,2	2,1	3,8	5,3	5,6	2,0
SO <sub>3</sub>	2,7	2,9	3,0	2,6	2,0	4,0	3,4	3,3	3,4	3,3	3,3	3,2	3,3	5,0	4,7	4,0	4,0	4,0	2,6
K <sub>2</sub> O	0,7	0,7	0,5	0,3	0,3	0,6	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,3	0,6	0,6	0,5	0,3	0,3	0,7
Na <sub>2</sub> O	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
SrO	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
TiO <sub>2</sub>	0,4	0,4	0,4	0,6	0,6	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,5	0,4	0,3	0,4	0,5	0,5	0,4
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,5	0,5	0,3	0,1	0,1	0,4	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3	0,1	0,4	0,4	0,2	0,1	0,1	0,5
MnO	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1
Cl	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Sulfures	0,1	0,0	0,3	0,5	0,5	0,1	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,5	0,1	0,1	0,3	0,6	0,6	0,1
Laitier FX	18,2	6,1	37,9	78,8	80,3	9,1	45,5	43,9	40,9	43,9	43,9	50,0	75,8	10,6	19,7	51,5	86,4	95,5	10,6
PF	1,2	1,0	0,2	-0,2	-0,3	1,0	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,3	0,5	1,1	1,0	0,5	-0,1	-0,1	1,0

Tableau B.2-2: Composition chimique obtenue par FX des ciments C3A-7\_S.

Oxydes	5S_3,85A_9	5S_3,85A_15	42,5S_3,85A_12	80S_3,85A_9	80S_3,85A_15	5S_5,85A_12	42,5S_5,85A_9	42,5S_5,85A_12 n°1	42,5S_5,85A_12 n°2	42,5S_5,85A_12 n°3	42,5S_5,85A_12 n°4	42,5S_5,85A_15	80S_5,85A_12	5S_7,85A_9	5S_7,85A_15	42,5S_7,85A_12	80S_7,85A_9	80S_7,85A_15
SiO <sub>2</sub>	20,8	21,1	26,8	32,5	32,4	20,9	26,5	26,5	26,4	26,6	26,8	26,4	32,3	20,4	20,3	26,3	31,9	31,8
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,1	4,1	6,6	9,1	9,3	4,1	6,7	6,5	6,5	6,5	6,6	6,4	9,0	4,0	3,8	6,6	9,0	8,9
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,4	6,3	4,3	1,8	1,7	6,2	3,9	4,0	4,0	3,9	3,9	4,1	1,6	6,4	6,2	3,8	1,5	1,6
CaO	62,0	62,1	54,5	46,6	46,6	61,2	53,6	53,7	53,6	53,6	53,6	54,3	46,7	60,8	60,6	52,9	45,7	46,0
MgO	1,2	1,2	3,2	5,3	5,4	1,3	3,4	3,3	3,3	3,3	3,3	3,2	5,3	1,3	1,3	3,4	5,4	5,3
SO <sub>3</sub>	3,6	3,3	3,0	2,5	2,6	4,2	3,5	3,9	4,0	3,8	3,8	3,8	3,0	5,0	5,3	5,0	4,3	4,2
K <sub>2</sub> O	0,6	0,6	0,4	0,3	0,3	0,6	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,3	0,5	0,5	0,4	0,3	0,3
Na <sub>2</sub> O	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2
SrO	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
TiO <sub>2</sub>	0,2	0,2	0,4	0,5	0,6	0,2	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,6	0,2	0,2	0,4	0,6	0,5
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1
MnO	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2
Cl	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Sulfures	0,0	0,0	0,3	0,5	0,5	0,0	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,5	0,1	0,1	0,3	0,5	0,5
Laitier FX	3,0	3,0	40,9	72,7	69,7	3,0	37,9	40,9	37,9	39,4	39,4	39,4	74,2	13,6	12,1	42,4	74,2	69,7
PF	1,2	1,1	0,5	-0,1	-0,1	1,1	0,6	0,5	0,5	0,5	0,4	0,4	-0,1	0,5	1,2	0,7	-0,1	-0,1

Tableau B.2-3 : Composition chimique obtenue par FX des ciments C3A-0\_S.

## B.3. CARACTERISTIQUES PHYSIQUES : GRANULOMETRIE, TEMPS DE PRISE ET DEMANDE EN EAU

### B.3.1. Base de données

	5LL_3,85 A_9	5LL_3,85 A_15	20LL_3,8 5A_12	35LL_3,8 5A_9	35LL_3,8 5A_15	5LL_5,85 A_12	20LL_5,8 5A_9	20LL_5,8 5A_12	20LL_5,8 5A_15	35LL_5,8 5A_12	5LL_7,85 A_9	5LL_7,85 A_15	20LL_7,8 5A_12	35LL_7,8 5A_9	35LL_7,8 5A_15	5LL_4,25 A_12	20LL_4,2 5A_9	20LL_4,2 5A_12 n°1	20LL_4,2 5A_12 n°2	20LL_4,2 5A_12 n°3	20LL_4,2 5A_12 n°4	20LL_4,2 5A_15
Degré de distribution n	1,3	1,0	0,9	1,1	0,7	1,1	1,0	1,0	0,9	0,9	1,0	1,0	1,0	0,9	0,8	1,1	1,1	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Finesse au dessus de 36,8% de résidus	14,6	18,7	19,7	14,7	23,0	14,8	13,6	15,9	18,6	16,7	16,8	18,2	16,6	12,7	20,4	16,1	13,5	15,4	15,2	15,3	15,4	18,0
D <sub>10</sub>	2,3	1,7	1,6	1,8	1,4	1,8	1,6	1,7	1,7	1,5	1,9	2,0	1,8	1,4	1,6	1,9	1,7	1,5	1,5	1,5	1,5	1,6
D <sub>50</sub>	11,1	13,5	13,4	10,1	14,5	10,9	9,6	11,4	13,0	11,2	12,0	13,3	11,8	8,5	13,5	12,2	9,7	11,0	10,9	11,0	11,1	12,5
D <sub>90</sub>	26,2	36,5	123,3	35,7	63,4	29,2	29,6	33,8	39,8	40,9	37,2	35,4	37,0	33,2	48,0	30,6	28,0	33,5	32,6	32,9	33,3	39,1
Blaine (cm <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	4580	3616	4565	5980	4813	4316	4728	4450	4217	5307	4273	3675	4615	5650	4864	3630	4770	4484	4534	4447	4113	4411
Masse volumique (g.cm <sup>-3</sup> )	3,2	3,1	3,1	3,0	3,0	3,1	3,0	3,1	3,1	3,0	3,1	3,0	3,1	3,0	3,0	3,2	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1
Début temps de prise (min)	161	190	200	195	186	257	228	170	150,0	185	240	190	160	180	168	173	145	166	170	165	162	159
Fin temps de prise (min)	254	265	296	296	265	350	310	225	212,0	260	315	274	217	230	206	250	195	216	223	227	210	205
Demande en eau (%)	40,0	36,0	34,5	35,0	31,0	40,0	35,0	34,0	29,5	32,3	37,0	34,0	31,8	33,0	29,0	34,0	39,0	35,0	35,3	35,3	34,0	34,0

Tableau B.3-1 : Caractéristiques physiques des ciments C3A-7\_LL.

	5S_3,85A_9	5S_3,85A_15	42,5S_3,85A_12	80S_3,85A_9	80S_3,85A_15	5S_5,85A_12	42,5S_5,85A_9	42,5S_5,85A_12 n°1	42,5S_5,85A_12 n°2	42,5S_5,85A_12 n°3	42,5S_5,85A_12 n°4	42,5S_5,85A_15	80S_5,85A_12	5S_7,85A_9	5S_7,85A_15	42,5S_7,85A_12	80S_7,85A_9	80S_7,85A_15	5S_4,25A_12
Degré de distribution n	1,3	1,4	1,2	1,1	1,1	1,2	1,2	1,2	1,1	1,2	1,2	1,2	1,1	1,3	1,0	1,1	1,1	1,0	1,2
Finesse au dessus de 36,8% de résidus	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
D <sub>10</sub>	13,3	21,7	17,5	17,4	18,3	15,3	18,4	18,0	19,0	17,9	18,6	17,4	17,1	14,1	19,3	16,9	16,8	17,5	19,5
D <sub>50</sub>	2,0	4,3	2,5	2,2	2,4	2,1	2,6	2,7	2,4	2,4	2,6	2,5	2,1	2,1	2,1	2,2	2,1	1,7	3,1
D <sub>90</sub>	9,9	16,2	12,9	12,2	12,9	11,4	13,3	13,4	13,6	13,2	13,5	12,4	12,0	10,7	14,0	12,3	11,9	12,0	14,4
Blaine (cm <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	24,7	38,2	33,2	39,2	39,1	28,3	35,5	33,0	40,6	34,3	37,6	41,9	36,9	25,6	36,7	33,5	36,6	40,4	40,9
Masse volumique (g.cm <sup>-3</sup> )	3945	3216	3888	4055	3571	3628	3696	3688	3695	3573	3605	3797	3892	4432	3379	3639	3998	4123	3547
Début temps de prise (min)	3,2	3,1	3,1	3,0	3,0	3,2	3,1	3,1	3,1	3,1	3,0	3,1	3,0	3,2	3,1	3,1	3,0	3,0	3,2
Fin temps de prise (min)	1,2	1,3	1,4	1,6	1,4	1,7	1,7	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,8	2,1	2,0	1,9	2,2	2,4	1,1
Demande en eau (%)	2,7	2,6	3,0	2,6	2,0	3,1	3,4	3,3	3,4	3,3	3,3	3,1	3,3	4,5	4,7	3,9	4,0	4,0	2,6

Tableau B.3-2 : Caractéristiques physiques des ciments C3A-7\_S.

	5S_3,85A_9	5S_3,85A_15	42,5S_3,85A_12	80S_3,85A_9	80S_3,85A_15	5S_5,85A_12	42,5S_5,85A_9	42,5S_5,85A_12 n°1	42,5S_5,85A_12 n°2	42,5S_5,85A_12 n°3	42,5S_5,85A_12 n°4	42,5S_5,85A_15	80S_5,85A_12	5S_7,85A_9	5S_7,85A_15	42,5S_7,85A_12	80S_7,85A_9	80S_7,85A_15
Degré de distribution n	1,4	1,2	1,2	1,1	1,1	1,3	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,1	1,2	1,4	1,1	1,2	1,2	1,1
Finesse au dessus de 36,8% de résidus	14,0	45,2	17,3	16,6	17,9	16,7	15,9	17,3	17,1	17,5	17,3	19,6	18,2	14,4	19,8	18,0	17,3	19,3
D <sub>10</sub>	2,6	3,8	2,6	2,2	2,3	2,7	2,4	2,6	2,5	2,6	2,7	2,7	2,7	2,6	2,5	2,8	2,4	2,6
D <sub>50</sub>	10,5	15,8	12,6	11,8	12,6	12,5	11,6	12,6	12,4	12,6	12,6	13,8	13,0	10,8	14,0	13,1	12,2	13,5
D <sub>90</sub>	24,8	40,2	34,3	36,4	36,6	30,8	31,8	33,8	33,9	35,3	34,1	43,6	38,0	25,6	42,0	35,0	37,5	46,6
Blaine (cm <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	4729	3562	4156	4174	4000	3990	4083	4240	4222	3947	4257	4006	4044	4474	3864	3858	4065	3771
Masse volumique (g.cm <sup>-3</sup> )	3,2	3,2	3,1	3,0	3,0	3,2	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,0	3,2	3,2	3,1	3,0	3,0
Début temps de prise (min)	306	320	340	340	325	326	320	330	332	359	350	345	313	290	301	336	315	293
Fin temps de prise (min)	413	440	580	580	540	420	400	447	460	487	490	510	505	415	429	485	433	479
Demande en eau (%)	30,5	29,0	32,0	34,0	33,0	30,0	31,0	30,0	30,0	30,0	30,0	28,0	32,0	30,0	25,5	31,0	32,0	31,0

Tableau B.3-3 : Caractéristiques physiques des ciments C3A-0\_S.

## B.3.2. Courbes granulométriques

### B.3.2.1. Ciments C3A-7\_LL

Les Figure B.3-1 à Figure B.3-6 présentent les courbes granulométriques des ciments réalisés avec le clinker C3A-7 et le filler calcaire.

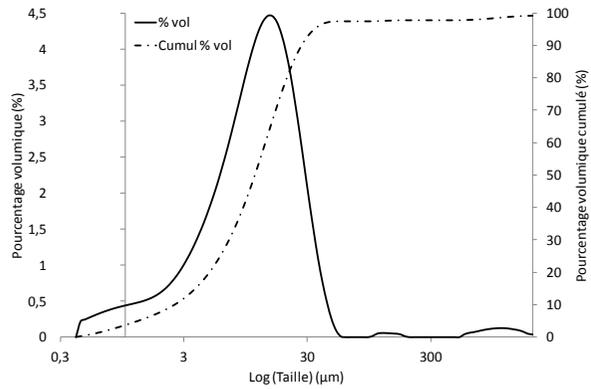


Figure B.3-1 : Courbe granulométrique de C3A-7\_5LL\_3,85A\_9.

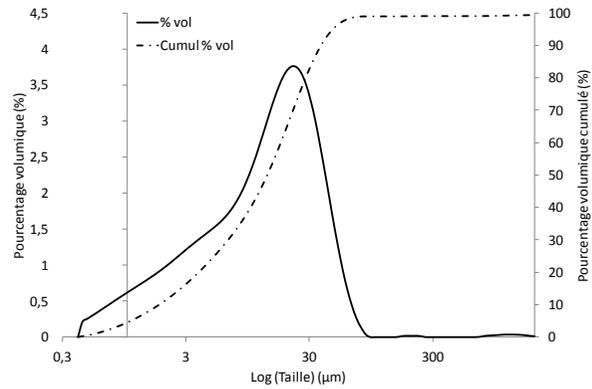


Figure B.3-2 : Courbe granulométrique de C3A-7\_5LL\_3,85A\_15.

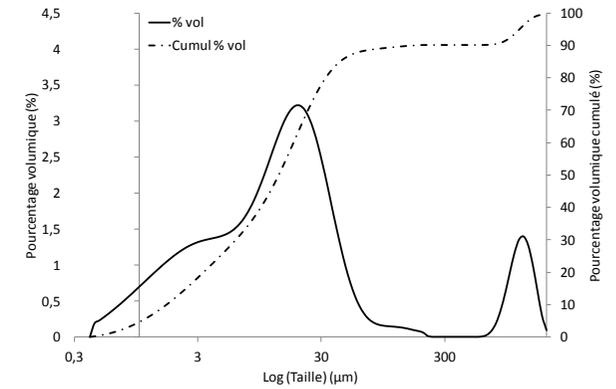


Figure B.3-3 : Courbe granulométrique de C3A-7\_20LL\_3,85A\_12.

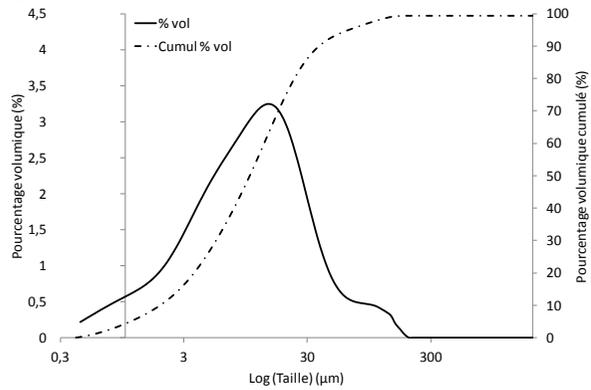


Figure B.3-4 : Courbe granulométrique de C3A-7\_35LL\_3,85A\_9.

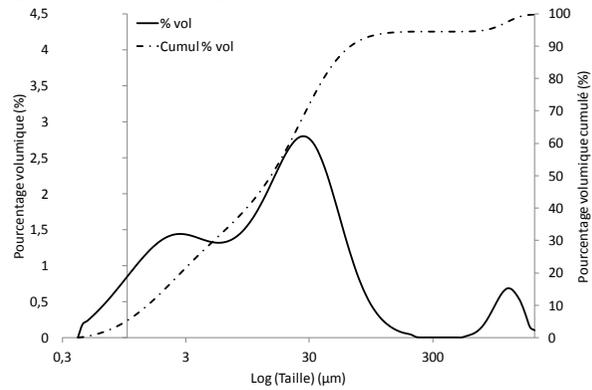


Figure B.3-5 : Courbe granulométrique de C3A-7\_35LL\_3,85A\_15.

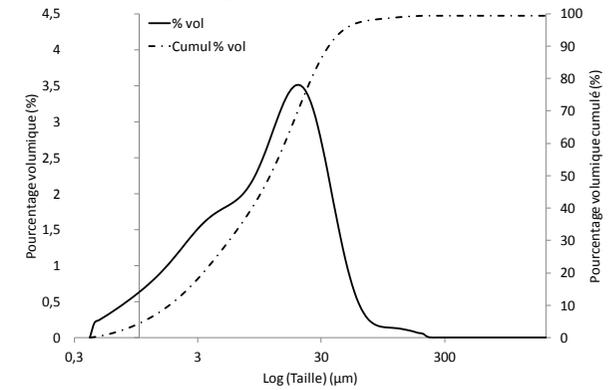


Figure B.3-6 : Courbe granulométrique de C3A-7\_5LL\_5,85A\_12.

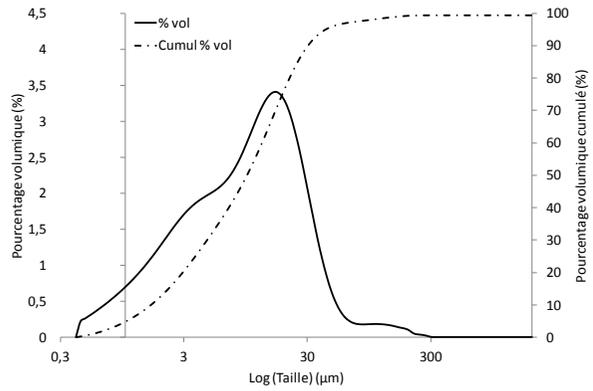


Figure B.3-7 : Courbe granulométrique de C3A-7\_20LL\_5,85A\_9.

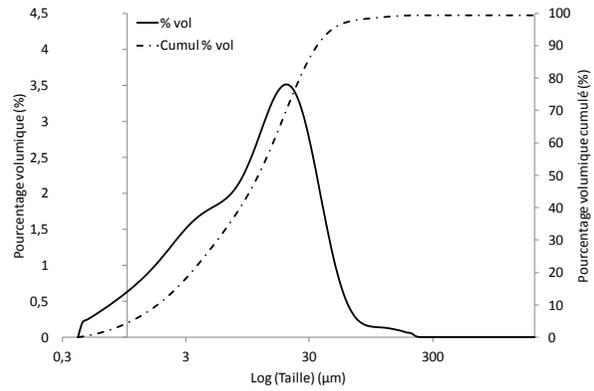


Figure B.3-8 : Courbe granulométrique de C3A-7\_20LL\_5,85A\_12.

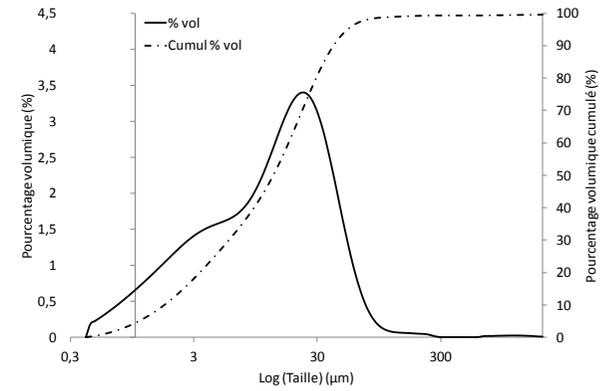


Figure B.3-9 : Courbe granulométrique de C3A-7\_20LL\_5,85A\_15.

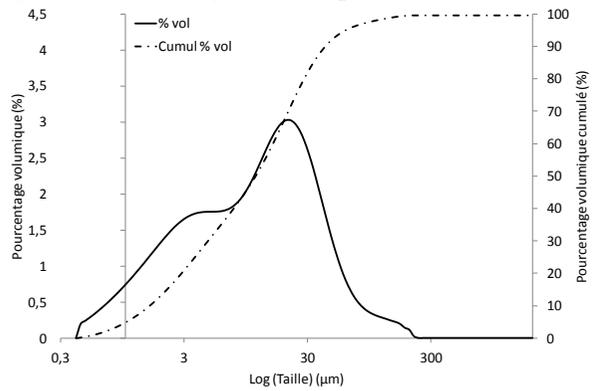


Figure B.3-10 : Courbe granulométrique de C3A-7\_35LL\_5,85A\_12.

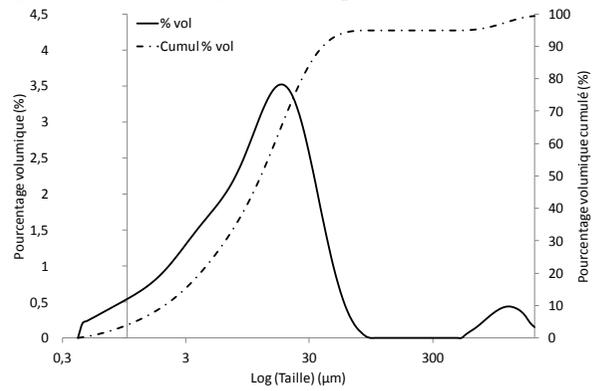


Figure B.3-11 : Courbe granulométrique de C3A-7\_5LL\_7,85A\_9.

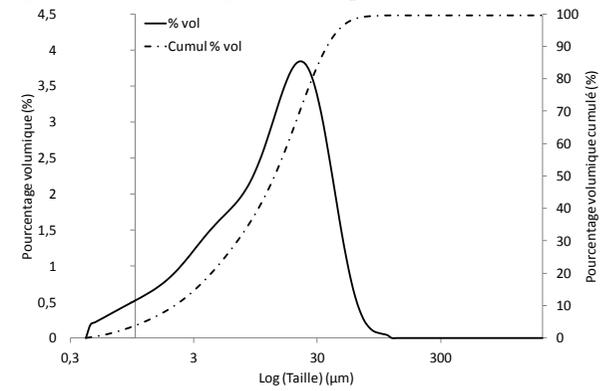


Figure B.3-12 : Courbe granulométrique de C3A-7\_5LL\_7,85A\_15.

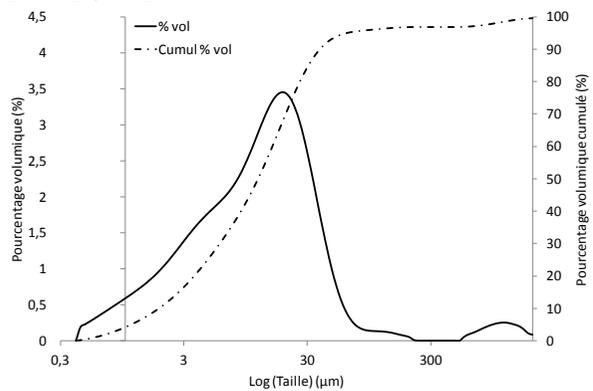


Figure B.3-13 : Courbe granulométrique de C3A-7\_20LL\_7,85A\_12.

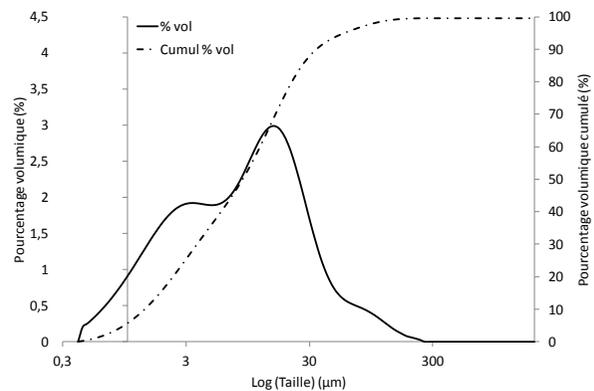


Figure B.3-14 : Courbe granulométrique de C3A-7\_35LL\_7,85A\_9.

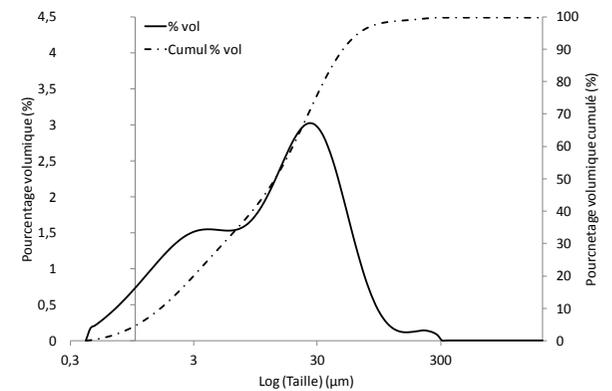


Figure B.3-15 : Courbe granulométrique de C3A-7\_35LL\_7,85A\_15.

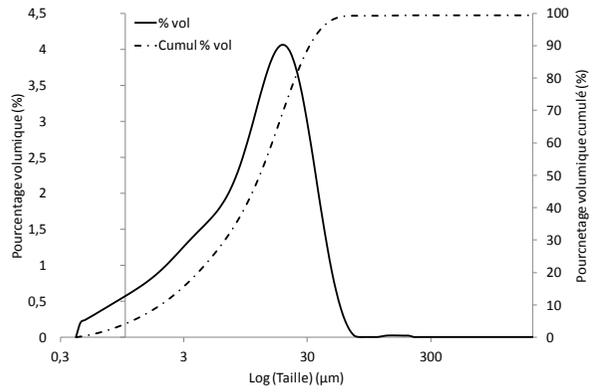


Figure B.3-16 : Courbe granulométrique de C3A-7\_5LL\_4,25A\_12.

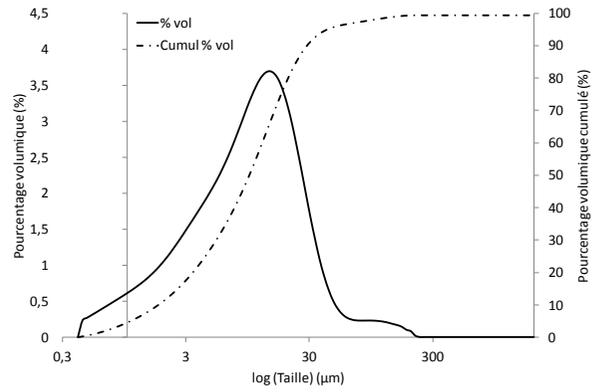


Figure B.3-17 : Courbe granulométrique de C3A-7\_20LL\_4,25A\_9.

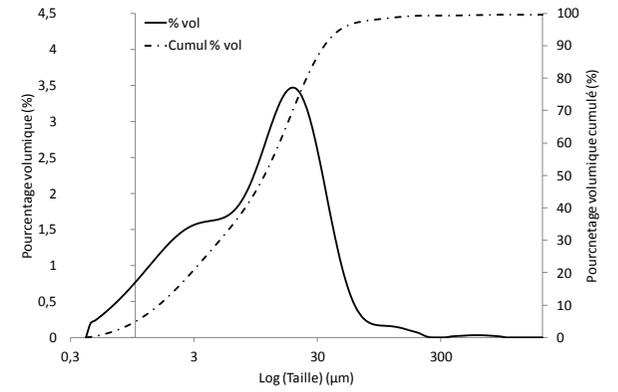


Figure B.3-18 : Courbe granulométrique de C3A-7\_20LL\_4,25A\_12 n°1.

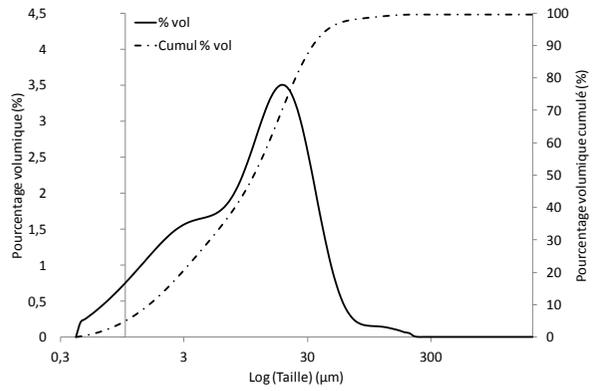


Figure B.3-19 : Courbe granulométrique de C3A-7\_20LL\_4,25A\_12 n°2.

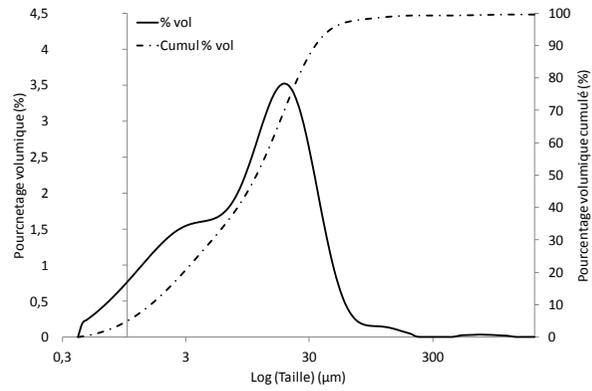


Figure B.3-20 : Courbe granulométrique de C3A-7\_20LL\_4,25A\_12 n°3.

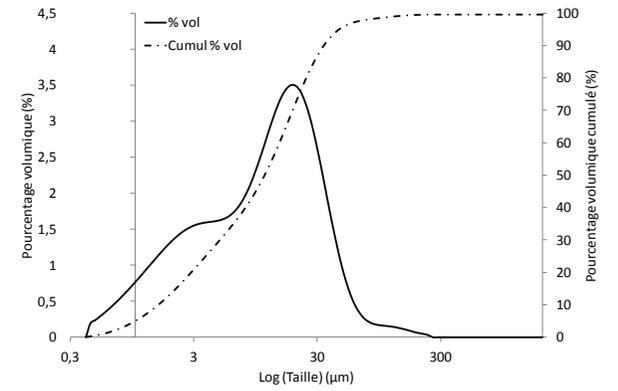


Figure B.3-21 : Courbe granulométrique de C3A-7\_20LL\_4,25A\_12 n°4.

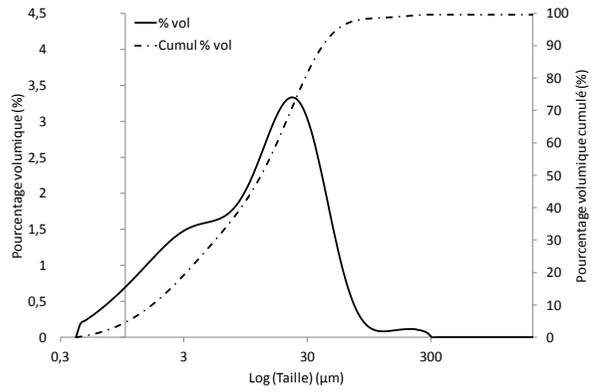


Figure B.3-22 : Courbe granulométrique de C3A-7\_20LL\_4,25A\_15.

### B.3.2.2. Ciments C3A-7\_S

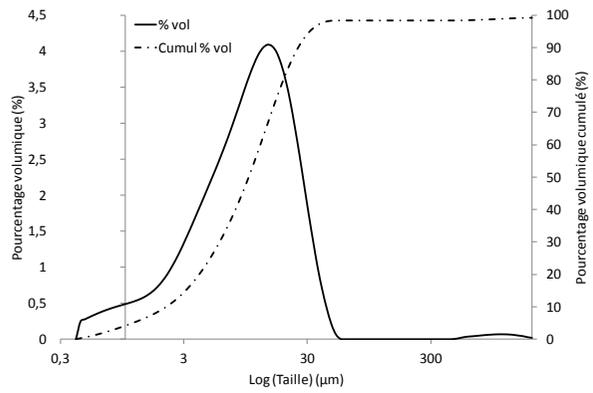


Figure B.3-23 : Courbe granulométrique de C3A-7\_5S\_3,85A\_9.

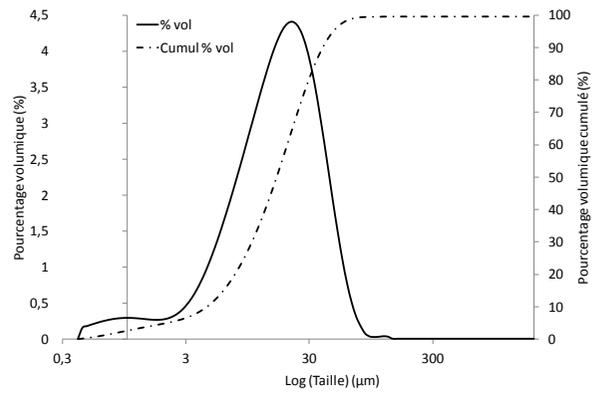


Figure B.3-24 : Courbe granulométrique de C3A-7\_5S\_3,85A\_15.

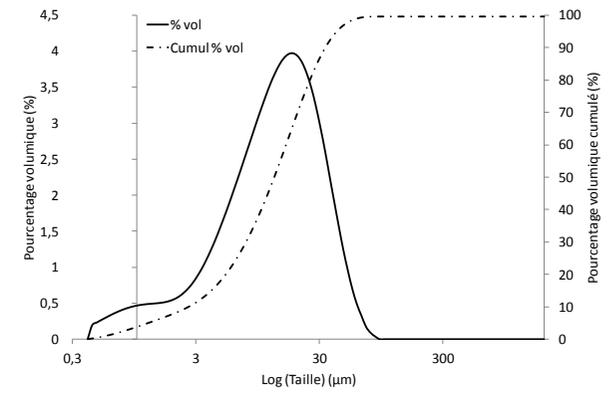


Figure B.3-25 : Courbe granulométrique de C3A-7\_42,5S\_3,85A\_12.

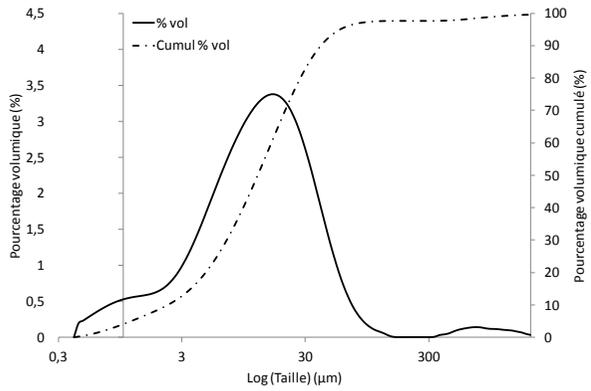


Figure B.3-26 : Courbe granulométrique de C3A-7\_80S\_3,85A\_9.

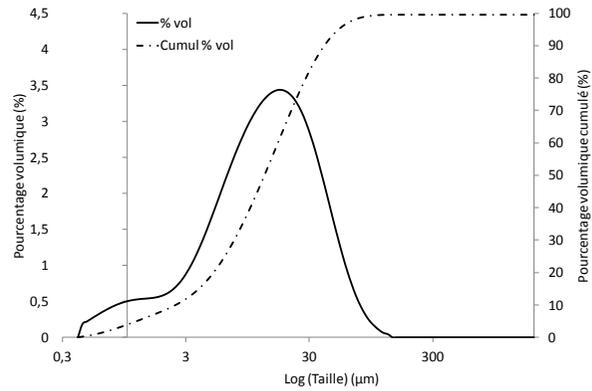


Figure B.3-27 : Courbe granulométrique de C3A-7\_80S\_3,85A\_15.

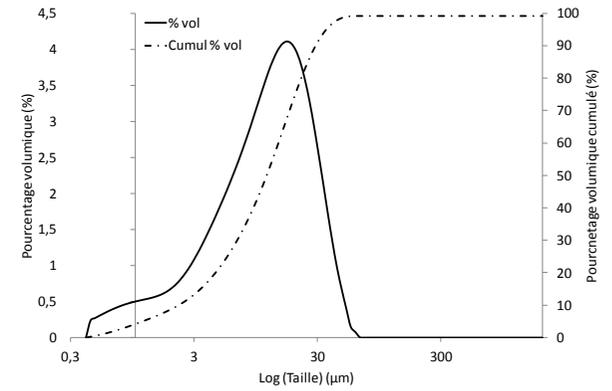


Figure B.3-28 : Courbe granulométrique de C3A-7\_5S\_5,85A\_12.

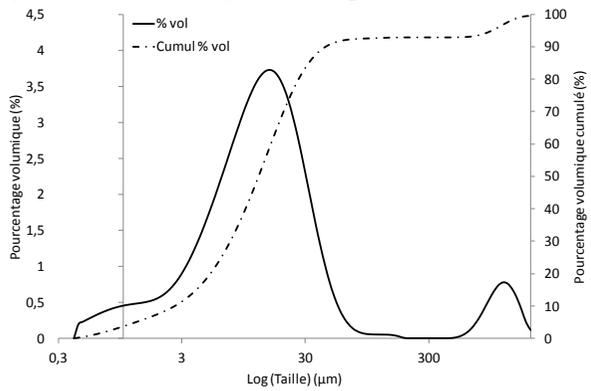


Figure B.3-29 : Courbe granulométrique de C3A-7\_42,5S\_5,85A\_9.

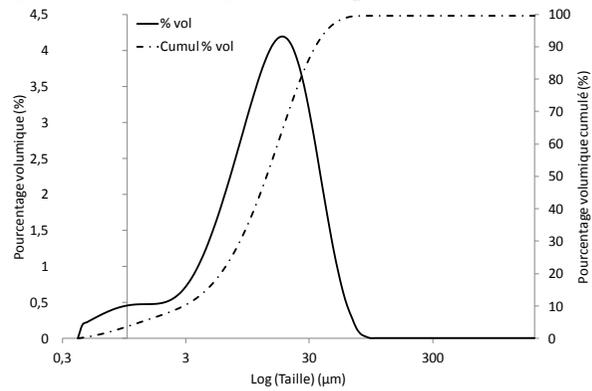


Figure B.3-30 : Courbe granulométrique de C3A-7\_42,5S\_5,85A\_12 n°1.

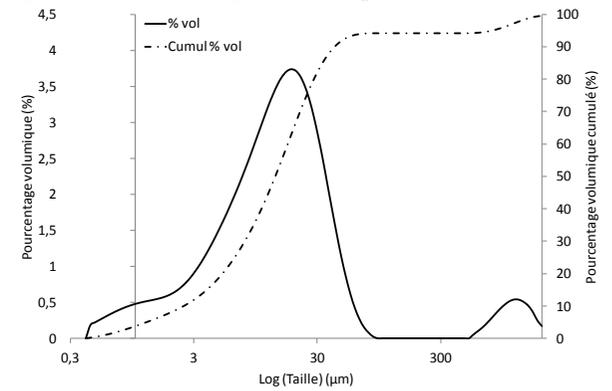


Figure B.3-31 : Courbe granulométrique de C3A-7\_42,5S\_5,85A\_12 n°2.

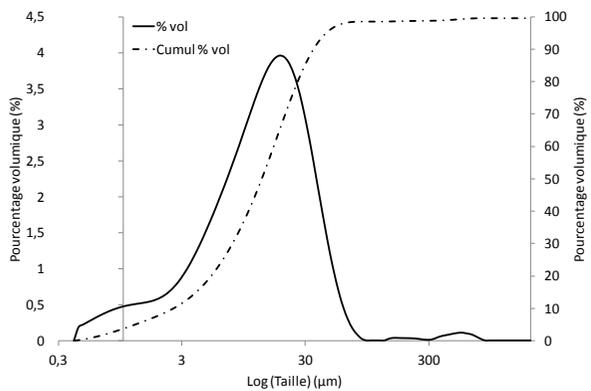


Figure B.3-32 : Courbe granulométrique de C3A-7\_42,5S\_5,85A\_12 n°3.

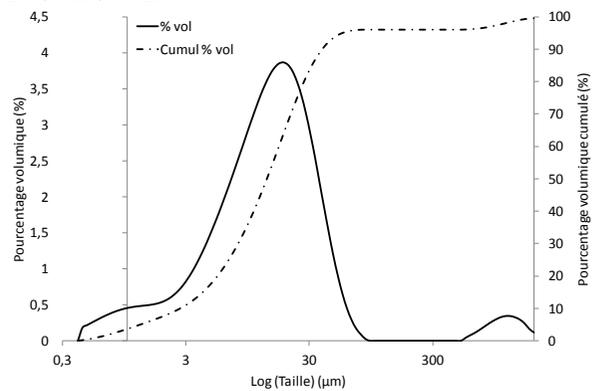


Figure B.3-33 : Courbe granulométrique de C3A-7\_42,5S\_5,85A\_12 n°4.

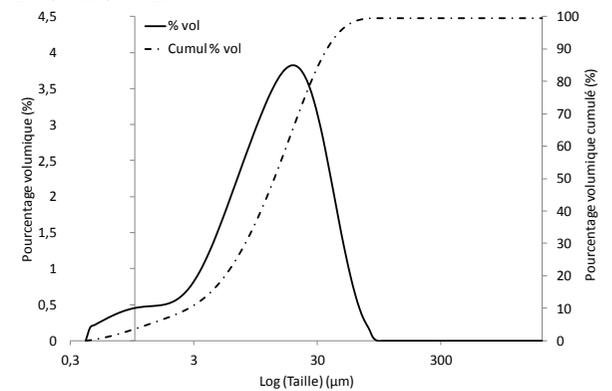


Figure B.3-34 : Courbe granulométrique de C3A-7\_42,5S\_5,85A\_15.

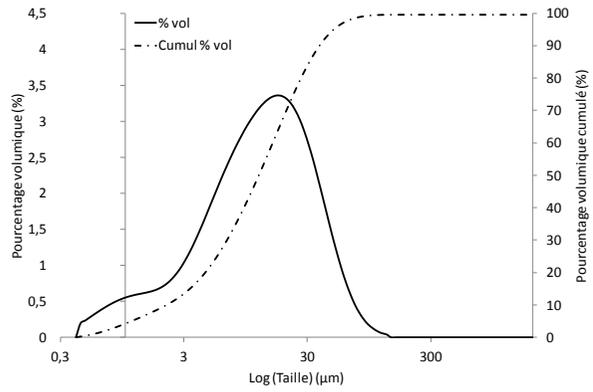


Figure B.3-35 : Courbe granulométrique de C3A-7\_80S\_5,85A\_12.

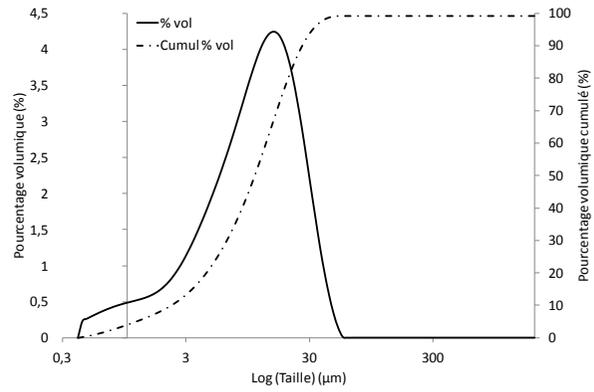


Figure B.3-36 : Courbe granulométrique de C3A-7\_5S\_7,85A\_9.

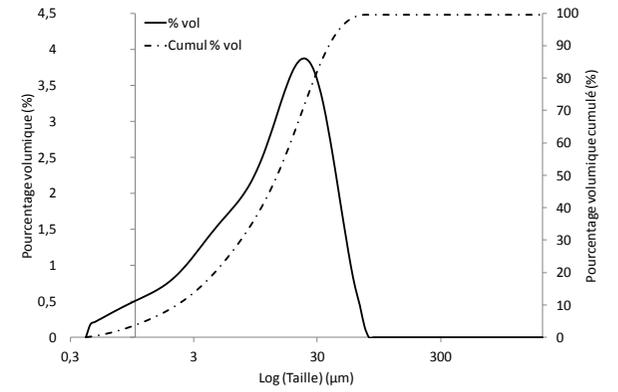


Figure B.3-37 : Courbe granulométrique de C3A-7\_5S\_7,85A\_15.

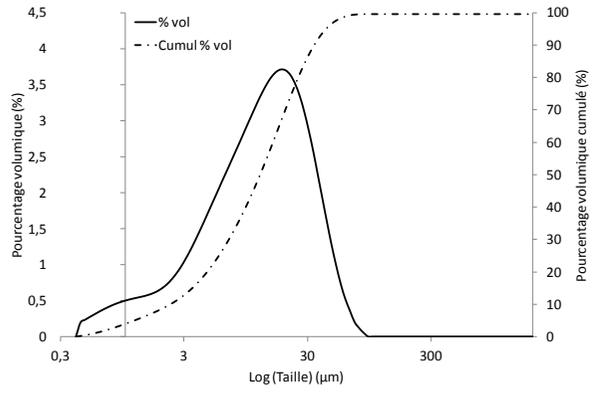


Figure B.3-38 : Courbe granulométrique de C3A-7\_42,5S\_7,85A\_12.

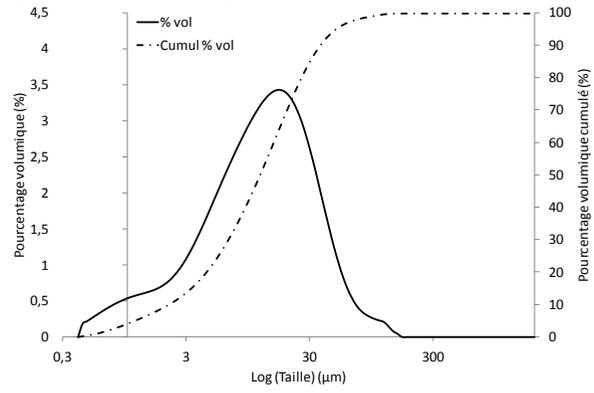


Figure B.3-39 : Courbe granulométrique de C3A-7\_80S\_7,85A\_9.

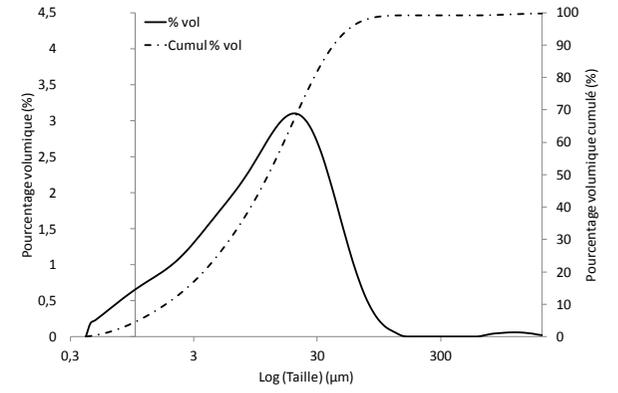


Figure B.3-40 : Courbe granulométrique de C3A-7\_80S\_7,85A\_15.

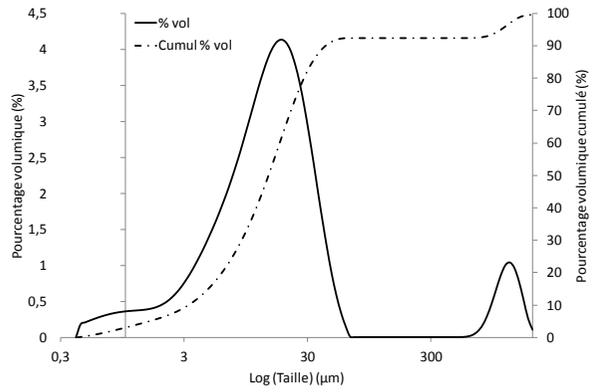


Figure B.3-41 : Courbe granulométrique de C3A-7\_5S\_4,25A\_15.

### B.3.2.3. Ciments C3A-0\_S

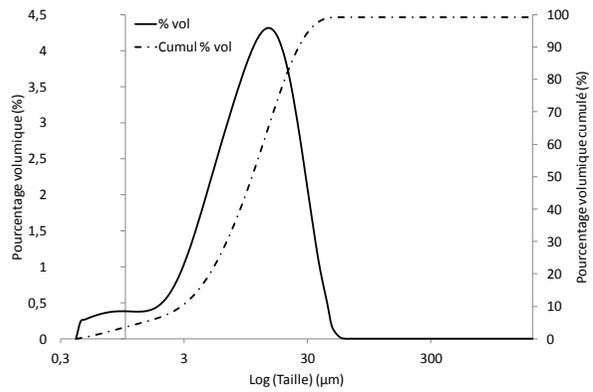


Figure B.3-42 : Courbe granulométrique de C3A-0\_5S\_3,85A\_9.

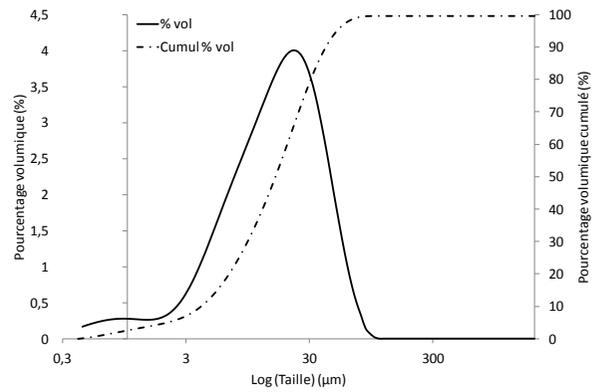


Figure B.3-43 : Courbe granulométrique de C3A-0\_5S\_3,85A\_15.

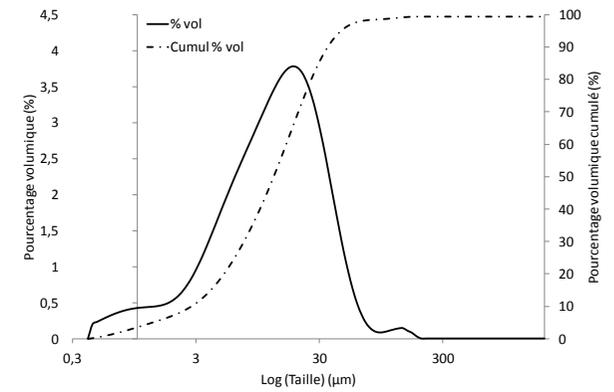


Figure B.3-44 : Courbe granulométrique de C3A-0\_42,5S\_3,85A\_12.

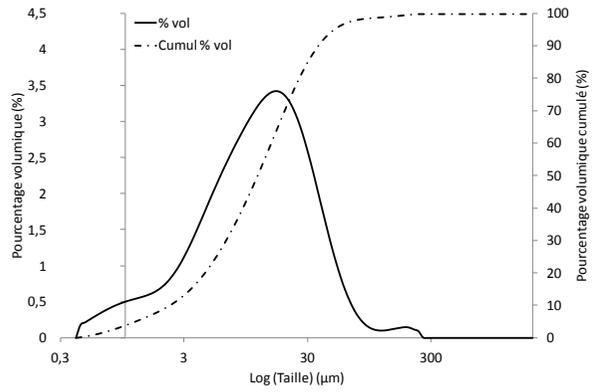


Figure B.3-45 : Courbe granulométrique de C3A-0\_80S\_3,85A\_9.

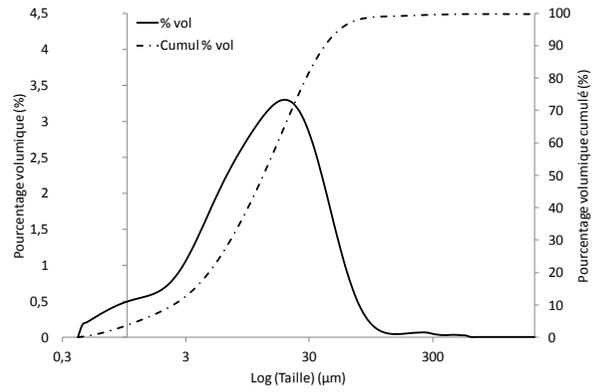


Figure B.3-46 : Courbe granulométrique de C3A-0\_80S\_3,85A\_15.

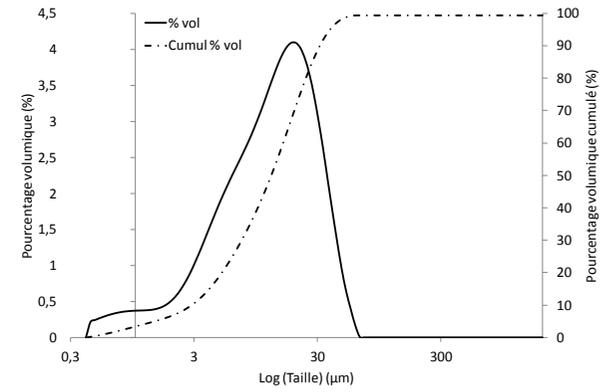


Figure B.3-47 : Courbe granulométrique de C3A-0\_5S\_5,85A\_12.

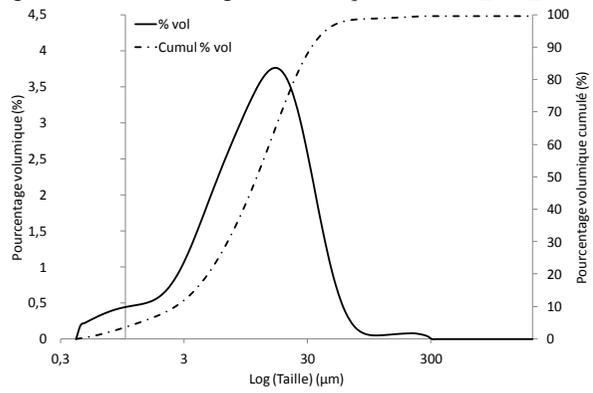


Figure B.3-48 : Courbe granulométrique de C3A-0\_42,5S\_5,85A\_9.

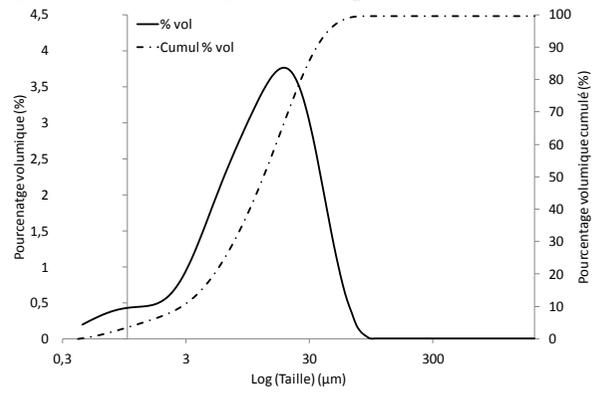


Figure B.3-49 : Courbe granulométrique de C3A-0\_42,5S\_5,85A\_12 n°1.

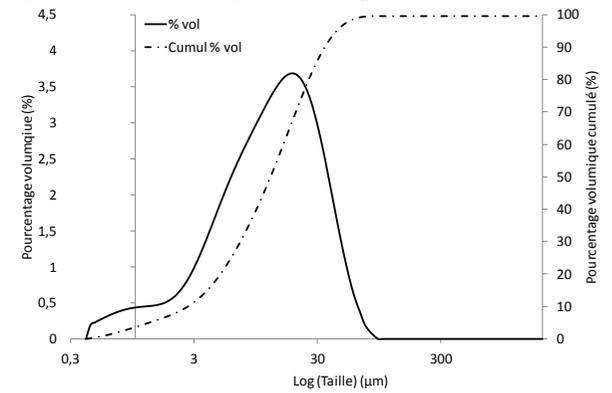


Figure B.3-50 : Courbe granulométrique de C3A-0\_42,5S\_5,85A\_12 n°2.

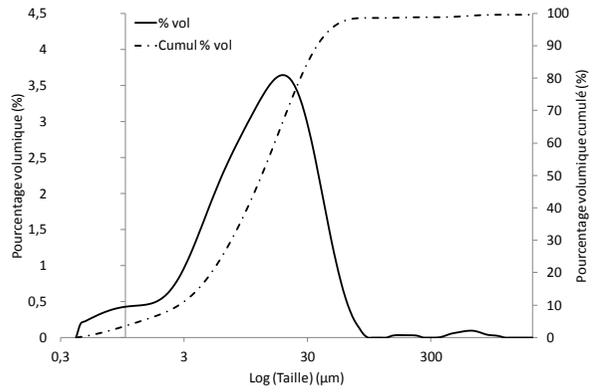


Figure B.3-51 : Courbe granulométrique de C3A-0\_42,5S\_5,85A\_12 n°3.

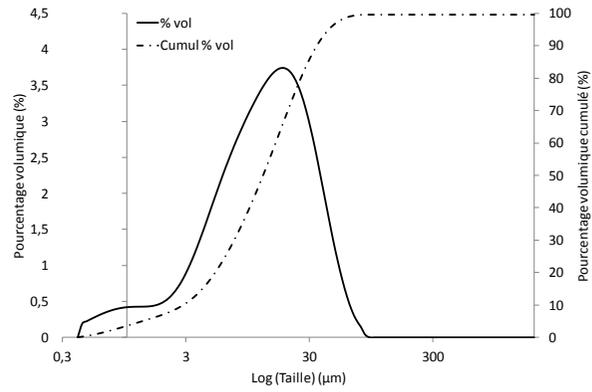


Figure B.3-52 : Courbe granulométrique de C3A-0\_42,5S\_5,85A\_12 n°4.

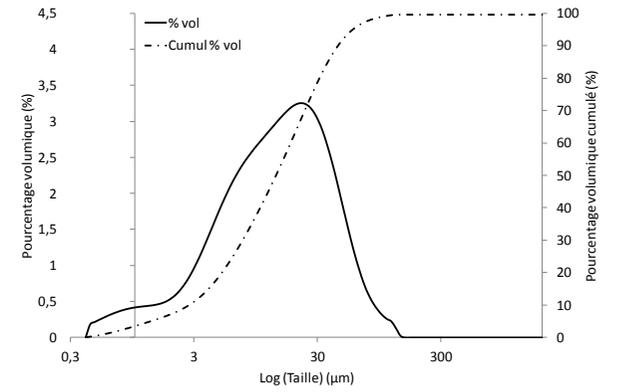


Figure B.3-53 : Courbe granulométrique de C3A-0\_42,5S\_5,85A\_15.

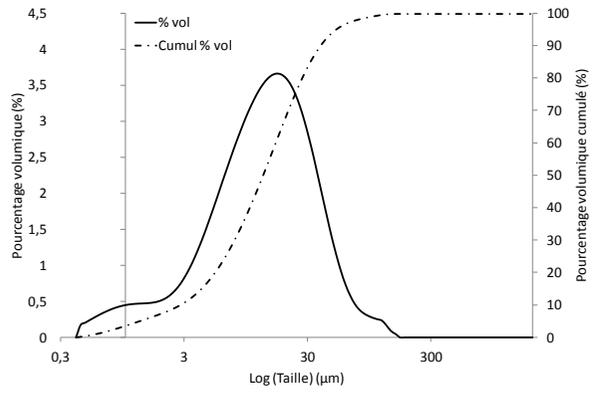


Figure B.3-54 : Courbe granulométrique de C3A-0\_80S\_5,85A\_12.

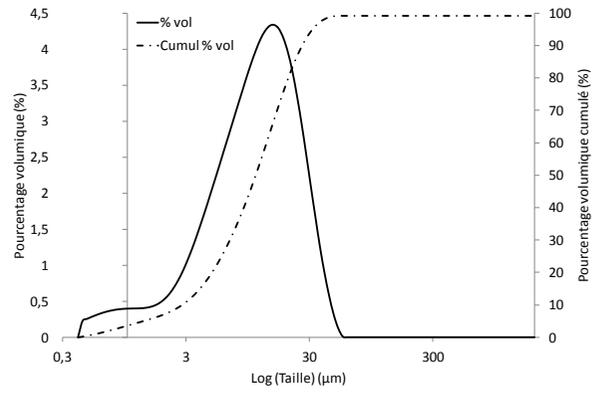


Figure B.3-55 : Courbe granulométrique de C3A-0\_5S\_7,85A\_9.

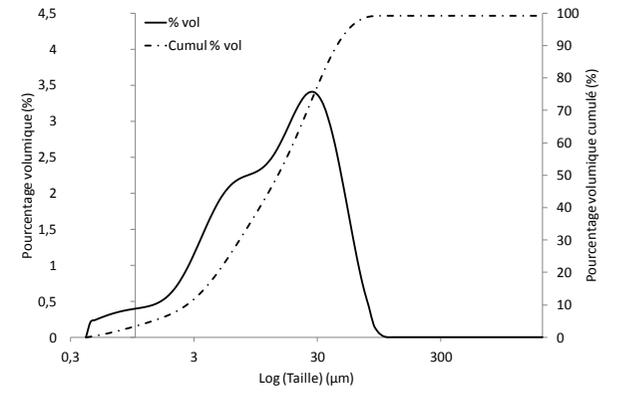


Figure B.3-56 : Courbe granulométrique de C3A-0\_5S\_7,85A\_15.

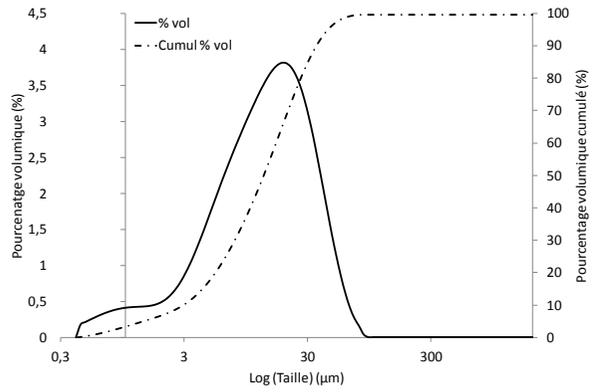


Figure B.3-57 : Courbe granulométrique de C3A-0\_42,5S\_7,85A\_12.

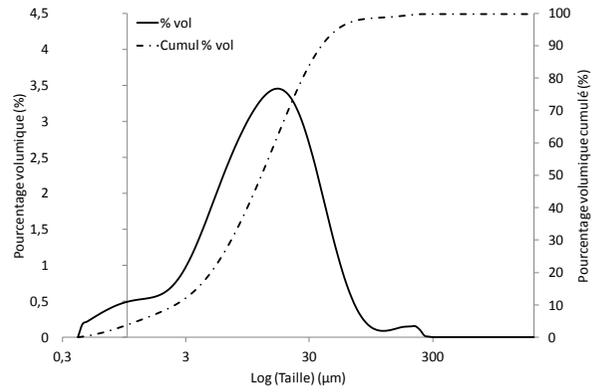


Figure B.3-58 : Courbe granulométrique de C3A-0\_80S\_7,85A\_9.

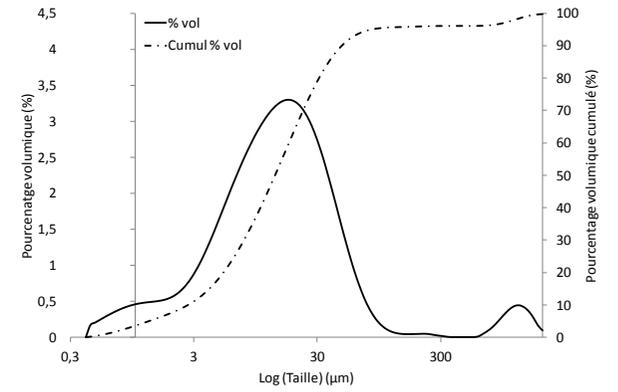


Figure B.3-59 : Courbe granulométrique de C3A-0\_80S\_7,85A\_15.

## B.4. CHALEUR D'HYDRATATION – ISOTHERME ET SEMI-ADIABATIQUE

Dans les Tableau B à Tableau B sont présentées les chaleurs d'hydratation des ciments fabriqués.

		5LL_3,8 5A_9	5LL_3,8 5A_15	20LL_3, 85A_12	35LL_3, 85A_9	35LL_3, 85A_15	5LL_5,8 5A_12	20LL_5, 85A_9	20LL_5, 85A_12	20LL_5, 85A_15	35LL_5, 85A_12	5LL_7,8 5A_9	5LL_7,8 5A_15	20LL_7, 85A_12	35LL_7, 85A_9	35LL_7, 85A_15	5LL_4,2 5A_12	20LL_4, 25A_9	20LL_4, 25A_12 n°1	20LL_4, 25A_12 n°2	20LL_4, 25A_12 n°3	20LL_4, 25A_12 n°4	20LL_4, 25A_15
Microcalorimétrie isotherme	$Q_{max}$ (J.g <sup>-1</sup> )	338,7	286,0	299,0	221,9	222,3	329,1	328,0	263,8	333,7	280,0	333,1	359,6	321,5	197,0	194,1	274,4	238,6	264,5	-	-	-	252,9
	1 <sup>er</sup> pic (mW.g <sup>-1</sup> )	2,7	2,2	2,2	2,0	1,6	2,7	2,4	2,1	2,2	2,0	2,4	2,3	2,4	2,1	1,6	2,4	2,6	2,1	-	-	-	1,9
	Abscisse 1 <sup>er</sup> pic (h)	10,8	12,4	10,9	9,4	8,8	12,2	11,1	10,8	10,8	9,3	13,6	12,3	10,9	9,3	8,9	12,1	10,3	11,4	-	-	-	12,4
	2 <sup>eme</sup> pic (mW.g <sup>-1</sup> )	-	-	2,0	2,2	1,4	2,1	1,7	1,4	1,3	1,2	-	-	-	0,4	0,2	-	-	1,9	-	-	-	1,6
	Abscisse 2 <sup>eme</sup> pic (h)	-	-	18,5	17,2	22,8	20,8	26,6	26,9	28,7	30,1	-	-	-	46,4	74,6	-	-	20,8	-	-	-	23,2
Calorimètre de Langavant	$Q_{41}$ (J.g <sup>-1</sup> )	367,6	342,2	314,0	254,7	225,0	346,5	242,1	296,5	290,3	255,4	363,9	317,9	325,7	290,2	261,0	358,7	296,2	364,7	328,6	318,5	311,5	299,8
	$Q_{120}$ (J.g <sup>-1</sup> )	369,7	348,0	332,0	260,1	240,5	368,3	252,6	302,4	304,3	274,7	392,1	316,4	333,4	300,5	293,2	366,3	301,0	408,6	336,8	341,2	322,3	305,9
	$Q_{168}$ (J.g <sup>-1</sup> )	372,9	351,1	338,9	263,0	244,8	379,0	265,0	303,3	307,0	294,5	405,8	321,3	353,8	311,7	324,8	367,3	301,9	413,8	338,3	346,6	322,9	312,2
	Puissance (mW.g <sup>-1</sup> )	9,5	8,9	8,7	8,2	5,1	10,9	7,6	8,0	6,4	4,4	7,3	5,9	6,1	5,7	3,3	9,2	7,0	9,8	10,2	9,3	9,0	8,2
	Retard (h)	5,4	6,9	8,2	7,6	10,3	8,3	10,5	10,3	11,8	13,7	9,1	10,2	10,0	8,1	9,3	6,5	4,5	7,5	7,9	8,1	8,2	8,3
	Echauffement maximal (°C)	37,3	32,6	29,6	24,1	20,5	34,1	27,1	29,3	28,6	25,6	36,3	32,4	31,3	28,9	24,2	35,6	29,5	32,7	30,5	31,3	31,4	29,3
	Abscisse échauffement maximal (h)	14,7	17,2	18,6	18,1	20,2	15,2	15,4	17,2	17,6	17,6	15,4	17,0	16,7	16,6	23,5	15,4	14,2	16,6	14,9	15,8	15,6	18,3
	Température maximale atteinte (°C)	57,3	52,6	49,6	44,1	40,5	54,1	47,1	49,3	48,6	45,6	56,3	52,4	51,3	48,9	44,2	55,6	49,5	52,7	50,5	51,3	51,4	49,3

Tableau B.4-1 : Mesure de chaleur des ciments C3A-7\_LL.

		5S_3,85A_9	5S_3,85A_15	42,5S_3,85A_12	80S_3,85A_9	80S_3,85A_15	5S_5,85A_12	42,5S_5,85A_9	42,5S_5,85A_12 n°1	42,5S_5,85A_12 n°2	42,5S_5,85A_12 n°3	42,5S_5,85A_12 n°4	42,5S_5,85A_15	80S_5,85A_12	5S_7,85A_9	5S_7,85A_15	42,5S_7,85A_12	80S_7,85A_9	80S_7,85A_15	5S_4,25A_12	
Microcalorimétrie isotherme	Q <sub>max</sub> (J.g <sup>-1</sup> )	361,5	311,9	290,7	193,2	170,3	353,6	260,1	271,1	291,2	287,6	286,3	314,1	201,4	364,2	313,0	288,3	207,8	203,7	345,6	
	1 <sup>er</sup> pic (mW.g <sup>-1</sup> )	3,0	1,7	1,4	0,8	0,6	2,4	1,4	1,9	1,9	1,8	1,8	1,9	0,7	2,5	2,1	1,7	0,6	0,6	2,4	
	Abscisse 1 <sup>er</sup> pic (h)	12,5	15,1	13,9	10,0	13,0	14,2	14,3	13,0	13,0	12,9	12,8	12,6	9,7	15,2	15,1	12,0	10,5	10,1	12,4	
	2 <sup>ème</sup> pic (mW.g <sup>-1</sup> )	-	-	0,8	0,7	0,6	1,3	0,5	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	1,0	0,6	-	-	0,4	0,5	0,5	-
	Abscisse 2 <sup>ème</sup> pic (h)	-	-	44,6	57,2	53,1	31,9	62,1	44,3	46,6	44,1	50,9	38,1	74,1	-	-	79,1	49,5	45,3	-	
Calorimètre de Langavant	Q <sub>41</sub> (J.g <sup>-1</sup> )	361,4	296,3	239,9	151,2	135,3	327,8	255,3	267,2	277,2	265,5	245,6	274,9	127,3	354,1	342,0	250,4	124,7	102,6	345,2	
	Q <sub>120</sub> (J.g <sup>-1</sup> )	360,9	329,6	264,5	183,3	181,0	322,3	280,6	307,9	305,9	316,1	264,9	291,8	171,5	364,7	386,1	281,9	184,5	157,2	349,0	
	Q <sub>168</sub> (J.g <sup>-1</sup> )	363,9	338,0	267,3	186,6	189,1	329,1	286,9	321,0	317,7	332,1	265,4	295,1	173,8	372,6	412,0	290,8	185,9	157,9	350,6	
	Puissance (mW.g <sup>-1</sup> )	7,6	6,6	3,2	1,7	1,6	6,9	3,0	3,2	3,5	3,1	3,0	3,8	1,3	7,5	5,4	3,0	1,2	1,0	6,7	
	Retard (h)	5,1	11,2	18,2	31,3	28,9	11,9	10,3	10,2	12,4	10,0	9,9	16,3	41,0	9,7	9,1	10,6	29,9	9,1	6,9	
	Echauffement maximal (°C)	36,1	26,3	22,2	13,6	11,7	32,9	22,7	23,9	23,2	23,6	23,0	25,3	12,5	35,8	32,3	20,5	11,0	8,5	31,8	
	Abscisse échauffement maximal (h)	16,5	20,5	25,2	36,7	35,5	16,6	25,9	24,7	24,5	26,8	26,7	22,4	45,5	16,3	22,1	28,1	49,1	44,1	20,3	
	Température maximale atteinte (°C)	56,1	46,3	42,2	33,6	31,7	52,9	42,7	43,9	43,2	43,6	43,0	45,3	32,5	55,8	52,3	40,5	31,0	28,5	51,8	

Tableau B.4-2 : Mesure de chaleur des ciments C3A-7\_S.

		5S_3,85A_9	5S_3,85A_15	42,5S_3,85A_12	80S_3,85A_9	80S_3,85A_15	5S_5,85A_12	42,5S_5,85A_9	42,5S_5,85A_12 n°1	42,5S_5,85A_12 n°2	42,5S_5,85A_12 n°3	42,5S_5,85A_12 n°4	42,5S_5,85A_15	80S_5,85A_12	5S_7,85A_9	5S_7,85A_15	42,5S_7,85A_12	80S_7,85A_9	5S_3,85A_9	
Microcalorimétrie isotherme	Q <sub>max</sub> (J.g <sup>-1</sup> )	327,5	298,1	245,0	183,7	172,6	299,6	281,4	251,5	256,5	253,3	250,9	246,3	201,8	312,8	268,7	274,9	205,4	209,0	
	1 <sup>er</sup> pic (mW.g <sup>-1</sup> )	3,8	2,9	2,0	0,7	0,6	3,1	2,0	1,8	1,8	1,8	1,7	1,6	0,7	3,3	2,5	1,6	0,6	0,5	
	Abcisse 1 <sup>er</sup> pic (h)	13,2	13,8	12,9	9,5	8,6	13,4	12,9	12,7	12,9	13,0	12,6	12,0	10,3	12,9	12,9	12,9	12,4	10,1	10,4
	2 <sup>ème</sup> pic (mW.g <sup>-1</sup> )	-	-	-	0,7	0,6	-	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,6	-	-	-	0,5	0,5
	Abcisse 2 <sup>ème</sup> pic (h)	-	-	-	55,2	54,5	-	70,3	64,8	64,2	62,5	62,1	70,6	62,9	-	-	-	-	54,4	53,8
Calorimètre de Langavant	Q <sub>41</sub> (J.g <sup>-1</sup> )	291,3	296,3	222,1	136,1	138,7	291,1	227,3	232,2	226,2	234,1	232,2	189,3	132,3	306,9	275,7	200,0	102,2	95,3	
	Q <sub>120</sub> (J.g <sup>-1</sup> )	297,0	329,6	275,8	178,6	191,2	313,4	254,0	247,5	237,1	253,0	245,2	229,3	173,7	330,9	278,7	264,6	173,4	168,6	
	Q <sub>168</sub> (J.g <sup>-1</sup> )	298,6	338,0	289,7	185,6	207,1	318,1	256,1	247,8	238,2	253,8	247,4	232,4	175,4	318,4	281,7	265,7	174,4	169,2	
	Puissance (mW.g <sup>-1</sup> )	7,8	6,6	3,1	1,3	1,3	6,0	3,0	3,0	2,9	2,9	2,9	2,2	1,3	7,0	4,6	2,5	1,0	1,0	
	Retard (h)	11,3	11,2	13,0	34,8	33,4	12,3	11,9	10,1	12,0	10,0	10,2	5,5	39,2	12,2	11,5	9,5	33,3	33,6	
	Echauffement maximal (°C)	29,3	26,3	20,1	12,2	11,0	28,7	20,2	18,1	19,0	20,1	19,9	16,2	12,2	30,1	24,8	15,3	9,6	9,4	
	Abcisse échauffement maximal (h)	18,7	20,5	26,9	39,5	38,9	23,1	32,8	31,3	31,3	31,2	30,4	38,4	44,1	21,0	24,8	27,1	46,4	51,0	
	Température maximale atteinte (°C)	49,3	46,3	40,1	32,2	31,0	48,7	40,2	38,1	39,0	40,1	39,9	36,2	32,2	50,1	44,8	35,3	29,6	29,4	

Tableau B.4-3 : Mesure de chaleur des ciments C3A-0\_S.

## B.5. RESISTANCES EN COMPRESSION

Dans les Tableau B à Tableau B sont présentées les résistances en compression des ciments fabriqués.

Résistance en compression (MPa)	5LL_3,85A_9	5LL_3,85A_15	20LL_3,85A_12	35LL_3,85A_9	35LL_3,85A_15	5LL_5,85A_12	20LL_5,85A_9	20LL_5,85A_12	20LL_5,85A_15	35LL_5,85A_12	5LL_7,85A_9	5LL_7,85A_15	20LL_7,85A_12	35LL_7,85A_9	35LL_7,85A_15	5LL_4,25A_12	20LL_4,25A_9	20LL_4,25A_12 n°1	20LL_4,25A_12 n°2	20LL_4,25A_12 n°3	20LL_4,25A_12 n°4	20LL_4,25A_15
1 jour	18,8	13,0	11,0	9,4	6,7	17,9	15,9	13,3	11,2	8,2	15,4	13,0	11,3	10,6	5,8	14,6	14,6	12,6	13,6	13,1	13,3	12,4
2 jours	33,8	25,9	23,9	18,9	14,1	30,3	27,4	24,7	23,6	20,4	27,5	27,6	26,2	22,4	12,9	28,3	27,1	24,2	24,8	25,3	25,2	24,2
7 jours	47,8	41,3	38,2	30,8	27,4	45,1	40,7	38,7	38,7	30,4	44,5	44,8	41,2	33,2	26,9	46,5	40,8	38,4	40,4	40,1	39,9	40,7
28 jours	59,3	57,7	49,0	40,1	38,1	58,5	50,2	49,0	47,0	39,4	60,2	56,6	50,2	40,9	36,3	60,1	52,4	50,6	48,1	48,9	50,8	53,3
91 jours	66,9	61,4	55,1	45,0	41,5	63,0	55,4	56,6	55,2	44,4	63,2	63,6	60,5	44,8	43,2	66,0	54,5	55,1	52,5	56,3	55,8	53,6

Tableau B.5-1 : Résistances en compression de ciments C3A-7\_LL.

Résistance en compression (MPa)	5S_3,85A_9	5S_3,85A_15	42,5S_3,85A_12	80S_3,85A_9	80S_3,85A_15	5S_5,85A_12	42,5S_5,85A_9	42,5S_5,85A_12 n°1	42,5S_5,85A_12 n°2	42,5S_5,85A_12 n°3	42,5S_5,85A_12 n°4	42,5S_5,85A_15	80S_5,85A_12	5S_7,85A_9	5S_7,85A_15	42,5S_7,85A_12	80S_7,85A_9	80S_7,85A_15	5S_4,25A_12
1 jour	17,4	11,6	6,0	1,7	1,5	13,7	5,2	7,0	6,9	6,4	6,2	7,3	5,6	17,3	10,9	7,1	1,3	1,2	13,5
2 jours	30,7	24,3	17,7	7,0	6,7	29,9	13,9	18,2	18,4	16,9	15,6	19,2	4,4	32,7	23,8	15,3	4,4	3,5	24,3
7 jours	44,2	38,1	29,0	21,9	19,8	46,8	35,2	32,9	32,8	31,8	32,1	34,9	27,9	49,4	42,5	34,2	26,9	23,3	41,4
28 jours	58,5	56,0	52,6	40,1	42,3	60,0	52,6	54,5	54,8	55,2	52,1	50,7	43,2	62,2	57,3	49,4	39,5	39,3	55,0
91 jours	64,1	65,2	71,4	52,6	55,9	71,9	67,9	66,8	66,0	65,7	64,8	66,6	50,5	72,1	63,7	64,0	51,0	50,0	62,3

Tableau B.5-2 : Résistances en compression de ciments C3A-7\_S.

Résistance en compression (MPa)	5S_3,85A_9	5S_3,85A_15	42,5S_3,85A_12	80S_3,85A_9	80S_3,85A_15	5S_5,85A_12	42,5S_5,85A_9	42,5S_5,85A_12 n°1	42,5S_5,85A_12 n°2	42,5S_5,85A_12 n°3	42,5S_5,85A_12 n°4	42,5S_5,85A_15	80S_5,85A_12	5S_7,85A_9	5S_7,85A_15	42,5S_7,85A_12	80S_7,85A_9	80S_7,85A_15
1 jour	15,3	9,2	5,1	1,6	1,2	10,8	5,5	4,6	4,5	4,6	4,5	3,5	1,4	13,6	8,0	4,1	1,1	1,1
2 jours	29,8	23,6	14,4	4,6	4,1	24,4	11,3	10,1	10,0	11,0	11,1	8,7	4,6	25,7	15,9	9,6	3,3	2,9
7 jours	47,7	41,0	34,8	23,2	20,5	44,2	33,8	32,7	31,4	34,6	34,7	31,1	25,7	43,2	30,6	22,4	20,1	21,1
28 jours	61,8	55,9	56,1	38,5	35,1	57,9	49,3	51,1	50,0	49,4	51,0	47,5	40,1	57,1	46,3	48,0	34,9	34,2
91 jours	71,2	63,3	69,8	44,4	44,1	64,9	61,9	58,8	61,2	58,1	61,3	61,0	48,6	66,9	65,1	59,4	40,9	42,0

Tableau B.5-3 : Résistances en compression de ciments C3A-0\_S.

## B.6. RETRAIT ET GONFLEMENT

Dans les Tableau B à Tableau B sont présentés les retraits et gonflements mesurés pour tous les ciments fabriqués.

		5LL_3,85A_9	5LL_3,85A_15	20LL_3,85A_12	35LL_3,85A_9	35LL_3,85A_15	5LL_5,85A_12	20LL_5,85A_9	20LL_5,85A_12	20LL_5,85A_15	35LL_5,85A_12	5LL_7,85A_9	5LL_7,85A_15	20LL_7,85A_12	35LL_7,85A_9	35LL_7,85A_15	5LL_4,25A_12	20LL_4,25A_9	20LL_4,25A_12 n°1	20LL_4,25A_12 n°2	20LL_4,25A_12 n°3	20LL_4,25A_12 n°4	20LL_4,25A_15
Retrait ( $\mu\text{m}\cdot\text{m}^{-1}$ )	2 jours	-20	-20	-10	-10	-10	-20	-70	-30	-60	-90	20	10	90	40	80	-30	10	0	-30	-10	-10	-10
	7 jours	-90	-80	0	-50	-20	-70	-100	-110	-50	-60	-10	-20	60	-20	150	-100	-80	-50	-70	-80	-40	-50
	28 jours	-230	-210	-140	-90	-90	-110	-250	-200	-160	-110	-150	-160	-20	-120	-140	-170	-110	-90	-200	-150	-180	-110
	91 jours	-560	-420	-320	-180	-230	-190	-340	-290	-240	-190	-260	-240	-100	-300	-250	-310	-470	-320	-390	-220	-230	-550
Gonflement ( $\mu\text{m}\cdot\text{m}^{-1}$ )	2 jours	-54	-92	-154	2	-60	-23	13	2	54	35	29	65	65	-83	27	13	-29	19	-17	10	27	15
	7 jours	-23	-23	-33	6	-119	-98	-19	-15	23	19	25	63	42	-100	-169	-3	-110	-4	-75	-10	-8	-42
	28 jours	17	-48	-38	-52	-113	2	15	25	54	44	117	90	73	-27	-85	4	-17	2	-65	-4	2	-8
	91 jours	169	-56	-146	-81	-152	-2	-79	10	-29	-50	42	85	35	-106	-163	-13	-21	-4	-83	-8	-6	-6

Tableau B.6-1 : Mesure de retrait et de gonflement des ciments C3A-7\_LL.

		5S_3,85A_9	5S_3,85A_15	42,5S_3,85A_12	80S_3,85A_9	80S_3,85A_15	5S_5,85A_12	42,5S_5,85A_9	42,5S_5,85A_12 n°1	42,5S_5,85A_12 n°2	42,5S_5,85A_12 n°3	42,5S_5,85A_12 n°4	42,5S_5,85A_15	80S_5,85A_12	5S_7,85A_9	5S_7,85A_15	42,5S_7,85A_12	80S_7,85A_9	80S_7,85A_15	5S_4,25A_12
Retrait ( $\mu\text{m}\cdot\text{m}^{-1}$ )	2 jours	-100	-80	-90	-110	-140	0	-140	70	90	60	70	-60	-140	-70	100	-160	-130	-60	-
	7 jours	-150	-150	-130	-130	-150	-80	-200	70	80	80	130	-110	-160	-130	80	-210	-130	-100	-
	28 jours	-240	-210	-160	-150	-190	-140	-340	30	10	30	90	-110	60	-270	-170	-280	-240	-40	-
	91 jours	-270	-260	-210	-240	-200	-160	-320	-10	0	-10	20	-250	-50	-250	-120	-260	-230	-130	-
Gonflement ( $\mu\text{m}\cdot\text{m}^{-1}$ )	2 jours	-131	-96	-63	63	29	-23	-25	-33	-8	23	0	23	83	77	-4	65	110	-56	-113
	7 jours	-123	-90	-85	71	63	2	6	-65	-75	25	0	-13	379	46	33	171	385	144	-121
	28 jours	-23	-75	-60	79	58	-54	-19	-52	-181	-38	-10	0	198	15	115	125	308	133	-119
	91 jours	-69	-119	-52	27	-2	-27	-50	-83	-59	-52	-44	-54	142	-79	56	160	321	100	-142

Tableau B.6-2 : Mesure de retrait et de gonflement des ciments C3A-7\_S.

		5S_3,85A_9	5S_3,85A_15	42,5S_3,85A_12	80S_3,85A_9	80S_3,85A_15	5S_5,85A_12	42,5S_5,85A_9	42,5S_5,85A_12 n°1	42,5S_5,85A_12 n°2	42,5S_5,85A_12 n°3	42,5S_5,85A_12 n°4	42,5S_5,85A_15	80S_5,85A_12	5S_7,85A_9	5S_7,85A_15	42,5S_7,85A_12	80S_7,85A_9	80S_7,85A_15
Retrait ( $\mu\text{m}\cdot\text{m}^{-1}$ )	2 jours	-70	-90	-70	-100	-100	-20	-140	0	-10	-10	-30	-80	-130	-70	-20	-110	-100	-50
	7 jours	-170	-160	-160	-130	-130	-100	-150	-50	-40	-40	-80	-130	-150	-150	-130	-140	-100	-120
	28 jours	-190	-170	-160	-180	-200	-140	-280	-110	-110	-110	-120	-150	-230	-200	-190	-240	-170	-150
	91 jours	-240	-240	-300	-290	-240	-190	-300	-160	-230	-180	-160	-250	-220	-330	-230	-300	-230	-160
Gonflement ( $\mu\text{m}\cdot\text{m}^{-1}$ )	2 jours	6	2	-75	73	79	-35	8	29	58	35	63	-40	46	-17	44	-69	60	113
	7 jours	-17	-21	-33	119	108	31	64	69	108	83	113	83	115	4	75	67	255	292
	28 jours	21	33	-19	183	173	31	117	123	154	125	133	98	127	15	127	135	258	344
	91 jours	133	206	52	269	270	90	241	192	246	181	221	163	206	96	208	250	365	488

Tableau B.6-3 : Mesure de retrait et de gonflement des ciments C3A-0\_S.



## ANNEXE C. ANALYSE GENERALE DES CIMENTS

L'analyse générale des résultats a également été faite avec les mesures de chaleur d'hydratation mesurée en calorimètre de Langavant à 41h, la température adiabatique cf. Figure C-1 et Figure C-2 ainsi que pour les résistances en compression à 1, 7 et 91 jours cf. Figure C-3, Figure C-4 et Figure C-5.

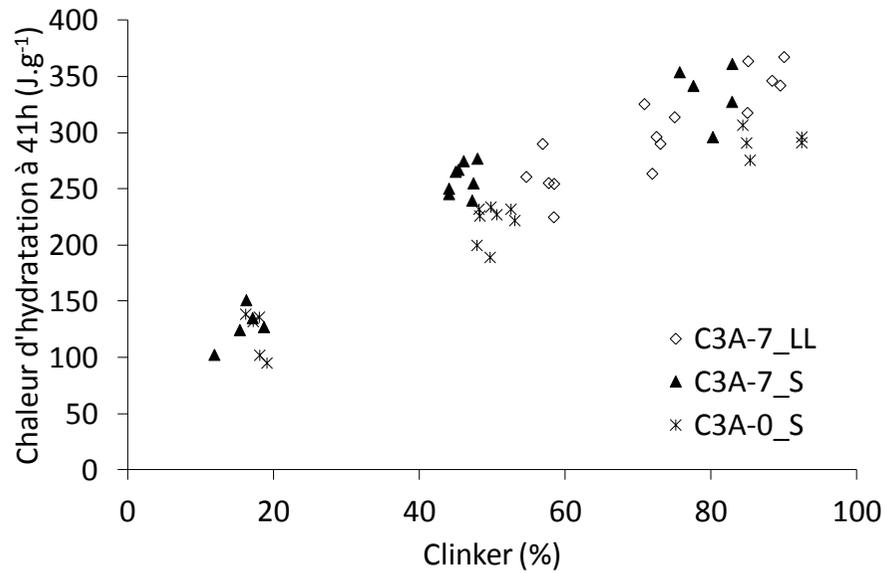


Figure C-1 : Evolution de la chaleur d'hydratation à 41h en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment.

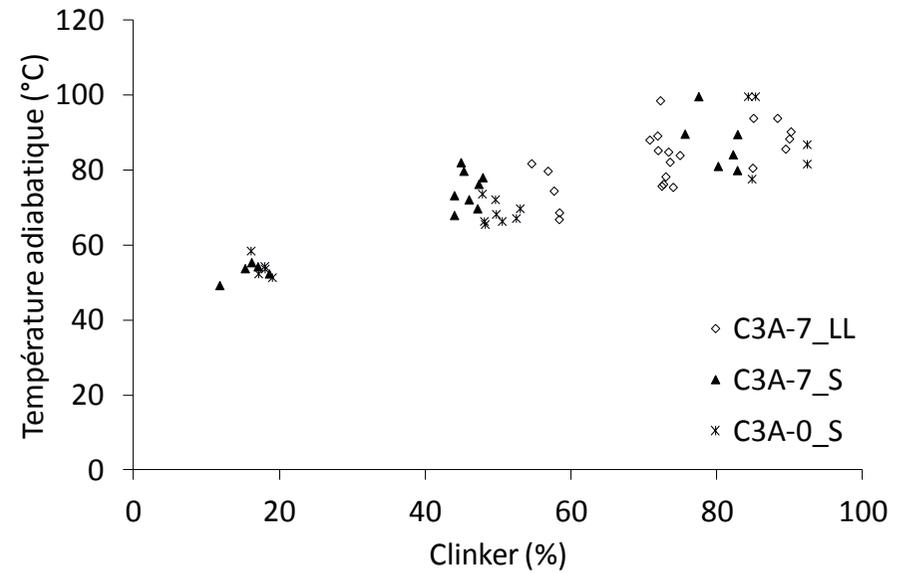


Figure C-2 : Evolution de la température adiabatique calculée en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment.

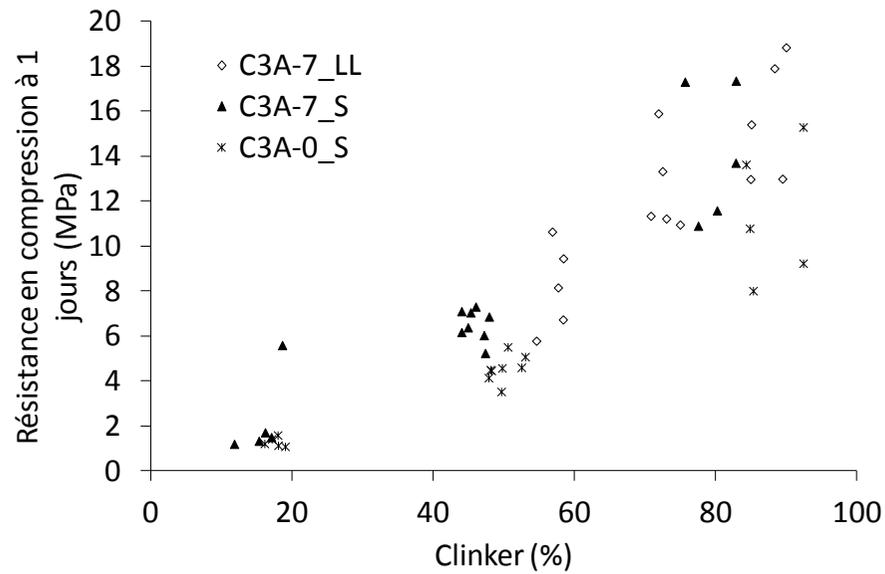


Figure C-3 : Evolution des résistances en compression à 1 jour en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment.

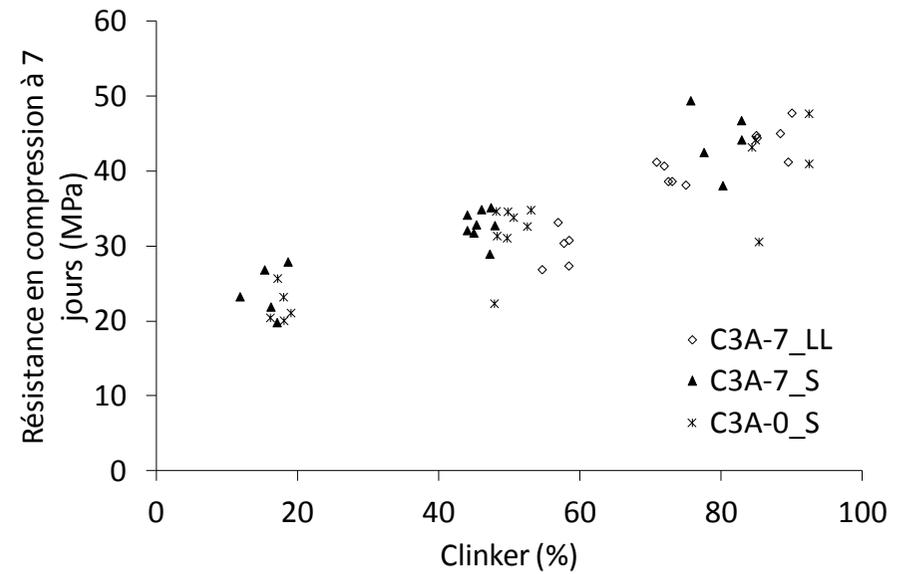


Figure C-4 : Evolution des résistances en compression à 7 jours en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment.

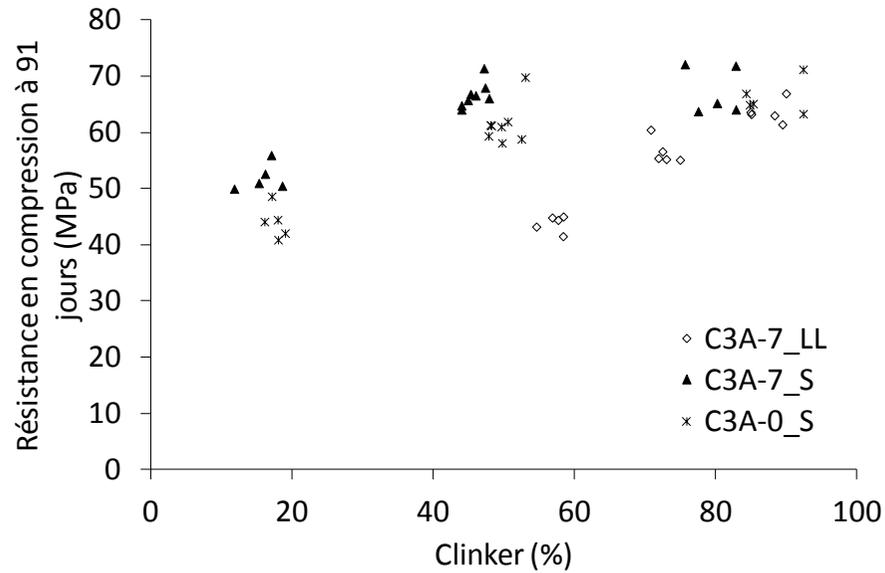


Figure C-5 : Evolution des résistances en compression à 91 jours en fonction du pourcentage de clinker dans le ciment.

## ANNEXE D. EQUATIONS MODELES

D'autres mesures ont aussi été analysées statistiquement avec JMP de manière à pouvoir les prédire : la chaleur d'hydratation à 41 h en Langavant, la chaleur d'hydratation à 168 h en microcalorimétrie isotherme, les résistances en compression à 1, 7 et 91 jours. Les équations obtenues avec les valeurs théoriques ou réelles des facteurs sont respectivement présentées dans les Tableau D-1 et Tableau D-2.

### D.1. VALEURS THEORIQUES

Famille de ciment	Réponse mesurée	Equations modèles	Valeur acceptée donnant une incertitude expérimentale à 5 %	Valeur moyenne expérimentale mesurée	Valeur moyenne calculée d'après le modèle	Ecart moyen entre l'expérimental et le modèle
C3A-7_LL	Chaleur d'hydratation à 41h (J.g <sup>-1</sup> )	402,69 - 3,011.%LL - 3,459.D <sub>50</sub>	47,32	308,76	240,39	38,32
	Chaleur d'hydratation isotherme à 168h (J.g <sup>-1</sup> )	380,01 - 3,54.%LL - 0,15.%LL <sup>2</sup>	13,78	280,96	303,02	5,73
	Rc 1 jour (MPa)	25,31 - 0,249.%LL - 0,685.D <sub>50</sub>	0,90	12,54	12,28	0,26
	Rc 7 jours (MPa)	56,64 - 0,498.%LL - 0,599.D <sub>50</sub> - 0,010.%LL <sup>2</sup>	1,77	38,92	34,98	3,95
	Rc 91 jours (MPa)	73,97 - 0,66.%LL - 0,35.D <sub>50</sub> - 0,013.%LL <sup>2</sup>	3,37	55,17	50,87	4,30
C3A-7_S	Chaleur d'hydratation à 41h (J.g <sup>-1</sup> )	377,42 - 2,77.%S - 0,02.%S <sup>2</sup>	26,42	249,67	258,5	21,3
	Chaleur d'hydratation isotherme à 168h (J.g <sup>-1</sup> )	368,65 - 1,94.%S - 0,03.%S <sup>2</sup>	17,82	279,78	217,5	32,19
	Rc 1 jour (MPa)	18,39 - 0,159.%S - 0,349.D <sub>50</sub> + 0,013.%S.D <sub>50</sub>	0,82	7,78	14,10	6,30
	Rc 7 jours (MPa)	45,79 - 0,27.%S + 1,165.%CS - 0,632.D <sub>50</sub>	1,05	33,95	34,00	0,03
	Rc 91 jours (MPa)	75,38 - 0,21.%S - 0,005.%S <sup>2</sup>	1,69	62,76	54,9	7,84

C3A-0_S	Chaleur d'hydratation à 41h (J.g <sup>-1</sup> )	309,83 – 2,28.%S	5,03	206,55	248,75	1,15
	Chaleur d'hydratation isotherme à 168h (J.g <sup>-1</sup> )	359,16 – 1,42.%S – 3,87.D <sub>50</sub>	6,89	249,86	208,23	1,67
	Rc 1 jour (MPa)	16,90 - 0,134.%S – 0,470.D <sub>50</sub> + 0,0125.%S.D <sub>50</sub>	0,13	5,31	12,06	6,75
	Rc 7 jours (MPa)	52,24 – 0,257.%S – 0,793.D <sub>50</sub>	3,22	31,26	31,21	0,05
	Rc 91 jours (MPa)	74,06 – 0,30.%S – 0,004.%S <sup>2</sup>	3,28	57,10	48,36	8,74

Tableau D-1 : Tableau récapitulatif des équations modèles obtenues avec les 3 facteurs utilisés pour construire les plans d'expériences - valeurs théoriques - et des écarts entre les valeurs expérimentales et celles calculées d'après les modèles pour les 3 plans d'expériences.

## D.2. VALEURS REELLES

Famille de ciment	Réponse mesurée	Equations modèles	Valeur acceptée donnant une incertitude expérimentale à 5 %	Valeur moyenne expérimentale mesurée	Valeur moyenne calculée d'après le modèle	Ecart moyen entre l'expérimental et le modèle
C3A-7_LL	Chaleur d'hydratation à 41h (J.g <sup>-1</sup> )	364,23 – 2,98.%LL <sub>DRX</sub>	47,32	308,76	238,13	40,58
	Chaleur d'hydratation isotherme à 168h (J.g <sup>-1</sup> )	381,19 – 3,44.%LL <sub>DRX</sub> – 0,13.%LL <sub>DRX</sub> <sup>2</sup>	13,78	280,96	302,66	6,10
	Rc 1 jour (MPa)	34,52 – 0,270.%LL <sub>DRX</sub> – 1,397.D <sub>50</sub> + 0,048.%LL <sub>DRX</sub> .D <sub>50</sub>	0,90	12,54	24,12	11,58
	Rc 7 jours (MPa)	60,01 – 0,499.%LL <sub>DRX</sub> – 0,843.D <sub>50</sub> – 0,009.%LL <sub>DRX</sub> <sup>2</sup>	1,77	38,92	34,97	3,95
	Rc 91 jours (MPa)	70,11 – 0,64.%LL <sub>DRX</sub> – 0,01.%LL <sub>DRX</sub> <sup>2</sup>	3,37	55,17	50,58	4,58
C3A-7_S	Chaleur d'hydratation à 41h (J.g <sup>-1</sup> )	511,10 – 3,30.%S <sub>DRX</sub> – 6,94.D <sub>50</sub> – 0,04.%S <sub>DRX</sub> <sup>2</sup>	26,42	249,67	217,8	62,01
	Chaleur d'hydratation isotherme à 168h (J.g <sup>-1</sup> )	535,37 – 2,33.%S <sub>DRX</sub> – 10,39.D <sub>50</sub> – 0,03.%S <sub>DRX</sub> <sup>2</sup>	17,82	279,78	169,55	80,12
	Rc 1 jour (MPa)	29,48 - 0,165.%S <sub>DRX</sub> – 1,160.D <sub>50</sub> + 0,276.D <sub>50</sub> <sup>2</sup>	0,82	7,78	52,49	44,71
	Rc 7 jours (MPa)	57,26 – 0,302.%S <sub>DRX</sub> + 1,101%CS <sub>DRX</sub> – 1,230.D <sub>50</sub>	1,05	33,95	33,82	0,14
	Rc 91 jours (MPa)	80,98 – 0,37.%S <sub>DRX</sub> – 1,71.%CS <sub>DRX</sub> + 0,90.D <sub>50</sub> – 1,44.D <sub>50</sub> <sup>2</sup>	1,69	62,76	169,90	232,68

C3A-0_S	Chaleur d'hydratation à 41h (J.g <sup>-1</sup> )	$353,80 - 2,42.\%S_{DRX} - 6,33.\%CS_{DRX}$	5,03	206,55	249,40	0,49
	Chaleur d'hydratation isotherme à 168h (J.g <sup>-1</sup> )	$397,77 - 1,51.\%S_{DRX} - 6,51.D_{50}$	6,89	249,86	208,29	1,73
	Rc 1 jour (MPa)	$25,56 - 0141.\%S_{DRX} - 1,170.D_{50} + 0,001.\%S_{DRX}^2$	0,13	5,31	7,12	1,92
	Rc 7 jours (MPa)	$74,33 - 0,285.\%S_{DRX} - 1,732.\%CS_{DRX} - 1,568.D_{50}$	3,22	31,26	31,17	0,09
	Rc 91 jours (MPa)	$75,67 - 0,33.\%S_{DRX} - 0,005.\%S_{DRX}^2$	3,28	57,10	46,75	10,35

Tableau D-2 : Tableau récapitulatif des équations modèles obtenues avec les 3 facteurs utilisés pour construire les plans d'expériences - valeurs réelles - et des écarts entre les valeurs expérimentales et celles calculées d'après les modèles pour les 3 plans d'expériences.



# **ANNEXE E. SUIVI D'HYDRATATION PAR MESURES DRX**

Ci-dessous sont présentés les scans DRX des 9 ciments sélectionnés pour lesquels un suivi d'hydratation a été réalisé.

## **E.1. CIMENTS C3A-7\_LL**

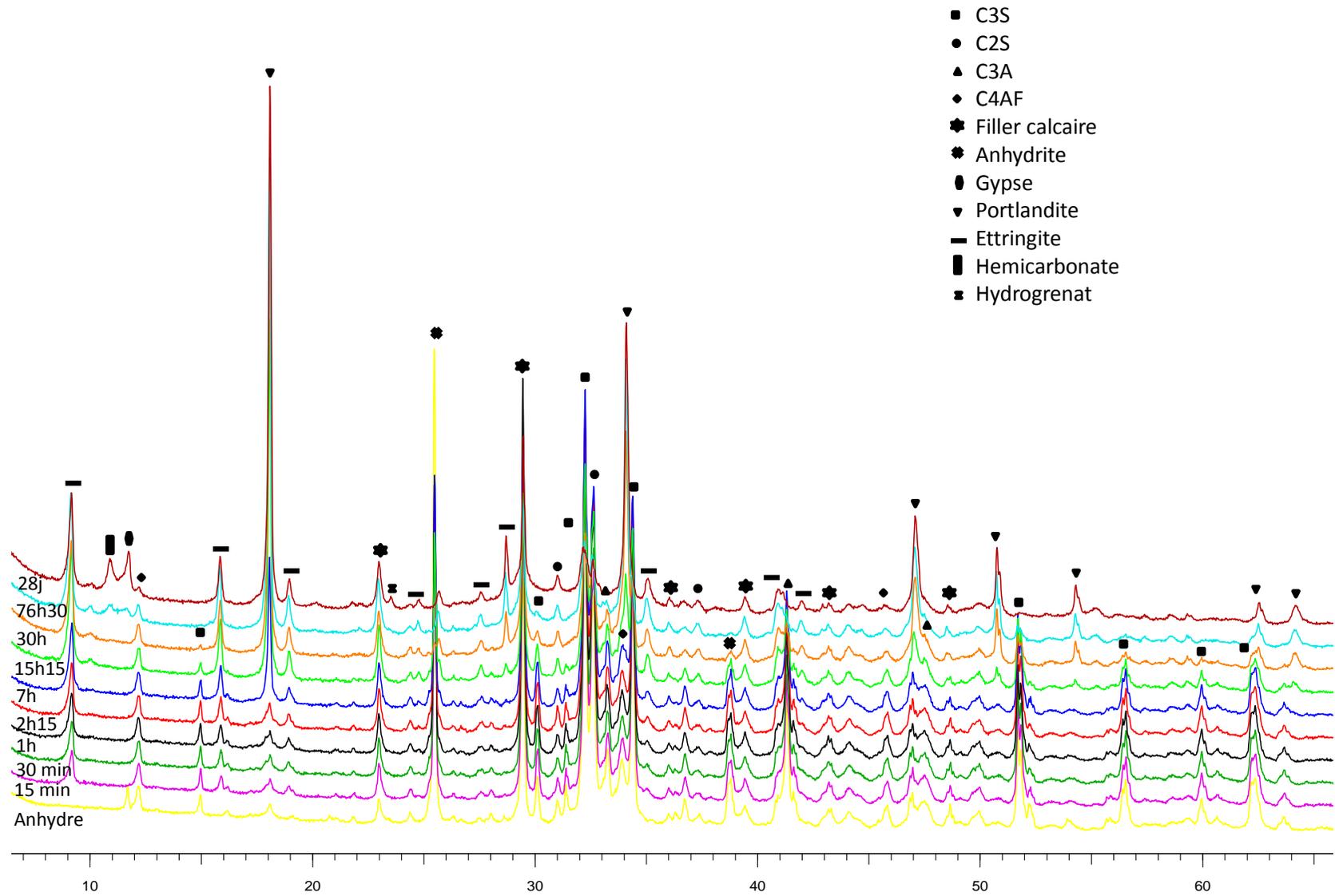


Figure E.1-1 : Scans DRX du ciment C3A-7\_5LL\_7,85A\_9 anhydre et des arrêts d'hydratation de 15 minutes à 28 jours.

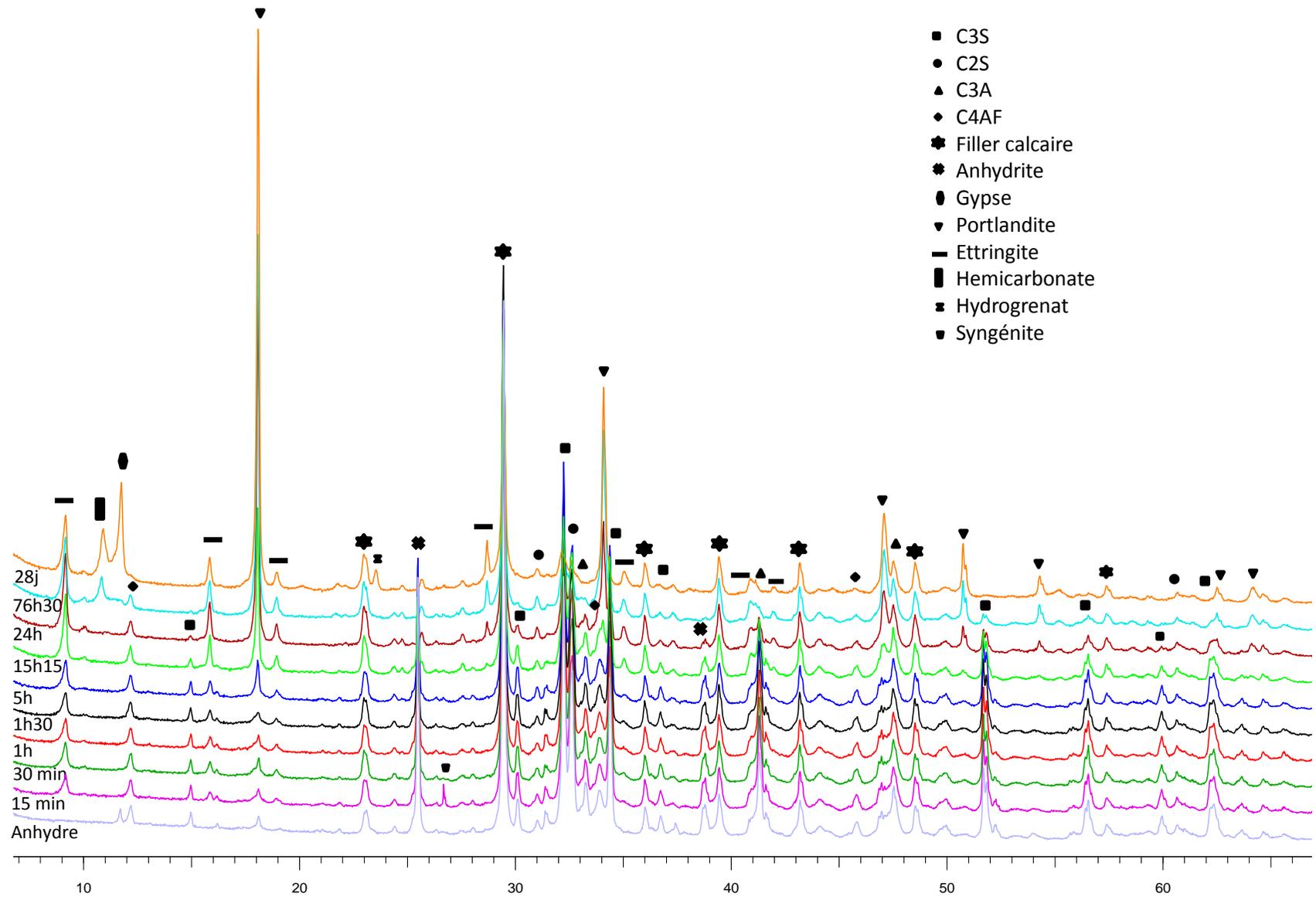


Figure E.1-2 : Scans DRX du ciment C3A-7\_20LL\_5,85A\_12 anhydre et des arrêts d'hydratation de 15 minutes à 28 jours.

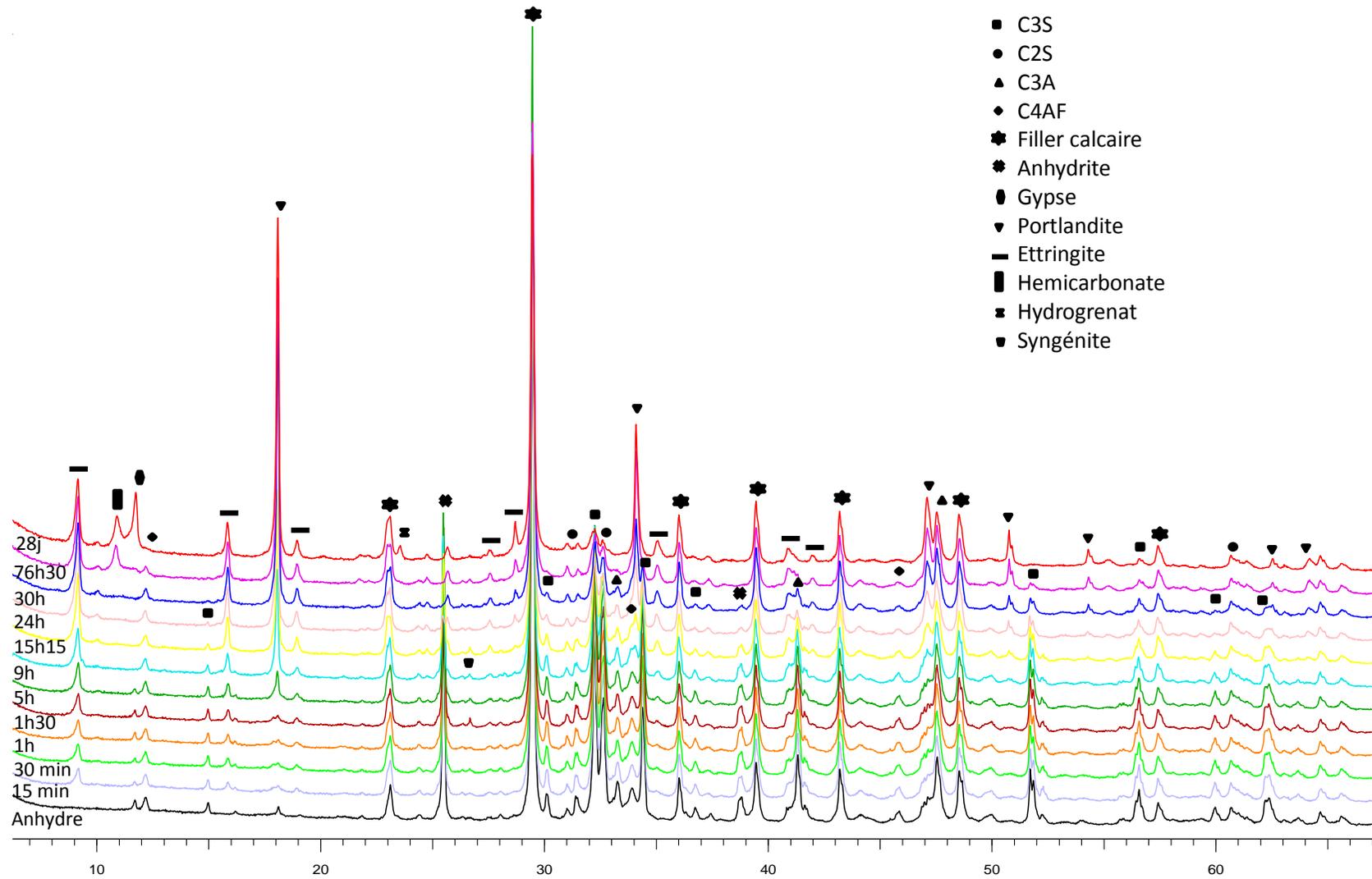


Figure E.1-3 : Scans DRX du ciment C3A-7\_35LL\_5,85A\_12 anhydre et des arrêts d'hydratation de 15 minutes à 28 jours.

## E.2. CIMENTS C3A-7\_S

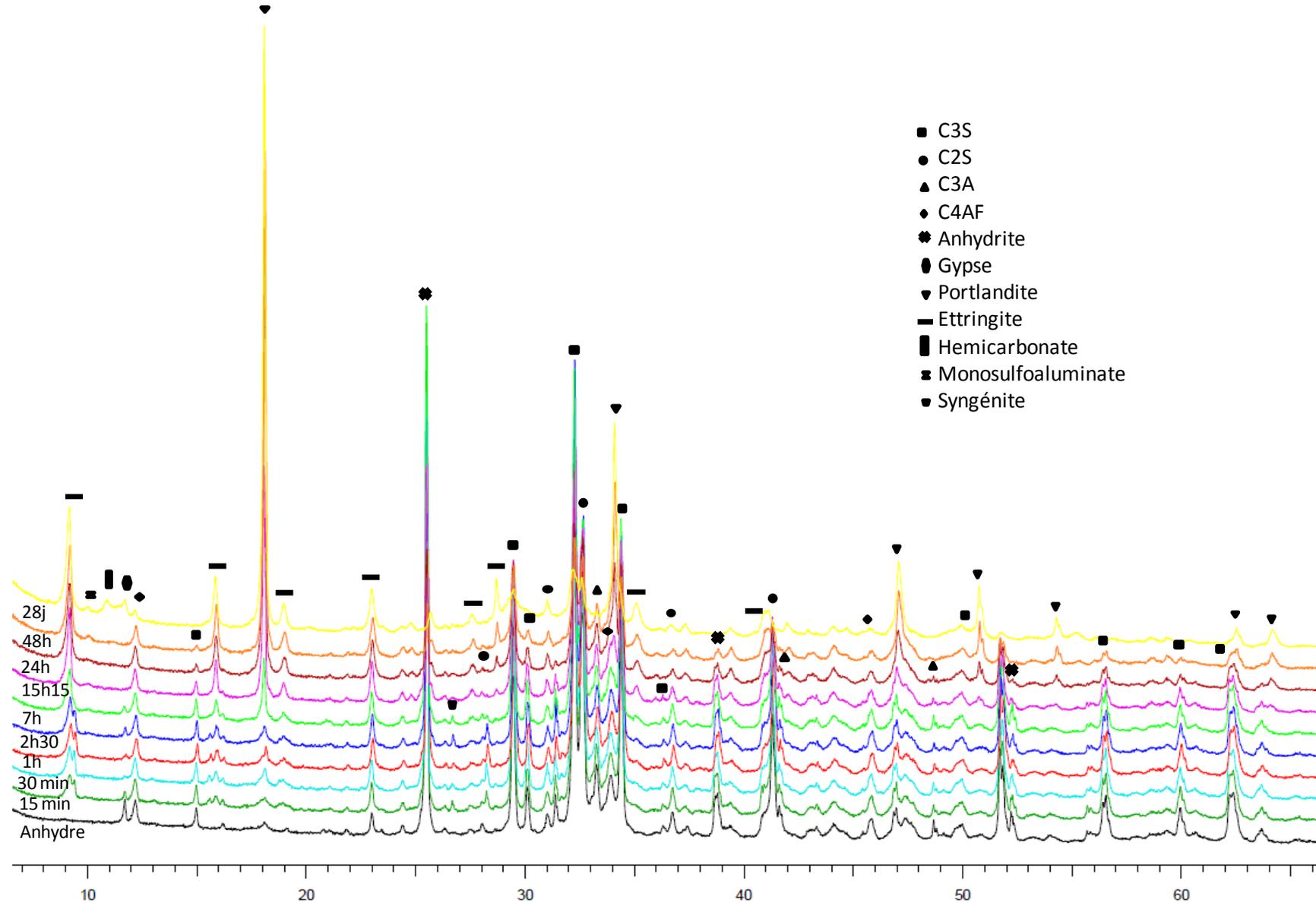


Figure E.2-1 : Scans DRX du ciment C3A-7\_5S\_7,85A\_12 anhydre et des arrêts d'hydratation de 15 minutes à 28 jours.

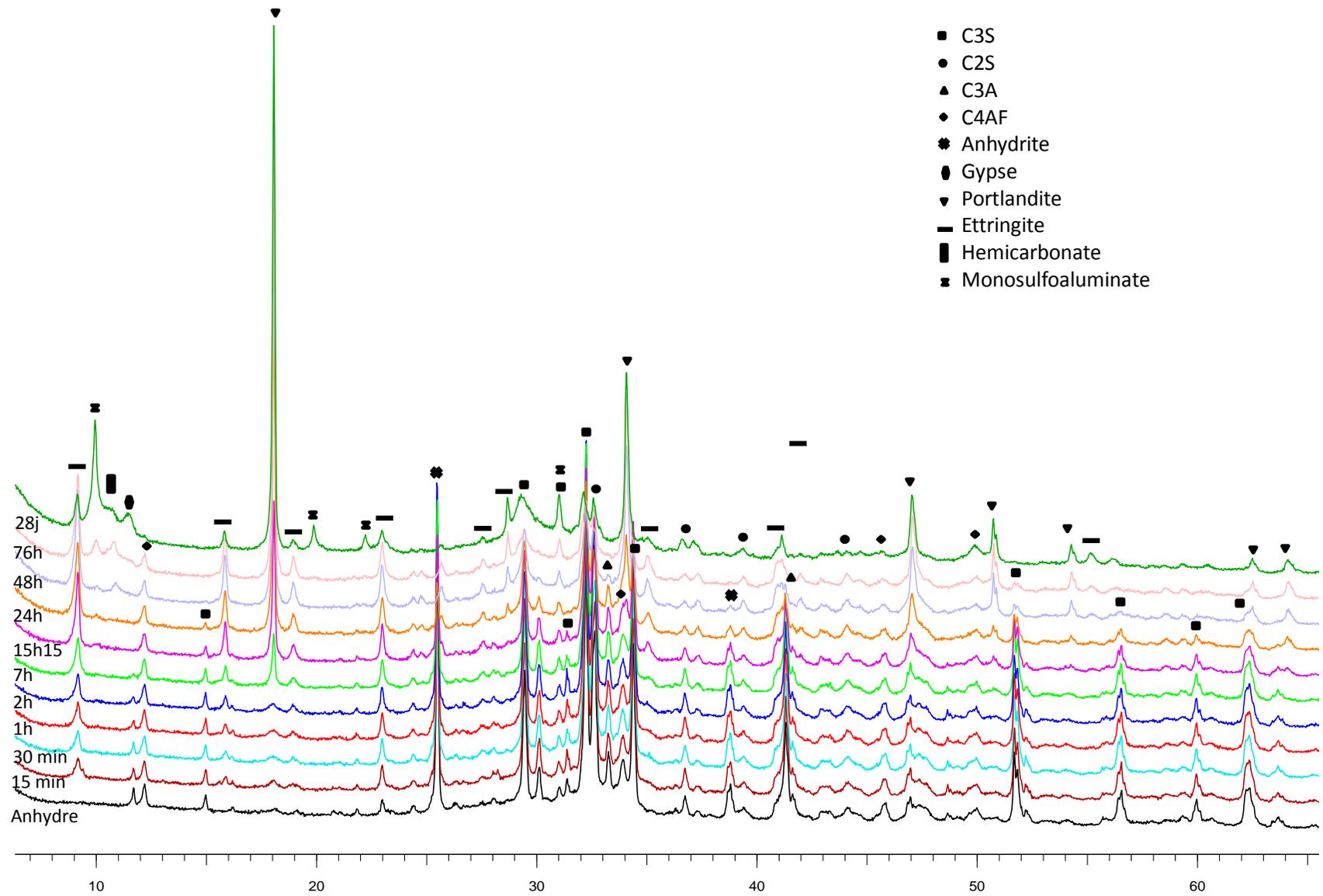


Figure E.2-2 : Scans DRX du ciment C3A-7\_42,5S\_3,85A\_12 anhydre et des arrêts d'hydratation de 15 minutes à 28 jours.

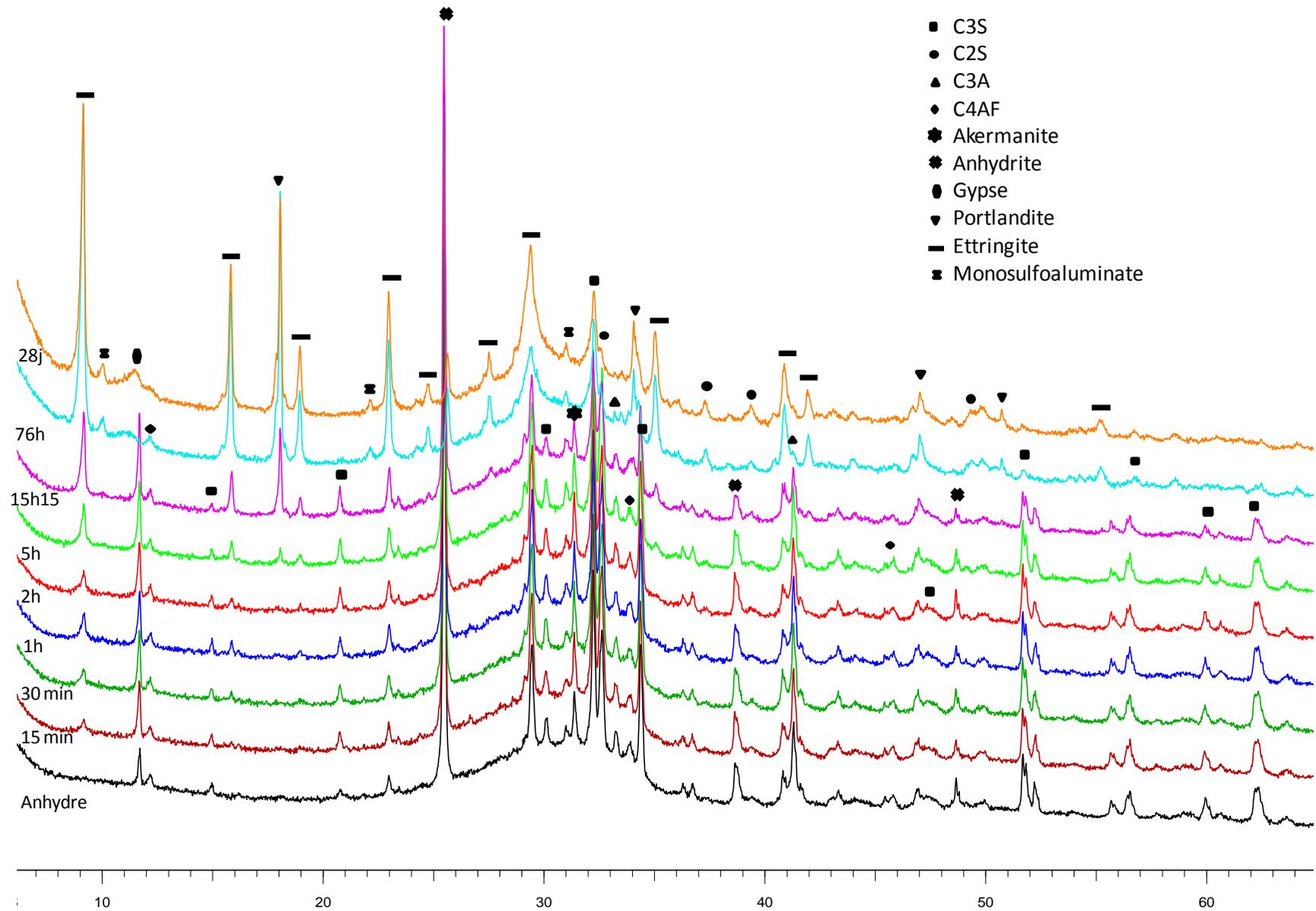


Figure E.2-3 : Scans DRX du ciment C3A-7\_80S\_5,85A\_12 anhydre et des arrêts d'hydratation de 15 minutes à 28 jours.

### E.3. CIMENTS C3A-0\_S

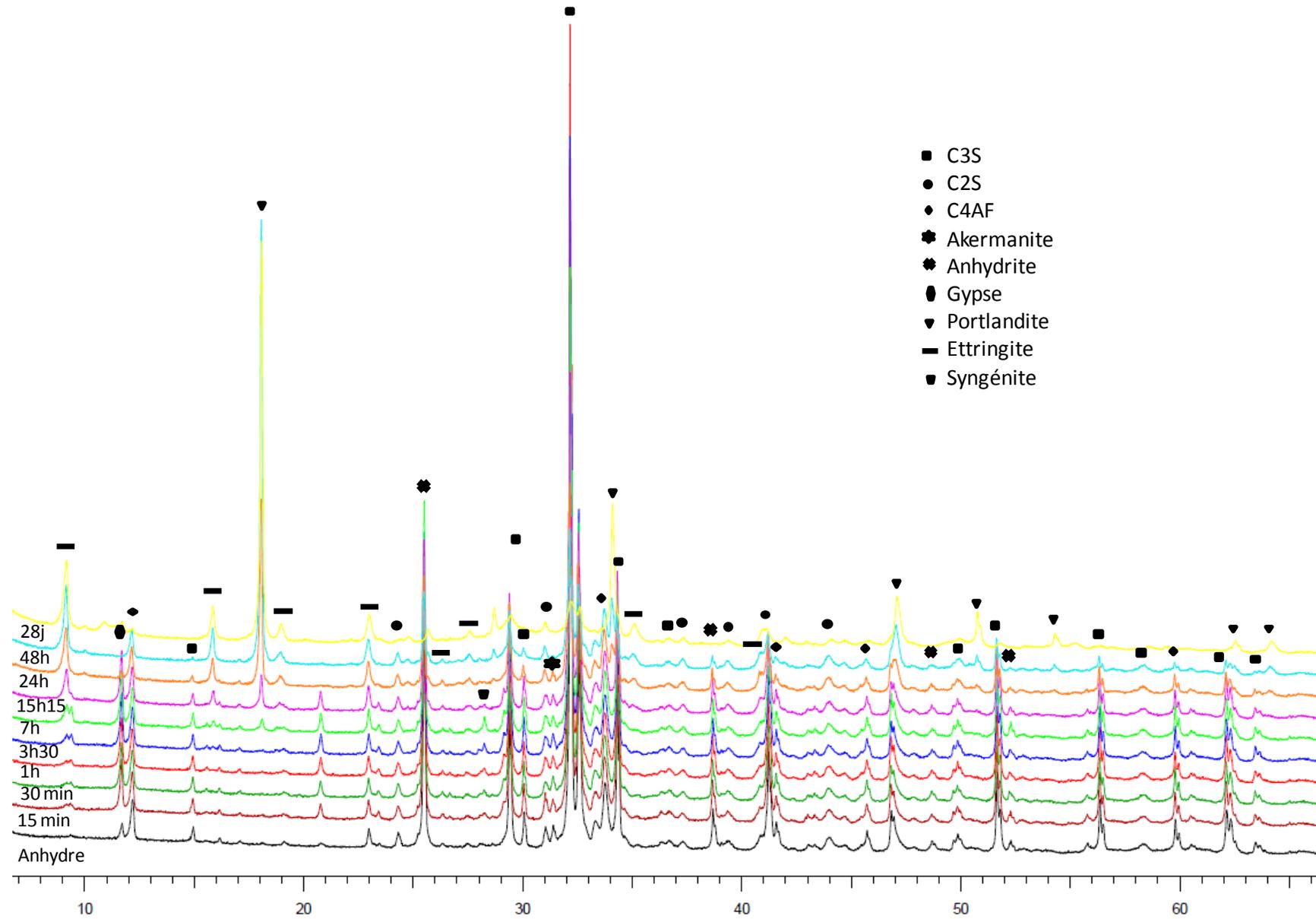


Figure E.3-1 : Scans DRX du ciment C3A-0\_5S\_7,85A\_15 anhydre et des arrêts d'hydratation de 15 minutes à 28 jours.

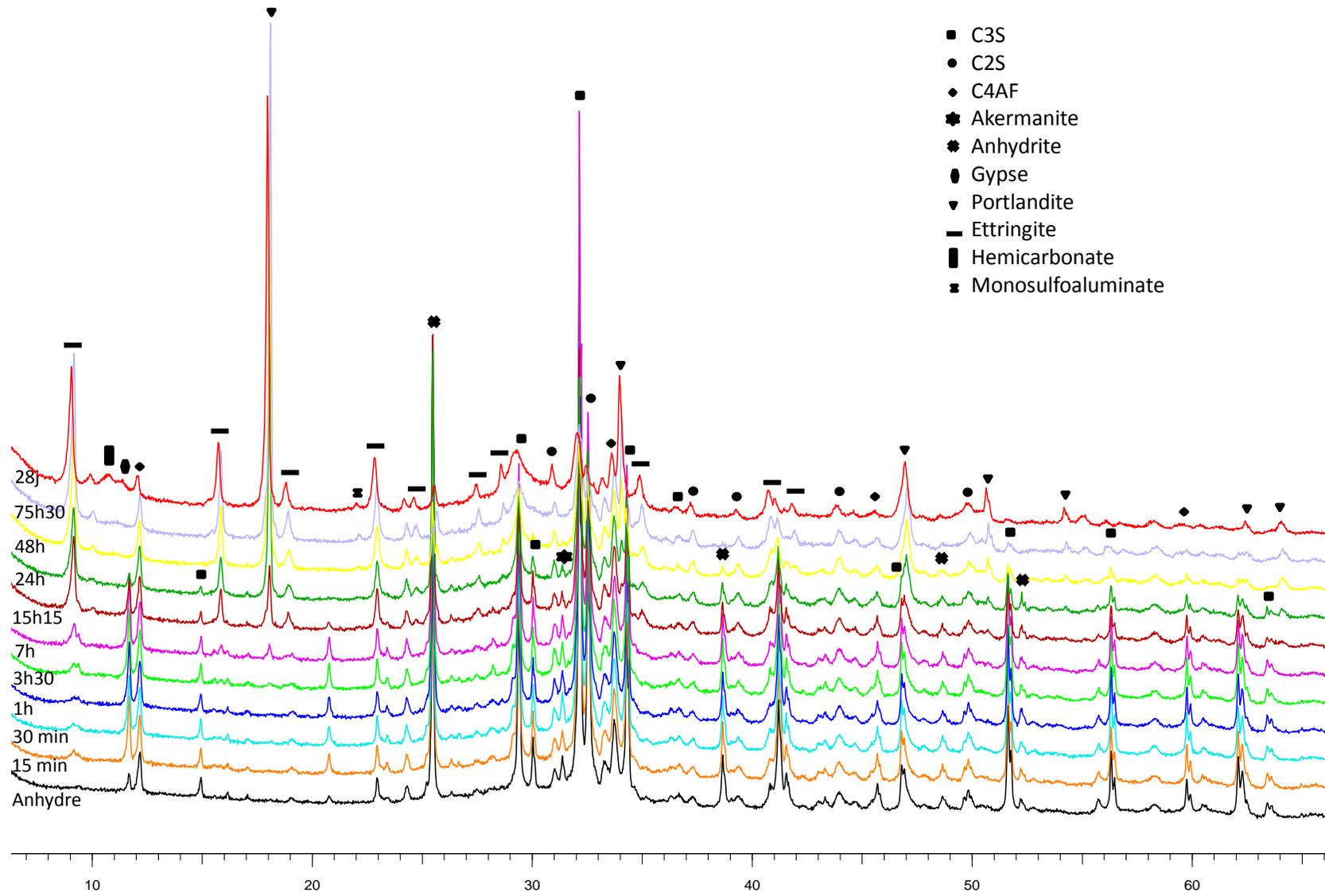


Figure E.3-2 : Scans DRX du ciment C3A-0\_42,5S\_5,85A\_12 anhydre et des arrêts d'hydratation de 15 minutes à 28 jours.

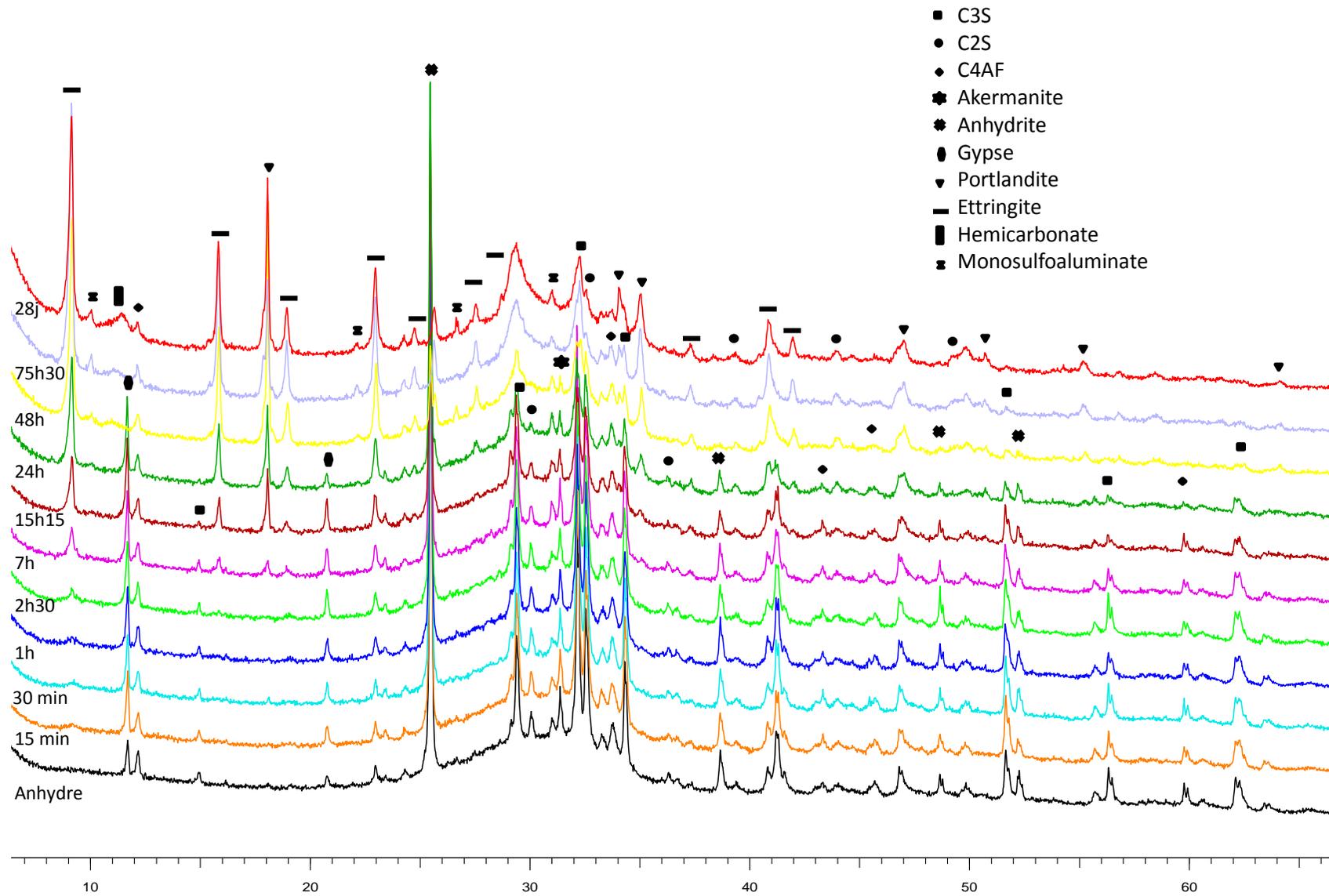


Figure E.3-3 : Scans DRX du ciment C3A-0\_80S\_5,85A\_12 anhydre et des arrêts d'hydratation de 15 minutes à 28 jours.

## ANNEXE F. FORMULATIONS DES BETONS

Dans le Tableau F-1 sont présentées les formulations réalisées pour l'étude expérimentale pour 1 m<sup>3</sup> de béton. A noter que la formulation 30, qui correspond au ciment C3 seul a été faite avec l'adjuvant Tempo 10.

Essai	0-4 (kg)	4-11 (kg)	11-22 (kg)	Ciment (kg)	Addition (kg)	Eau réseau (kg)	Adjuvant (g)
1	870,08	348,03	715,40	270,00	90,00	151,84	1,620
2	863,80	345,52	710,24	270,00	90,00	160,95	1,377
3	850,72	340,29	699,48	270,00	90,00	169,19	1,863
4	848,50	339,40	697,66	180,00	180,00	169,63	1,377
5	872,93	349,17	717,74	180,00	180,00	151,66	1,863
6	860,63	344,25	707,63	180,00	180,00	160,64	1,620
7	859,11	343,64	706,38	90,00	270,00	160,37	1,863
8	849,87	339,95	698,78	90,00	270,00	169,42	1,620
9	870,54	348,22	715,78	90,00	270,00	152,10	1,377
10	868,21	347,28	713,86	315,00	45,00	151,27	2,160
11	862,68	345,07	709,31	315,00	45,00	160,47	1,836
12	845,85	338,34	695,48	315,00	45,00	168,25	2,700
13	844,77	337,91	694,59	270,00	90,00	169,09	1,836
14	870,68	348,27	715,89	270,00	90,00	150,99	2,484
15	857,60	343,04	705,14	270,00	90,00	160,04	2,160
16	853,51	341,40	701,77	255,00	135,00	159,63	2,484
17	846,49	338,60	696,01	225,00	135,00	168,80	2,160
18	855,93	342,37	703,76	225,00	135,00	151,88	1,836
19	868,22	347,29	713,87	345,60	14,40	149,83	3,600
20	863,20	345,28	709,74	345,60	14,40	159,26	3,060
21	849,46	339,78	698,44	345,60	14,40	166,89	4,140
22	844,79	337,92	694,60	331,20	28,80	167,87	3,060
23	871,71	348,68	716,74	331,20	28,80	149,36	4,140
24	858,10	343,24	705,55	331,20	28,80	158,61	3,600
25	853,54	341,42	701,80	316,80	43,20	157,97	4,140
26	848,04	339,22	697,28	316,80	43,20	167,40	3,600
27	866,74	346,70	712,65	316,80	43,20	150,33	3,060
28	859,47	343,79	706,67	3600,00	0,00	161,16	1,080
29	862,27	344,91	708,98	360,00	0,00	160,14	3,240
30	865,41	346,16	711,56	360,00	0,00	160,21	2,160

Tableau F-1 : Formulations des bétons fabriqués pour 1 m<sup>3</sup>.

A noter que le béton avec le ciment C3 seul (formulation n° 30) a été adjuvanté avec du Tempo 10 de Sika et non le Polyheed 650 de BASF.



# ANNEXE G. MATERIAUX UTILISES POUR LE PLAN D'EXPERIENCE BETON

## G.1. ADDITIONS MINERALES

Dans les Tableau G-1 et Tableau G-2 sont respectivement présentées les compositions minéralogiques et chimiques du laitier, des cendres volantes et de la fumée de silice utilisées dans les bétons.

Phase	Laitier	Cendres volantes	Fumée de silice
Akermanite	0,5	-	-
Lime	-	0,4	-
Hematite	-	1,0	-
Mullite	-	7,8	-
Brookite	-	0,2	-
Corundum	-	1,1	-
Quartz	-	11,4	0,2
Cristobalite	-	-	2,1
Tridymite	-	-	5,0
Amorphes	99,5	76,9	92,8

Tableau G-1 : Composition minéralogique des trois additions utilisées dans les essais béton.

Oxyde	Laitier	Cendres volantes	Fumée de silice
SiO <sub>2</sub>	36,93	57,69	96,28
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10,82	21,75	0,58
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,48	7,10	0,08
CaO	42,65	3,82	1,00
MgO	6,49	2,29	0,19
SO <sub>3</sub>	0,06	0,58	0,20
K <sub>2</sub> O	0,26	2,54	0,46
Na <sub>2</sub> O	0,19	0,89	0,14
SrO	0,03	0,12	0,00
TiO <sub>2</sub>	0,81	0,92	0,00
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,02	0,48	0,06
MnO	0,19	0,10	0,01
Cl	-	-	-
Sulfures	0,77	0,00	0,00
PF 950 °C	-1,16	1,99	1,38

Tableau G-2 : Composition chimique des trois additions utilisées dans les essais béton.

Les Figure G-1, Figure G-2 et Figure G-3 présentent les courbes granulométriques du laitier, des cendres volantes et de la fumée de silice.

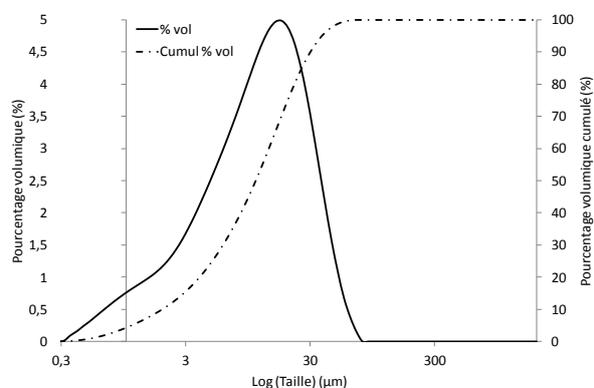


Figure G-1: Courbe granulométrique du laitier.

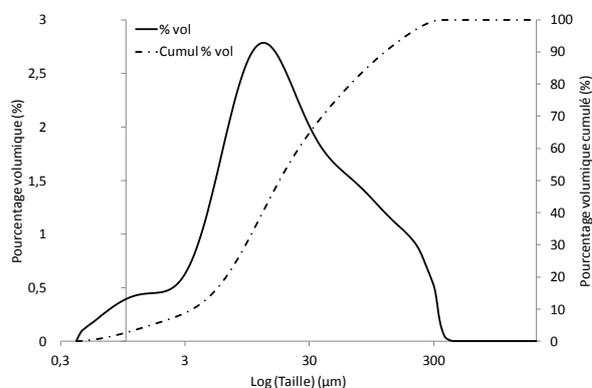


Figure G-2 : Courbe granulométrique des cendres volantes.

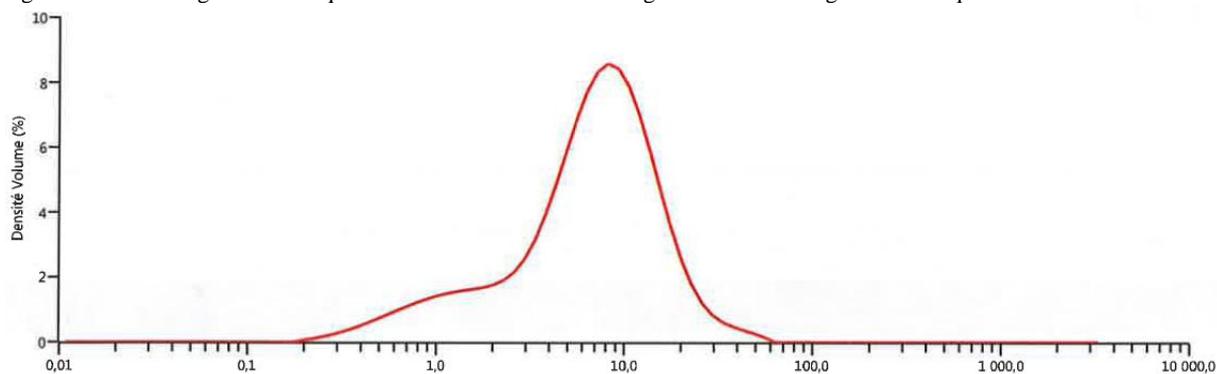


Figure G-3 : Courbe granulométrique de la fumée de silice.

Ci-après sont présentées les fiches techniques du laitier ECOCEM, des cendres volantes Carling et de la fumée de silice Condensil.

## 1. DEFINITION

Ecocem, le laitier granulé de haut fourneau moulu CE produit par ECOCEM France à Fos sur Mer (13), répond à la norme européenne **NF EN 15167-1**, 2006 : Laitier granulé de haut-fourneau moulu pour utilisation dans le béton, mortier et coulis - Partie 1 : définitions, exigences et critères de conformité.

Le certificat CE de constance des performances 1164-CPR-LGM001, a été renouvelé le 10 Janvier 2014, par le CERIB, organisme notifié n°1164.

Ecocem est un laitier moulu de classe A, suivant les distinctions faites dans la norme NF EN 206/CN, classe confirmée, en date du 28 Juin 2013, par le CERIB.

## 2. FABRICATION

Ecocem est produit par le séchage et le broyage du laitier granulé de haut-fourneau.

Le laitier granulé est obtenu par trempe à l'eau du laitier à la sortie des hauts-fourneaux de Fos sur Mer, au moyen de granulateur de nouvelle génération (INBA®).

Le taux de vitrification moyen obtenu est supérieur à 90% (mesure par diffraction de rayons X).

Ecocem est livré en vrac.

## 3. COMPOSITION CHIMIQUE (centésimale moyenne)

<b>CaO</b>	43,7	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,5	<b>Na<sub>2</sub>O</b>	0,25
<b>SiO<sub>2</sub></b>	37,4	<b>TiO<sub>2</sub></b>	0,6	<b>K<sub>2</sub>O</b>	0,36
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	10,8	<b>SO<sub>3</sub></b>	0,1	<b>Na<sub>2</sub>O éq.</b>	0,49
<b>MgO</b>	6,5	<b>S<sup>2-</sup></b>	0,8	<b>Cl<sup>-</sup></b>	0,01

Module chimique (CaO+MgO)/SiO<sub>2</sub> : > 1,25 (≥1,2 : classe A selon NF EN 206-1/CN)

## 4. CARACTERISTIQUES PHYSIQUES (valeurs indicatives représentatives)

FORMULATION		Résistances en Compression (MPa)			Indice d'activité			Temps de prise initial (min)
Ecocem	Ciment référence	7 jrs	28 jrs	90 jrs	7 jrs	28 jrs	90 jrs	
0%	100%	45	56	65	-			140
50%	50%	32	57	72	71%	102%	111%	165
<i>Limites de la Norme produit NF EN 15167-1</i>					≥ 45%	≥ 70%	-	< 2 × Tps Ciment
<i>Limites Classe A selon Norme NF EN 206/CN</i>					≥ 65%	≥ 85%	-	-

## 5. AUTRES CARACTERISTIQUES

Surface spécifique Blaine : 4450 ± 250 cm<sup>2</sup>/g  
 ≥ 2750 cm<sup>2</sup>/g : NF EN 15167-1  
 ≥ 4200 cm<sup>2</sup>/g : classe A selon NF EN 206/CN

Passant à 32 µm : ≥ 95%  
 Diamètre médian indicatif (d50) : 11µm

Indice [CIE L\*ab] avec CR410, L\* = 89,5 ± 2

Perte au feu (950°C) : < 1,5 %

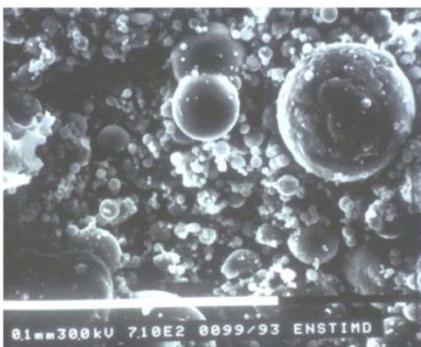
Humidité (100°C) : < 0,5%

Masse volumique (g/cm<sup>3</sup>) : 2,90 ± 0,03

Densité apparente : 0,8 ± 0,1

# SILICOLINE®

- Cendre volante silico-alumineuse certifiée EN 450.
- La Silicoline® est disponible sèche ou humide, en vrac ou conditionnée en big bag, et se transporte par camion-citerne pulvérisant ou par bateau.



ANALYSES PHYSIQUES			
Perte au feu	%	EN 196-2 à 950° 1 heure	2 à 7
Taux de carbone		NF P 10-694	
Masse Volumique apparente - en vrac			
sèche non tassée	t/m3		0,6 à 0,8
sèche tassée	t/m3		0,8 à 1,00
humide	t/m3		1,00 à 1,20
Masse Volumique réelle des grains	t/m3	EN 196-6	2,00 à 2,40
Masse Volumique absolue de la matière	t/m3		2,06 à 2,80
Granulométrie			
passants à 45 µm	%	EN 451-2 ou Alpine	65 à 75
passants à 80 µm	%	méthode Alpine	75 à 90
passants à 200 µm	%	méthode Alpine	96 à 99
passants à 315 µm	%	méthode Alpine	100
Blaine		g/cm2	2300 à > 5000
Indices d'activité			
			selon les cendres
28 j	%	EN 196-1	> 75 - > 80 - > 83
90 j	%	EN 196-1	> 85 - > 90 - > 95
ANALYSES CHIMIQUES			
SiO2	%	ICP ou FLUO X	50 à 55
Al2O3	%	ICP ou FLUO X	20 à 25
Fe2O3	%	ICP ou FLUO X	8,5
MgO	%	ICP ou FLUO X	3
MnO2	%	ICP ou FLUO X	0,5
CaO Total	%	ICP ou FLUO X	1 à 6
CaO Libre	%	EN 451-1	0,15 à 1
SO3	%	EN 196-2	0,3 à 2
TiO2	%	ICP ou FLUO X	1
Chlore T	%	EN 196-2	0,04
P2O5	%	ICP ou FLUO X	0,25
Na2O	%	ICP ou FLUO X	0,6
K2O	%	ICP ou FLUO X	0,8 à 4

## PROPRIETES POUZZOLANIQUES

### BETON

Selon la norme EN 196.1

Détermination résistances mécaniques

Indice activité à 28 jours en % = 75\* à > 90

Indice activité à 90 jours en % = 85\* à >100

\*minimum exigé par EN 450-1 2012

### ROUTE

Selon norme NF P 98 111

Essais de réactivité des cendres silico-alumineuses à la chaux.

Indice pouzzolanique :

à 60 jours MPa > 3.5 et à 360 jours MPa >10

## REGLEMENTATION

### CIMENT

Spécifications dans la norme NF P 15 301 et NF EN 197-1

### ROUTE

NF P 11 300

NF EN 14227-XX

EN 13282

Classification des sols

Mélanges traités aux liants hydrauliques

Liants hydrauliques routiers

### BETON

EN 450-1 2012

EN 450-2

EN 206-1

Cendres volantes pour béton, spécifications et critères de conformités

Cendres volantes pour béton, Evaluation de la conformité

Béton - Spécification - Performance

## CONTROLE QUALITE

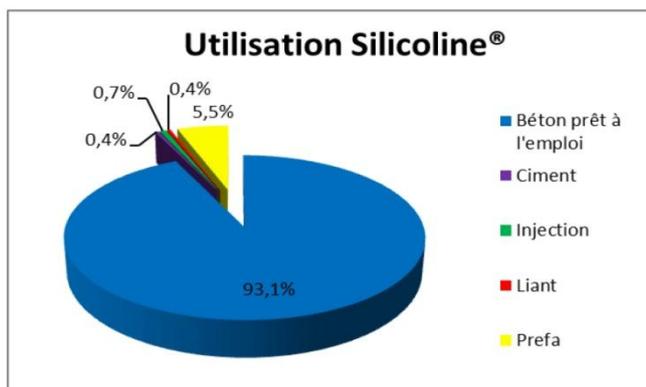
La Silicoline® fait l'objet d'un Manuel d'Assurance Qualité

## REFERENCES CHANTIERS

- Composant des ciments.
- Composant des bétons pour : préfabrication, bétons autoplaçants, bétons de chaussée.
- Corps de remblai : rocade de Pont à Mousson (54), A31 échangeur de Custines (54).
- Couche de forme traitée : liaison A31/RN4, aéroport de Louvigny (57), RN 61 Sarreguemines (57), usine Smart à Hambach (57).
- Couches de fondation ou de base tous trafics : RD 955 déviation Liocourt (57), RD 999 Ars Laquenexy (57), RD 400 Saint Nicolas de port (54), RD 910 Luppy Bechy (57).
- A 89 tunnels Chalosset, La Bussière, Le Violay.
- Terminal Méthanier à Dunkerque.
- Digue Monaco.
- Tour Odéon à MONACO.
- Métro Toulouse.
- Yacht club à Monaco.

## UTILISATIONS

- Béton
- Préfabrication
- Route
- Liants hydrauliques
- Coulis
- Divers



**Agence NORD**  
Unité séchage  
Rue du Bois  
59171 HORNAING  
03.27.21.82.18

**Agence EST**  
Centrale Emile Huchet  
ZI de Saint Avold  
57500 SAINT AVOLD  
03.87.84.73.10

**Agence SUD**  
Centrale de Provence  
BP 8  
13590 MEYREUIL  
04.42.58.30.32



**Notice technique**

**Edition 02.2016**

CONDENSIL® S95 DM

## CONDENSIL® S95 DM

Fumée de silice densifiée, addition pour bétons haute durabilité et hautes, très hautes et ultra hautes performances

**Conforme à la Norme NF EN 13263-1,2 : 2009, Marquage CE**

**N° d'enregistrement REACH 01-2119486866-17-0005**

**Code CAS 69012-64-2**

**Code EINECS 273-761-1**

<b>CARACTERISTIQUES GENERALES</b>	
<b>Présentation</b>	CONDENSIL® S95 DM est une fumée de silice ultrafine obtenue lors de la fabrication du silicium.
<b>Domaines d'application</b>	<p>La fumée de silice CONDENSIL® S95 DM permet de fabriquer des :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>■ Bétons à haute durabilité résistants en milieux agressifs :               <ul style="list-style-type: none"> <li>- domaines agricoles : ensilage, stockage d'engrais, aires de stabulation...</li> <li>- milieu industriel : industries chimiques et agro-alimentaires, sucreries, conserveries, laiteries, bacs de rétention...</li> <li>- stations-service : béton en contact d'huiles et de carburants</li> <li>- milieu marin : digue, aménagement portuaire ...</li> <li>- zone de montagne : présence d'eau pure, d'eau séléniteuse + gel dégel ou de sels de déverglaçage</li> <li>- stations d'épuration, égouts, caniveaux...</li> </ul> </li> <li>■ Bétons à hautes résistances (BHP, BTHP et BUHP)</li> <li>■ Bétons pompables</li> <li>■ Bétons projetés</li> </ul>
<b>Caractères généraux</b>	<p>CONDENSIL® S95 DM confère aux bétons les propriétés suivantes :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>■ améliore les performances mécaniques à long terme : résistances en compression, flexion et traction</li> <li>■ augmente le module d'élasticité</li> <li>■ réduit le fluage</li> <li>■ améliore la résistance à l'abrasion et à l'érosion</li> <li>■ améliore la durabilité en milieux agressifs</li> <li>■ diminue les risques d'expansion dus aux phénomènes d'alcali-réaction et de la réaction sulfatique interne (RSI)</li> <li>■ diminue la perméabilité aux gaz et aux liquides</li> <li>■ facilite le pompage de tous les bétons même peu dosés en ciment</li> <li>■ réduit le risque de ségrégation du béton</li> </ul>
<b>CARACTERISTIQUES TECHNIQUES</b>	
<b>Coloris</b>	Gris
<b>Conditionnement</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Vrac (toutes quantités jusqu'à 25 tonnes = <math>\approx 55 \text{ m}^3</math>)</li> <li>■ Big bag (<math>\approx 900 \text{ kg}</math>)</li> </ul>
<b>Stockage</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Vrac : silo étanche d'un volume suffisant et spécialement équipé (nous contacter).</li> <li>■ Big bag dans un local à l'abri de l'humidité.</li> </ul>
<b>Conservation</b>	En silo ou dans son emballage d'origine intact, le produit se conserve 3 ans.

<b>DONNEES TECHNIQUES</b>		
<b>EN 13263 – 1,2 : 2009*</b>		<b>Valeurs observées**</b>
Densité apparente	0.45 ± 0.1	0.45 ± 0.05
Densité réelle	2.24	
Surface spécifique BET (m <sup>2</sup> /g)	Entre 15 et 35	22 ± 2
Teneur en SiO <sub>2</sub>	≥ 85 %	95 % ± 2
Teneur en Si élémentaire	≤ 0.4 %	0.14 % ± 0.05
Teneur en Na <sub>2</sub> O équivalent	≤ 1.0 %	0.75 % ± 0.5
Teneur en SO <sub>3</sub>	≤ 2.0 %	0.35 % ± 0.50
Teneur en Cl <sup>-</sup>	≤ 0.1%	0.01 % ± 0.01
Indice d'activité à 28 j	≥ 100	≥ 105
Perte au feu	≤ 4.0 %	2 % ± 0.5
Teneur CaO	≤ 1.0%	0.8 % ± 0.1
* Valeurs contractuelles		** Valeurs non contractuelles
<b>CONDITIONS D'UTILISATION</b>		
<b>Consommation / Dosage</b>	Le dosage peut être compris entre 5 à 10 % du poids du ciment. Le dosage le plus courant est de 8 % du poids du ciment.	
<b>Mise en œuvre</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ <b>CONDENSIL<sup>®</sup> S95 DM</b> doit être pesé dans la bascule à ciment avec le ciment pour le vrac ou introduit avec le ciment.</li> <li>■ Afin d'obtenir toutes les performances de <b>CONDENSIL<sup>®</sup> S95 DM</b>, il est indispensable de défloculer complètement les micro-particules de silice. Pour cela, <b>CONDENSIL<sup>®</sup> S95 DM</b> doit être systématiquement associé avec un superplastifiant, haut réducteur d'eau.</li> </ul>	
<b>Précautions d'emploi</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ L'emploi d'un masque est obligatoire lors de son utilisation</li> <li>■ Fiche de données de sécurité fournie sur demande.</li> </ul>	
<b>Mentions légales</b>	<p><b>Produit réservé à un usage strictement professionnel. Nos produits bénéficient d'une assurance de responsabilité civile.</b></p> <p>«Les informations sur la présente notice et, en particulier, les recommandations relatives à l'utilisation finale des produits sont fournies en toute bonne foi et se fondent sur la connaissance et l'expérience que la Société CONDENSIL a acquises à ce jour de ses produits lorsqu'ils ont été convenablement stockés, manipulés et utilisés dans des conditions normales. En pratique, les différences entre matériaux et conditions spécifiques sur site sont telles que ces informations ou toute recommandation écrite ou conseil donné n'impliquent aucune garantie de qualité marchande autre que la garantie légale contre les vices cachés. Nous sommes à votre disposition pour toute précision complémentaire. Notre responsabilité ne saurait d'aucune manière être engagée dans l'hypothèse d'une utilisation non conforme à nos renseignements. Toutes les commandes sont acceptées sous réserve de nos Conditions de Vente et de Livraison en vigueur. Les utilisateurs doivent impérativement consulter la version la plus récente de la fiche technique correspondant au produit concerné, qui leur sera remise sur demande».</p>	



**CONDENSIL**  
**265 RUE DES EPINETTES**  
**ZONE DES LANDIERS NORD**  
**73000 CHAMBERY**

Tél. 00 33 4 79 62 74 03  
Fax 00 33 4 79 96 35 94  
E-mail [condensil@vicat.fr](mailto:condensil@vicat.fr)

## **G.2. ADJUVANTS**

Ci-après sont présentées les fiches techniques des deux adjuvants utilisés pour les bétons : le Polyheed 650 de BASF et le Tempo 10 de Sika.

# MasterPolyheed 650

## Plastifiant réducteur d'eau pour béton

### Description

Le MasterPolyheed 650 est un adjuvant non chloré à base d'un nouveau type d'éther polycarboxylique modifié. Cet adjuvant a été développé pour l'industrie du béton prêt à l'emploi où haute qualité de béton frais, durabilité et performances mécaniques élevées sont requises.

### Particularités du MasterPolyheed 650

Le MasterPolyheed 650 se différencie des plastifiants traditionnels par sa rapidité d'action qui améliore de façon très significative la défloculation du ciment. Cette nouvelle structure chimique agit également sur la dispersion des particules fines du béton ce qui permet d'améliorer son aspect à l'état frais.

De plus, la formulation innovante et originale du MasterPolyheed 650 lui confère une grande robustesse vis à vis des variations des autres constituants du béton.

### Domaines d'application

Le MasterPolyheed 650 est recommandé pour la fabrication de béton plastique S2 à fluide S4 nécessitant un long maintien de maniabilité couplé à des performances mécaniques élevées.

Le MasterPolyheed 650 est donc adapté à l'industrie du béton prêt à l'emploi.

Le MasterPolyheed 650 peut être utilisé pour la réalisation des bétons suivants :

- Béton prêt à l'emploi selon la norme NF EN 206-1/CN
- Béton utilisant des granulats réputés difficiles
- Béton pompé
- Béton architectonique

### Propriétés

Le MasterPolyheed 650 apporte les avantages suivants :

- Grande robustesse vis-à-vis des variations des composants du béton
- Long maintien de maniabilité
- Amélioration des résistances à 28 jours
- Amélioration de l'aspect du béton frais
- Bonne réactivité avec les ciments recomposés

### Mode d'emploi

L'effet optimal est obtenu par incorporation du MasterPolyheed 650 dans le béton en différé, c'est-à-dire après l'addition de 70 % de l'eau de gâchage dans le malaxeur.

Toutefois, il est possible d'incorporer le MasterPolyheed 650 dans l'eau de gâchage.

Eviter d'ajouter le MasterPolyheed 650 directement sur les granulats.

### Compatibilité

Le MasterPolyheed 650 est compatible avec la majorité des ciments.

Pour une utilisation en synergie avec un autre adjuvant de la gamme Master Builders Solutions, consultez votre Agent local BASF France - Division Construction Chemicals.

### Dosage

Plage normale d'utilisation

0,2 à 2,0 % du poids du ciment, soit de 0,18 L à 1,82 L pour 100 kg de ciment.

La plage courante d'utilisation pour des bétons traditionnels de consistance S3 est de 0.4% à 0.8% du poids de ciment. Au delà de cette plage et du champ d'application du MasterPolyheed 650, en fonction de la formulation du béton et des conditions de coulage, un retard de prise est possible. Nous vous conseillons d'effectuer des essais préalables.

Pour d'autres utilisations, consultez votre Agent local BASF France - Division Construction Chemicals.

# MasterPolyheed 650



## Conditionnement

Le Master Polyheed 650 est disponible en bidon de 10 L, fût de 210 L et container de 1.000 L

## Durée de vie

Le MasterPolyheed 650 a une durée de vie de 12 mois à compter de sa date de fabrication.

## Stockage

Le Master Polyheed 650 doit être stocké à une température supérieure à + 5° C.

## Précaution d'emploi

Consulter la Fiche de Données de Sécurité.

## Caractéristiques

Aspect	Liquide
Couleur	Brun
Masse volumique	1,10 ± 0,03 g/cm <sup>3</sup>
pH (MA 003)	5,75 ± 1,75
Teneur en chlorures	< 0,1 %
Extrait sec EN 480-8	27,7 % ± 1,3
Na <sub>2</sub> O eq	≤ 3 %
Transport	Non classé
Etiquetage	Pas de symbole exigé

BASF France SAS - Division Construction Chemicals a couvert sa responsabilité civile tant en exploitation qu'après livraison de ses produits par une police d'assurance souscrite auprès de la Compagnie HDI Gerling France. Les garanties de cette police sont complétées par la police "parapluie" responsabilité civile du Groupe souscrite auprès de la société d'assurances HDI Gerling Allemagne.

**BASF France SAS - Division Construction Chemicals**  
Z.I. Petite Montagne Sud - 10, Rue des Cévennes - Lisses - 91017 Evry Cedex  
Tél : 01 69 47 50 00 Fax : 01 60 86 06 32 www.master-builders-solutions.basf.com

Nos fiches techniques ont pour objectif de vous conseiller d'après nos connaissances les plus récentes, nous nous réservons donc le droit de modifier à tout moment le contenu de celles-ci.

L'emploi des produits doit être adapté aux conditions spécifiques à chaque situation. Pour toute précision complémentaire, nous vous conseillons de prendre contact avec l'une de nos agences BASF France SAS - Division Construction France.

Conformément à la réglementation en vigueur, nos Fiches de Données de Sécurité (FDS) sont transmises automatiquement (par courrier postal ou électronique) aux clients livrés. En dehors de cette situation, contacter votre chargé de Clientèle pour tout autre besoin de FDS.

## SIKA® VISCOCRETE® TEMPO 10

Superplastifiant/Haut réducteur d'eau de nouvelle génération polyvalent.



Conforme à la Norme NF EN 934-2 Tab. 3.1 et 3.2.

<b>Présentation</b>	SIKA VISCOCRETE TEMPO 10 est un superplastifiant/haut réducteur d'eau polyvalent de nouvelle génération non chloré, à base de copolymère acrylique.
<b>Domaines d'application</b>	<p>SIKA VISCOCRETE TEMPO 10 convient pour la confection de béton en préfabrication, béton sur chantier et béton prêt à l'emploi. SIKA VISCOCRETE TEMPO 10 est utilisé pour béton en cas de temps de transport ou délai de mise en œuvre prolongés.</p> <p>SIKA VISCOCRETE TEMPO 10 permet la fabrication de :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>■ Bétons plastiques à très fluides,</li> <li>■ Bétons à faibles rapports E/C avec ou sans fumée de silice,</li> <li>■ Bétons avec réduction d'eau maximale (jusqu'à 30 %)</li> <li>■ Bétons avec air entraîné</li> </ul>
<b>Caractères généraux</b>	<p>SIKA VISCOCRETE TEMPO 10 combine plusieurs mécanismes d'action. Par adsorption à la surface et le cloisonnement des fines pendant le processus d'hydratation les propriétés suivantes sont atteintes:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>■ Réduction d'eau extrêmement importante (donc étanchéité et résistances élevées)</li> <li>■ Fluidité élevée (donc moins de travail pour la mise en œuvre et le compactage)</li> <li>■ Evolution plus rapide des résistances à court terme</li> <li>■ Etanchéité fortement améliorée</li> <li>■ Meilleures caractéristiques de fluage et de retrait</li> <li>■ Carbonatation du béton ralentie</li> </ul> <p>SIKA VISCOCRETE TEMPO 10 ne contient ni chlorures ni autres substances susceptibles de provoquer ou de favoriser la corrosion de l'acier, et peut donc être utilisé sans restrictions pour la construction d'ouvrages en béton armé et précontraint.</p>
<b>Caractéristiques</b>	
<b>Aspect</b>	Liquide brun clair
<b>Conditionnement</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Bidon de 14 litres</li> <li>■ Fût de 230 kg</li> <li>■ Container perdu de 1000 litres</li> <li>■ Vrac</li> </ul>



<b>Stockage</b>	A l'abri du gel. En cas de gel accidentel, le produit retrouve ses qualités d'origine une fois dégelé lentement et réhomogénéisé.
<b>Conservation</b>	12 mois dans son emballage d'origine intact
<b>Données techniques</b>	
<b>densité</b>	1,060 ± 0,020
<b>pH</b>	4,0 ± 1,0
<b>Extrait sec</b>	30 ± 1,5 % (NF EN 480-8) 29,5 ± 1,4% (méthode halogène selon NF 085)
<b>Teneur en Cl<sup>-</sup></b>	≤ 0,1 %
<b>Teneur en Na<sub>2</sub>O<sub>éq</sub></b>	≤ 1 %
<b>Conditions d'application</b>	
<b>Dosage</b>	<b>Plage de dosage :</b> 0,1 à 5,0% du poids du liant ou du ciment selon la fluidité et les performances recherchées
<b>Mise en œuvre</b>	
<b>Préparation du mélange</b>	SIKA VISCOCRETE TEMPO 10 est ajouté, soit, en même temps que l'eau de gâchage, soit en différé dans le béton préalablement mouillé avec une fraction de l'eau de gâchage.
<b>Précautions d'emploi</b>	En cas de contact avec la peau, laver abondamment à l'eau. Consulter la fiche de données de sécurité sur Internet <a href="http://www.sika.fr">www.sika.fr</a>
<b>Mentions légales</b>	Produit réservé à un usage strictement professionnel Nos produits bénéficient d'une assurance de responsabilité civile. «Les informations sur la présente notice, et en particulier les recommandations relatives à l'application et à l'utilisation finale des produits SIKA, sont fournies en toute bonne foi et se fondent sur la connaissance et l'expérience que la Société SIKA@a acquises à ce jour de ses produits lorsqu'ils ont été convenablement stockés, manipulés et appliqués dans des conditions normales. En pratique, les différences entre matériaux, substrats et conditions spécifiques sur site sont telles que ces informations ou toute recommandation écrite ou conseil donné n'impliquent aucune garantie de qualité marchande autre que la garantie légale contre les vices cachés. Nos agences sont à votre disposition pour toute précision complémentaire. Notre responsabilité ne saurait d'aucune manière être engagée dans l'hypothèse d'une application non conforme à nos renseignements. Les droits de propriété détenus par des tiers doivent impérativement être respectés. Toutes les commandes sont acceptées sous réserve de nos Conditions de Vente et de Livraison en vigueur. Les utilisateurs doivent impérativement consulter la version la plus récente de la notice correspondant au produit concerné, qui leur sera remise sur demande.»



SIKA France S.A.  
84, rue Edouard Vaillant – BP 104  
93351 Le Bourget Cedex  
France

Tel. : 01 49 92 80 00  
Fax : 01 49 92 80 21  
[www.sika.fr](http://www.sika.fr)

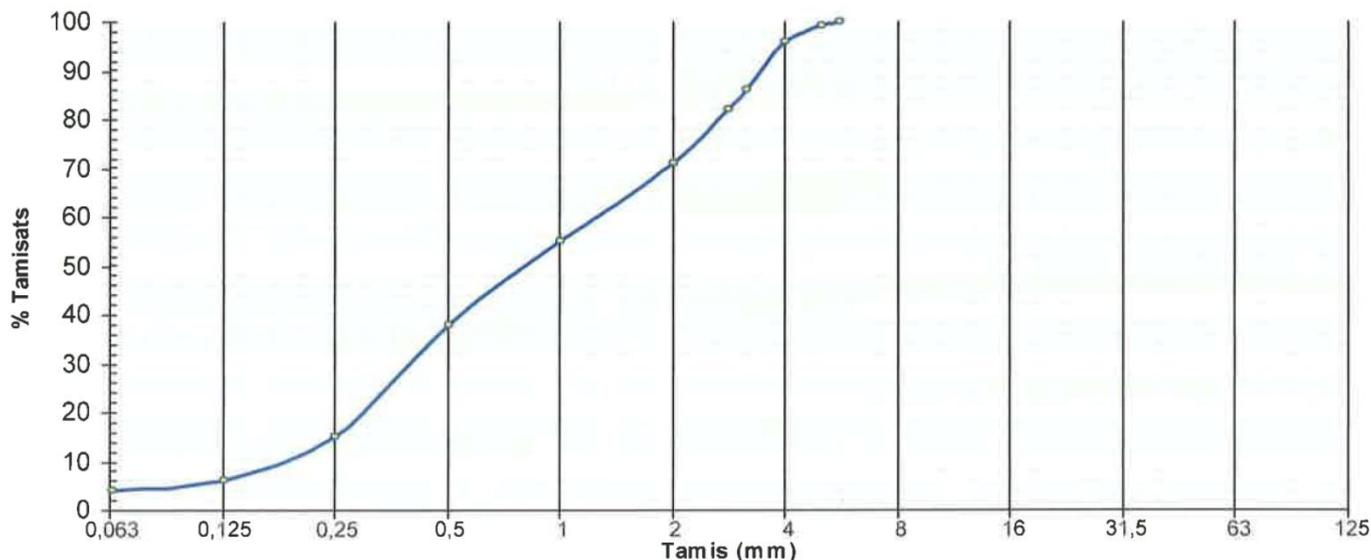
Organisme de certification :  
AFNOR CERTIFICATION  
11, avenue Francis de Pressensé  
93571 Saint-Denis La Plaine cedex  
France

### **G.3. GRANULATS**

Ci-après sont présentés les rapports d'analyses faites sur le sable 0/4 et les granulats 4/11 et 11/22 de la carrière de Saint Jean le Vieux.

## Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-171 (Sable 0/4 SCL (143017))

Objet		Analyse granulométrique (NF EN 933-1) *						
Donneur d'ordre	VICAT	Tamis (mm)	Fuseau de référence (%min)	Fuseau de référence (%min)	Tamisats (%)	Fuseau de référence (%max)	Fuseau de référence (%max)	Niveau
Affaire	15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)	0,063			3,9			
Installation de traitement	Carrière de St Jean le Vieux	0,125			6			
<b>Prélèvement de l'échantillon</b>		0,250			15			
Nature	Sable 0/4 SCL (143017)	0,500			38			
Date de prélèvement	05/04/2016	1,000			55			
Lieu	Carrière de St Jean le Vieux	2,000			71			
Sté / Opérateur	SIGMA BETON Recherche Développement	2,800			82			
Mode opératoire	Par pelle sur stock	3,150			86			
Origine des matériaux	Carrière de St Jean le Vieux	4,000			96			
<b>Préparation</b>		5,000			99			
Mode opératoire	Par quartage à plat	5,600			100			
Date de réception	06/04/2016							
Procédé d'analyse	Essai réalisé par lavage et tamisage							
<b>Autres essais</b>		min*	Résultats	max*	Niveau			
Teneur en eau : W (%) -			2,3					
Teneur en fines : f (%) (NF EN 933-1) *			3,9					
Module de finesse : FM (NF EN 12620+A1)			3,19					
Valeur de bleu : MB (g/1000g) (NF EN 933-9 - Août 99) *			0,5					



Logiciel Granulats IDA Granulats - v4.38.293b - 121019 - Data 0.54-121004

L'accréditation par le COFRAC atteste de la compétence des laboratoires pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole \*.

A été réalisé à IDA Granulats, le 03/05/16  
Essai réalisé par  
Pierrick MONIN *Monin*  
Le Responsable de laboratoire  
Pierre-Antoine BONIN

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte 1 page(s).  
L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole \*.  
Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :

n'ont pas été demandés par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiqués dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

**Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-171 (Sable 0/4 SCL (143017))**  
**Valeur de bleu \***

Norme NF EN 933-9 - Août 1999

Nature	<b>Sable 0/4 SCL (143017)</b>	Date de prélèvement	<b>05/04/2016</b>
Installation de traitement	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>	Prélevé par	<b>SIGMA BETON Recherche Développement</b>
Donneur d'ordre	<b>VICAT</b>	Lieu de prélèvement	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>
Origine des matériaux	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>	Date de réception	<b>06/04/2016</b>
Nro d'affaire	<b>15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)</b>	Date d'essai	<b>02/05/2016</b>
Nro d'échantillon	<b>16 IAG 04-171</b>	Technicien	<b>Pierrick MONIN</b>

**Principe** La valeur de bleu d'un sable ou d'une grave (MB) constitue un paramètre d'identification qui mesure globalement la quantité et l'activité de la fraction argileuse. L'essai consiste à mesurer par dosage la quantité de bleu de méthylène pouvant s'adsorber sur la fraction 0/2. Le dosage s'effectue en ajoutant successivement différentes quantités de bleu de méthylène et en contrôlant l'adsorption après chaque ajout.  
Pour ce faire, on prélève une goutte de la suspension que l'on dépose sur un papier filtre, ce qui provoque la création d'une tâche. L'adsorption maximale est atteinte lorsqu'une auréole bleu clair persistante se produit à la périphérie de la tâche.

**Grandeurs mesurées au cours de l'essai**

Masse sèche de l'échantillon 0/2 constituant la prise d'essai (g)	M1 =	200
Quantité totale de la solution de bleu ajoutée (cm³)	V1 =	10
Volume de la solution adsorbée par la kaolinite (cm³)	V' =	0

**Expression des résultats**

Masse sèche de la prise d'essai (g)	M1 =	200
-------------------------------------	------	-----

**Valeur de bleu de méthylène**

$$MB = \frac{V_1 - V'}{M_1} \times 10$$

**MB = 0,5**

(le résultat est exprimé en gramme de bleu pour 1000g de sol sec)

A été réalisé à IDA Granulats, le 02/05/16  
Essai réalisé par  
Pierrick MONIN  
Le Responsable de laboratoire  
Pierre-Antoine BONIN



La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte ... page(s).  
L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole\*.  
Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :  
 n'ont pas été demandés par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

**Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-171 (Sable 0/4 SCL (143017))**  
**Friabilité des sables**

Norme P 18-576 - Décembre 1990

Nature	<b>Sable 0/4 SCL (143017)</b>	Date de prélèvement	<b>05/04/2016</b>
Installation de traitement	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>	Prélevé par	<b>SIGMA BETON Recherche Développement</b>
Donneur d'ordre	<b>VICAT</b>	Lieu de prélèvement	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>
Origine des matériaux	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>	Date de réception	<b>06/04/2016</b>
Nro d'affaire	<b>15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)</b>	Date d'essai	<b>04/05/2016</b>
Nro d'échantillon	<b>16 IAG 04-171</b>	Technicien	<b>Maxime FREGIERE</b>

**Principe** L'essai consiste à mesurer l'évolution granulométrique des sables produite par fragmentation dans un cylindre en rotation à l'aide d'une charge en présence d'eau.  
 Les éléments fins du sable, inférieurs à 0.2 mm, ne sont pas étudiés.  
 La masse de la charge abrasive est de 2500 g quelque soit la classe granulaire.

Spécifications	Essai
Masse de l'échantillon (g) M = 500 g ± 2	M = 500,0
Classe granulaire 0,2 / 2 mm 0,2 / 4 mm	Classe = 0,2 / 2 mm
Masse de charge abrasive (g) M = 2500 g ± 4	Masse = 2 500,0
Masse de refus au tamis de contrôle de 0,1 mm (g)	m' = 390,6

**Coefficient de friabilité des sables**

$$FS = 100 \times \frac{500 - m'}{500}$$

**FS = 22**

A été réalisé à IDA Granulats, le 04/05/16

Essai réalisé par

Maxime FREGIERE 

Le Responsable de laboratoire

Pierre-Antoine BONIN 

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte <sup>1</sup> page(s).  
 L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole\*.  
 Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :  
 n'ont pas été demandés par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiqués dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

**Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-171 (Sable 0/4 SCL (143017))**  
**Masse volumique réelle \***  
Norme NF EN 1097-6 - Article 9

Nature	<b>Sable 0/4 SCL (143017)</b>	Date de prélèvement	<b>05/04/2016</b>
Installation de traitement	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>	Prélevé par	<b>SIGMA BETON Recherche Développement</b>
Donneur d'ordre	<b>VICAT</b>	Lieu de prélèvement	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>
Origine des matériaux	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>	Date de réception	<b>06/04/2016</b>
Nro d'affaire	<b>15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)</b>	Date d'essai	<b>04/05/2016</b>
Nro d'échantillon	<b>16 IAG 04-171</b>	Technicien	<b>François DESCHEEMACKER</b>

**Principe** La masse volumique réelle est définie comme le rapport entre la masse de l'échantillon séché et le volume qu'il occupe dans l'eau, y compris les pores fermés et ceux accessibles à l'eau.

Spécifications	Expression des résultats
Masse de l'échantillon saturé en eau - Pesée dans l'air (g) Après immersion	M1 = 969,8
Masse du pycnomètre contenant les granulats saturés (g) Après immersion	M2 = 3 919,8
Masse du pycnomètre rempli d'eau uniquement (g)	M3 = 3 310,0
Masse sèche de l'échantillon - Pesée à l'air (g) Après séchage	M4 = 964,1
Température de la prise d'essai dans l'eau (°C)	Δ = 22,3

**Masse volumique réelle**

$$\rho_{rd} = \rho_w \cdot \frac{M_4}{M_1 - (M_2 - M_3)}$$

**prd = 2,67 Mg/m<sup>3</sup>**

A été réalisé à IDA Granulats, le 04/05/16

Essai réalisé par

François DESCHEEMACKER

Le Responsable de la section granulats

Bertrand CHORIER

*F. Terreaux*

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte 1 page(s).  
L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole\*.  
Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :  
 n'ont pas été demandées par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

**Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-171 (Sable 0/4 SCL (143017))**  
**Coefficient d'absorption d'eau \***  
Norme NF EN 1097-6 - Article 9

Nature	Sable 0/4 SCL (143017)	Date de prélèvement	05/04/2016
Installation de traitement	Carrière de St Jean le Vieux	Prélevé par	SIGMA BETON Recherche Développement
Donneur d'ordre	VICAT	Lieu de prélèvement	Carrière de St Jean le Vieux
Origine des matériaux	Carrière de St Jean le Vieux	Date de réception	06/04/2016
Nro d'affaire	15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)	Date d'essai	04/05/2016
Nro d'échantillon	16 IAG 04-171	Technicien	François DESCHEEMACKER

**Principe** Le coefficient d'absorption d'eau est défini comme le rapport de l'augmentation de masse d'un échantillon de granulats à sa masse sèche, après passage à l'étuve, du fait de la pénétration de l'eau dans les pores accessibles à l'eau. Cette imbibition partielle est obtenue par immersion de l'échantillon dans l'eau pendant 24 heures à 22°C à la pression atmosphérique.

Spécifications	Expression des résultats
Masse de l'échantillon saturé en eau - Pesée dans l'air (g) Après immersion	M1 = 1 189,8
Masse sèche de l'échantillon - Pesée à l'air (g) Après séchage	M4 = 1 180,2

**Coefficient d'absorption d'eau**

$$WA_{24} = 100 \times \frac{M_1 - M_4}{M_4}$$

**WA24 = 0,8 %**

Essai réalisé sur la fraction 0/D (fines incluses) conformément au renvoi (1) du tableau 54 de la NF P 18-545

A été réalisé à IDA Granulats, le 04/05/16  
Essai réalisé par  
François DESCHEEMACKER  
Le Responsable de la section granulats  
Bertrand CHORIER *F. Descheemacker*

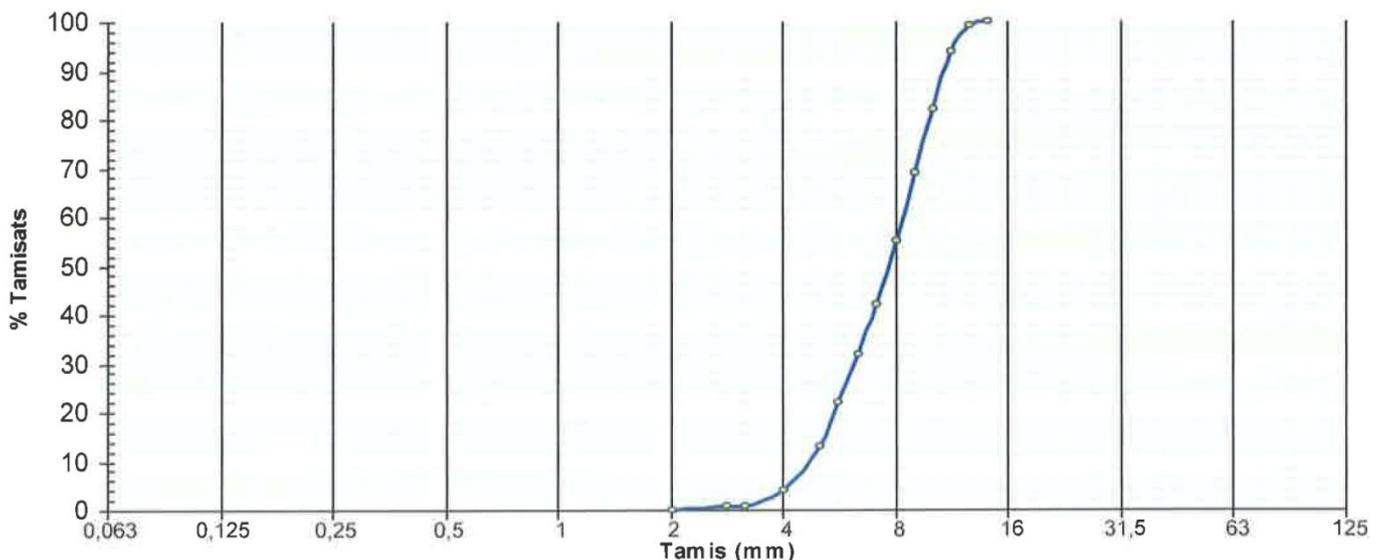
*B*

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte 1 page(s).  
L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole\*.  
Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :  
 n'ont pas été demandées par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

## Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-172 (Gravillon 4/11,2 SCL (263017))

Objet		Analyse granulométrique (NF EN 933-1) *					
Donneur d'ordre	VICAT	Tamis (mm)	Fuseau de référence (%min)	Fuseau de référence (%min)	Tamisats (%)	Fuseau de référence (%max)	Niveau
Affaire	15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)	0,063			0,1		
Installation de traitement	Carrière de St Jean le Vieux	2,000			0		
<b>Prélèvement de l'échantillon</b>		2,800			1		
Nature	Gravillon 4/11,2 SCL (263017)	3,150			1		
Date de prélèvement	05/04/2016	4,000			4		
Lieu	Carrière de St Jean le Vieux	5,000			13		
Sté / Opérateur	SIGMA BETON Recherche Développement	5,600			22		
Mode opératoire	Par pelle sur stock	6,300			32		
Origine des matériaux	Carrière de St Jean le Vieux	7,100			42		
<b>Préparation</b>		8,000			55		
Mode opératoire	Par quartage à plat	9,000			69		
Date de réception	06/04/2016	10,000			82		
Procédé d'analyse	Essai réalisé par lavage et tamisage	11,200			94		
<b>Autres essais</b>		12,500			99		
		14,000			100		
			min <sup>2</sup>	Résultats	max <sup>2</sup>	Niveau	
	Teneur en eau : W (%) -			0,2			
	Teneur en fines : f (%) (NF EN 933-1) *			0,1			



Logiciel Granulats IDA Granulats - v4.38.293b - 121019 - Date 0 54-121004

L'accréditation par le COFRAC atteste de la compétence des laboratoires pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole \*.

A été réalisé à IDA Granulats, le 03/05/16

Essai réalisé par

Pierrick MONIN *Monin*

Le Responsable de laboratoire

Pierre-Antoine BONIN

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte *A* page(s).  
L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole \*.  
Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :

n'ont pas été demandées par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

**Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-172 (Gravillon 4/11,2 SCL (263017))**  
**Résistance aux chocs - Los Angeles \***

Norme NF EN 1097-2 - Juin 2010

Nature	<b>Gravillon 4/11,2 SCL (263017)</b>	Date de prélèvement	<b>05/04/2016</b>
Installation de traitement	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>	Prélevé par	<b>SIGMA BETON Recherche Développement</b>
Donneur d'ordre	<b>VICAT</b>	Lieu de prélèvement	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>
Origine des matériaux	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>	Date de réception	<b>06/04/2016</b>
Nro d'affaire	<b>15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)</b>	Date d'essai	<b>04/05/2016</b>
Nro d'échantillon	<b>16 IAG 04-172</b>	Technicien	<b>Maxime FREGIERE</b>

Principe L'essai consiste à mesurer la quantité d'éléments inférieurs à 1.6 mm produite en soumettant le matériaux aux chocs de boulets normalisés dans la machine Los Angeles.  
La granularité du matériaux soumis à l'essai est préconisé pour la classe 10/14.  
La masse de la charge de boulets varie suivant les classes granulaires.

Spécifications	Essai														
Masse de l'échantillon (g) M = 5000 g ± 5	M = 5 000,1														
Classe granulaire 4 / 6,3 mm - 4 / 8 mm - 6,3 / 10 mm - 8 / 11,2 mm - 11,2 / 16 mm 10 / 14 mm	Classe = 6,3 / 10 mm														
Nombre de boulets <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>classe granulaire</th> <th>nombre de boulets</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>4 / 6,3 mm</td><td>7</td></tr> <tr><td>4 / 8 mm</td><td>8</td></tr> <tr><td>6,3 / 10 mm</td><td>9</td></tr> <tr><td>8 / 11,2 mm</td><td>10</td></tr> <tr><td>10 / 14 mm</td><td>11</td></tr> <tr><td>11,2 / 16 mm</td><td>12</td></tr> </tbody> </table>	classe granulaire	nombre de boulets	4 / 6,3 mm	7	4 / 8 mm	8	6,3 / 10 mm	9	8 / 11,2 mm	10	10 / 14 mm	11	11,2 / 16 mm	12	Nombre = 9
classe granulaire	nombre de boulets														
4 / 6,3 mm	7														
4 / 8 mm	8														
6,3 / 10 mm	9														
8 / 11,2 mm	10														
10 / 14 mm	11														
11,2 / 16 mm	12														
Rotation du tambour 4 / 8 - 6,3 / 10 - 8 / 11,2 - 10 / 14 - 11,2 / 16 mm : 500 tours	Tours = 500														
Masse du refus au tamis de contrôle (g)	m = 3 878,2														

**Résultat Los Angeles**

$$LA = \frac{5000 - m}{50}$$

**LA = 22**

A été réalisé à IDA Granulats, le 04/05/16

Essai réalisé par

Maxime FREGIERE

Le Responsable de laboratoire

Pierre-Antoine BONIN

F. TIRREVEL

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte ..... page(s).  
L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole\*.  
Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :

n'ont pas été demandées par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

**Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-172 (Gravillon 4/11,2 SCL (263017))**  
**Masse volumique réelle \***  
Norme NF EN 1097-6 - Article 8

Nature	Gravillon 4/11,2 SCL (263017)	Date de prélèvement	05/04/2016
Installation de traitement	Carrière de St Jean le Vieux	Prélevé par	SIGMA BETON Recherche Développement
Donneur d'ordre	VICAT	Lieu de prélèvement	Carrière de St Jean le Vieux
Origine des matériaux	Carrière de St Jean le Vieux	Date de réception	06/04/2016
Nro d'affaire	15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)	Date d'essai	04/05/2016
Nro d'échantillon	16 IAG 04-172	Technicien	François DESCHEEMACKER

**Principe** La masse volumique réelle est définie comme le rapport entre la masse de l'échantillon séché et le volume qu'il occupe dans l'eau, y compris les pores fermés et ceux accessibles à l'eau.

Spécifications	Expression des résultats
Masse de l'échantillon saturé en eau - Pesée dans l'air (g) Après immersion	M1 = 1 485,1
Masse du pycnomètre contenant les granulats saturés (g) Après immersion	M2 = 4 248,8
Masse du pycnomètre rempli d'eau uniquement (g)	M3 = 3 324,0
Masse sèche de l'échantillon - Pesée à l'air (g) Après séchage	M4 = 1 473,5
Température de la prise d'essai dans l'eau (°C)	Δ = 22,3

**Masse volumique réelle**

$$\rho_{rd} = \rho_w \cdot \frac{M_4}{M_1 - (M_2 - M_3)}$$

**prd = 2,62 Mg/m<sup>3</sup>**

A été réalisé à IDA Granulats, le 04/05/16

Essai réalisé par

François DESCHEEMACKER

Le Responsable de la section granulats

Bertrand CHORIER

F. JEZEQUEL

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte 1 page(s).  
L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole\*.  
Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :

n'ont pas été demandées par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

**Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-172 (Gravillon 4/11,2 SCL (263017))**  
**Coefficient d'absorption d'eau \***  
 Norme NF EN 1097-6 - Article 8

Nature	Gravillon 4/11,2 SCL (263017)	Date de prélèvement	05/04/2016
Installation de traitement	Carrière de St Jean le Vieux	Prélevé par	SIGMA BETON Recherche Développement
Donneur d'ordre	VICAT	Lieu de prélèvement	Carrière de St Jean le Vieux
Origine des matériaux	Carrière de St Jean le Vieux	Date de réception	06/04/2016
Nro d'affaire	15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)	Date d'essai	04/05/2016
Nro d'échantillon	16 IAG 04-172	Technicien	François DESCHEEMACKER

**Principe** Le coefficient d'absorption d'eau est défini comme le rapport de l'augmentation de masse d'un échantillon de granulats à sa masse sèche, après passage à l'étuve, du fait de la pénétration de l'eau dans les pores accessibles à l'eau. Cette imbibition partielle est obtenue par immersion de l'échantillon dans l'eau pendant 24 heures à 22°C à la pression atmosphérique.

Spécifications	Expression des résultats
Masse de l'échantillon saturé en eau - Pesée dans l'air (g) Après immersion	M1 = 1 485,1
Masse sèche de l'échantillon - Pesée à l'air (g) Après séchage	M4 = 1 473,5

**Coefficient d'absorption d'eau**

$$WA_{24} = 100 \times \frac{M_1 - M_4}{M_4}$$

**WA24 = 0,8 %**

A été réalisé à IDA Granulats, le 04/05/16  
 Essai réalisé par  
 François DESCHEEMACKER  
 Le Responsable de la section granulats  
 Bertrand CHORIER *F. TERREVEL*

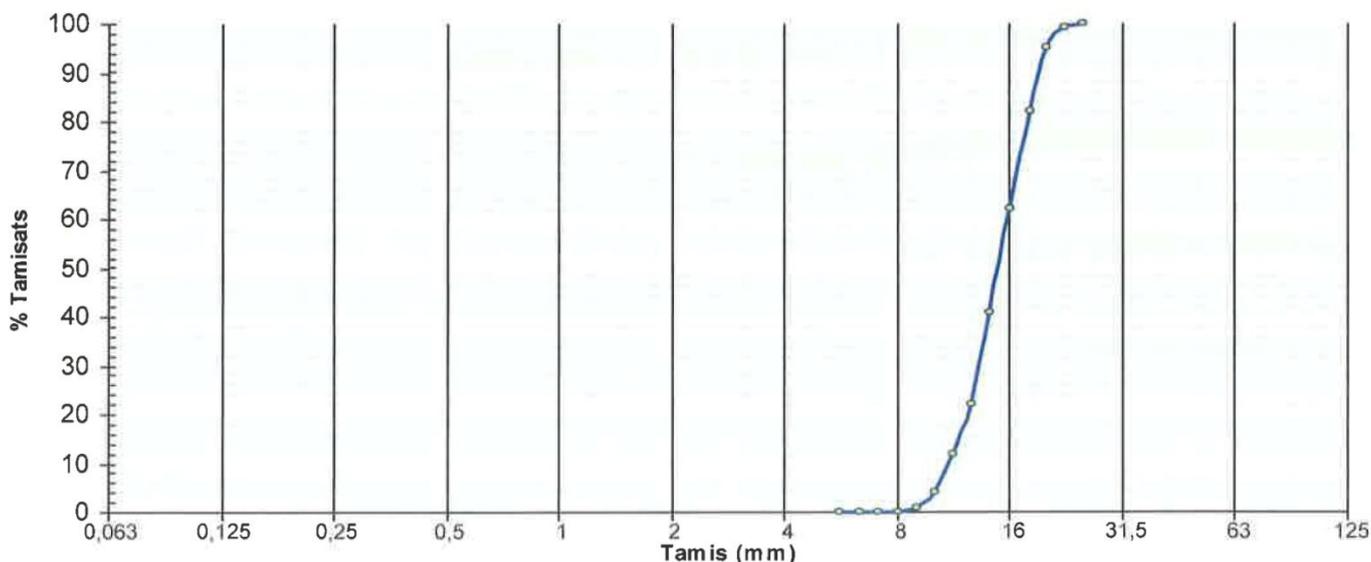


La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte 1 page(s).  
 L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole\*.  
 Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :  
 n'ont pas été demandées par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

## Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-173 (Gravillon 11,2/22,4 SCL (333017))

Objet		Analyse granulométrique (NF EN 933-1) *						
Donneur d'ordre	VICAT	Tamis (mm)	Fuseau de référence (%min)	Fuseau de référence (%min)	Tamisats (%)	Fuseau de référence (%max)	Fuseau de référence (%max)	Niveau
Affaire	15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)	0,063			0,1			
Installation de traitement	Carrière de St Jean le Vieux	5,600			0			
<b>Prélèvement de l'échantillon</b>		6,300			0			
Nature	Gravillon 11,2/22,4 SCL (333017)	7,100			0			
Date de prélèvement	05/04/2016	8,000			0			
Lieu	Carrière de St Jean le Vieux	9,000			1			
Sté / Opérateur	SIGMA BETON Recherche Développement	10,000			4			
Mode opératoire	Par pelle sur stock	11,200			12			
Origine des matériaux	Carrière de St Jean le Vieux	12,500			22			
<b>Préparation</b>		14,000			41			
Mode opératoire	Par quartage à plat	16,000			62			
Date de réception	06/04/2016	18,000			82			
Procédé d'analyse	Essai réalisé par lavage et tamisage	20,000			95			
<b>Autres essais</b>		22,400			99			
		25,000			100			
			min²	Résultats	max²	Niveau		
	Teneur en eau : W (%) -			0,1				
	Teneur en fines : f (%) (NF EN 933-1) *			0,1				



Logiciel Granulats - DA Granulats - v4.38.293b - 121019 - Data 0.54-121004

L'accréditation par le COFRAC atteste de la compétence des laboratoires pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole \*

A été réalisé à IDA Granulats, le 03/05/16

Essai réalisé par  
Pierrick MONIN *MONIN*  
Le Responsable de laboratoire  
Pierre-Antoine BONIN

*Signature de Pierrick Monin*  
*Signature de Pierre-Antoine Bonin*

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte ... page(s).  
L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole \*.  
Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :

n'ont pas été demandées par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

**Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-173 (Gravillon 11,2/22,4 SCL (333017))**  
**Résistance aux chocs - Los Angeles \***  
 Norme NF EN 1097-2 - Juin 2010

Nature	<b>Gravillon 11,2/22,4 SCL (333017)</b>	Date de prélèvement	<b>05/04/2016</b>
Installation de traitement	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>	Prélevé par	<b>SIGMA BETON Recherche Développement</b>
Donneur d'ordre	<b>VICAT</b>	Lieu de prélèvement	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>
Origine des matériaux	<b>Carrière de St Jean le Vieux</b>	Date de réception	<b>06/04/2016</b>
Nro d'affaire	<b>15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)</b>	Date d'essai	<b>04/05/2016</b>
Nro d'échantillon	<b>16 IAG 04-173</b>	Technicien	<b>Maxime FREGIERE</b>

**Principe** L'essai consiste à mesurer la quantité d'éléments inférieurs à 1.6 mm produite en soumettant le matériaux aux chocs de boulets normalisés dans la machine Los Angeles.  
 La granularité du matériaux soumis à l'essai est préconisé pour la classe 10/14.  
 La masse de la charge de boulets varie suivant les classes granulaires.

Spécifications		Essai														
Masse de l'échantillon (g) M = 5000 g ± 5		M = 5 000,2														
Classe granulaire 4 / 6,3 mm - 4 / 8 mm - 6,3 / 10 mm - 8 / 11,2 mm - 11,2 / 16 mm 10 / 14 mm		Classe = 11,2 / 16 mm														
Nombre de boulets <table border="0"> <tr> <td>classe granulaire :</td> <td>nombre de boulets</td> </tr> <tr> <td>4 / 6,3 mm</td> <td>7</td> </tr> <tr> <td>4 / 8 mm</td> <td>8</td> </tr> <tr> <td>6,3 / 10 mm</td> <td>9</td> </tr> <tr> <td>8 / 11,2 mm</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>10 / 14 mm</td> <td>11</td> </tr> <tr> <td>11,2 / 16 mm</td> <td>12</td> </tr> </table>	classe granulaire :	nombre de boulets	4 / 6,3 mm	7	4 / 8 mm	8	6,3 / 10 mm	9	8 / 11,2 mm	10	10 / 14 mm	11	11,2 / 16 mm	12		Nombre = 12
classe granulaire :	nombre de boulets															
4 / 6,3 mm	7															
4 / 8 mm	8															
6,3 / 10 mm	9															
8 / 11,2 mm	10															
10 / 14 mm	11															
11,2 / 16 mm	12															
Rotation du tambour 4 / 8 - 6,3 / 10 - 8 / 11,2 - 10 / 14 - 11,2 / 16 mm : 500 tours		Tours = 500														
Masse du refus au tamis de contrôle (g)		m = 3 907,1														

**Résultat Los Angeles**

$LA = \frac{5000 - m}{50}$	<b>LA = 22</b>
----------------------------	----------------

A été réalisé à IDA Granulats, le 04/05/16

Essai réalisé par

Maxime FREGIERE 

Le Responsable de laboratoire

Pierre-Antoine BONIN

 F. JZEGUEL

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte 1 page(s).  
 L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole\*.  
 Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :  
 n'ont pas été demandées par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

**Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-173 (Gravillon 11,2/22,4 SCL (333017))**  
**Masse volumique réelle \***  
Norme NF EN 1097-6 - Article 8

Nature	Gravillon 11,2/22,4 SCL (333017)	Date de prélèvement	05/04/2016
Installation de traitement	Carrière de St Jean le Vieux	Prélevé par	SIGMA BETON Recherche Développement
Donneur d'ordre	VICAT	Lieu de prélèvement	Carrière de St Jean le Vieux
Origine des matériaux	Carrière de St Jean le Vieux	Date de réception	06/04/2016
Nro d'affaire	15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)	Date d'essai	04/05/2016
Nro d'échantillon	16 IAG 04-173	Technicien	François DESCHEEMACKER

**Principe** La masse volumique réelle est définie comme le rapport entre la masse de l'échantillon séché et le volume qu'il occupe dans l'eau, y compris les pores fermés et ceux accessibles à l'eau.

Spécifications	Expression des résultats
Masse de l'échantillon saturé en eau - Pesée dans l'air (g) Après immersion	M1 = 1 759,1
Masse du pycnomètre contenant les granulats saturés (g) Après immersion	M2 = 4 401,3
Masse du pycnomètre rempli d'eau uniquement (g)	M3 = 3 300,4
Masse sèche de l'échantillon - Pesée à l'air (g) Après séchage	M4 = 1 747,3
Température de la prise d'essai dans l'eau (°C)	Δ = 22,3

**Masse volumique réelle**

$$\rho_{rd} = \rho_w \cdot \frac{M_4}{M_1 - (M_2 - M_3)}$$

**prd = 2,65 Mg/m<sup>3</sup>**

A été réalisé à IDA Granulats, le 04/05/16  
Essai réalisé par  
François DESCHEEMACKER  
Le Responsable de la section granulats  
Bertrand CHORIER *F. JEZEQUEL*

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte 1 page(s).  
L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole \*.  
Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :  
 n'ont pas été demandées par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

**Rapport d'essai n° : 16 IAG 04-173 (Gravillon 11,2/22,4 SCL (333017))**  
**Coefficient d'absorption d'eau \***  
Norme NF EN 1097-6 - Article 8

Nature	Gravillon 11,2/22,4 SCL (333017)	Date de prélèvement	05/04/2016
Installation de traitement	Carrière de St Jean le Vieux	Prélevé par	SIGMA BETON Recherche Développement
Donneur d'ordre	VICAT	Lieu de prélèvement	Carrière de St Jean le Vieux
Origine des matériaux	Carrière de St Jean le Vieux	Date de réception	06/04/2016
Nro d'affaire	15 / 16 / 04-070 (A32160000909700)	Date d'essai	04/05/2016
Nro d'échantillon	16 IAG 04-173	Technicien	François DESCHEEMACKER

**Principe** Le coefficient d'absorption d'eau est défini comme le rapport de l'augmentation de masse d'un échantillon de granulats à sa masse sèche, après passage à l'étuve, du fait de la pénétration de l'eau dans les pores accessibles à l'eau. Cette imbibition partielle est obtenue par immersion de l'échantillon dans l'eau pendant 24 heures à 22°C à la pression atmosphérique.

Spécifications	Expression des résultats
Masse de l'échantillon saturé en eau - Pesée dans l'air (g) Après immersion	M1 = 1 759,1
Masse sèche de l'échantillon - Pesée à l'air (g) Après séchage	M4 = 1 747,3

**Coefficient d'absorption d'eau**

$$WA_{24} = 100 \times \frac{M_1 - M_4}{M_4}$$

**WA24 = 0,7 %**

A été réalisé à IDA Granulats, le 04/05/16  
Essai réalisé par  
François DESCHEEMACKER  
Le Responsable de la section granulats  
Bertrand CHORIER

*F. JEZEQUEL*

*[Signature]*

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, il comporte <sup>1</sup>..... page(s).  
L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole\*.  
Les essais faisant l'objet du présent rapport portent sur un échantillon prélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portée et les conclusions à tirer de ces résultats :  
 n'ont pas été demandées par le donneur d'ordre.  font l'objet d'un document séparé.  
 sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du texte de référence fixé par le donneur d'ordre.

## ANNEXE H. EFFET ET INTERACTION

La Figure H-1 présente les effets et interactions des différents facteurs sur l'évolution de la température maximale mesurée en QAB et la Figure H-2 présente les effets et interactions des différents facteurs sur la température adiabatique mesurée en QAB. De manière générale, les évolutions de  $T_{max}$  et  $T_{adia\_max}$  sont respectivement similaires à celles obtenues pour la chaleur d'hydratation à 41 et à 144h. Il est possible de voir que la présence et l'augmentation de la quantité d'additions dans le béton ont pour effet de diminuer la température adiabatique mesurée, malgré un effet moins marqué pour la fumée de silice. Le laitier et les cendres volantes sont plus lents à réagir par rapport à la fumée de silice et induisent donc une température semi-adiabatique ou adiabatique atteinte plus faible, différence qui tend à diminuer avec le temps. De plus, plus le ciment est substitué en filler calcaire, plus la température atteinte est faible. Enfin, l'adjuvant et le rapport E/L n'ont que peu voire pas d'effet sur l'élévation de température au cours de l'hydratation. A noter cependant que pour les bétons avec fumée de silice, plus le rapport E/L augmente, plus la température atteinte en QAB est élevée : davantage d'eau sera disponible à l'hydratation du ciment et non absorbée par la fumée de silice.

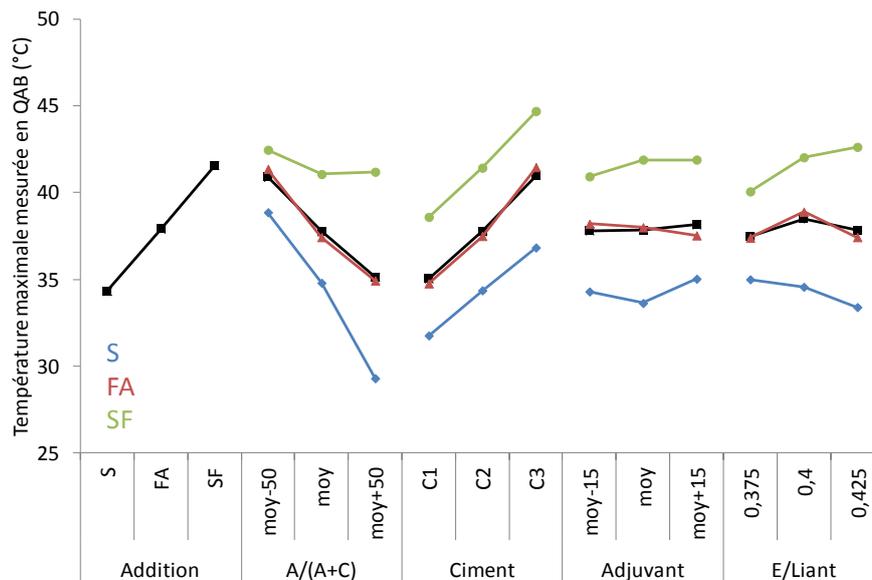


Figure H-1 : Graphe d'effet et interaction de la température maximale mesurée en QAB.

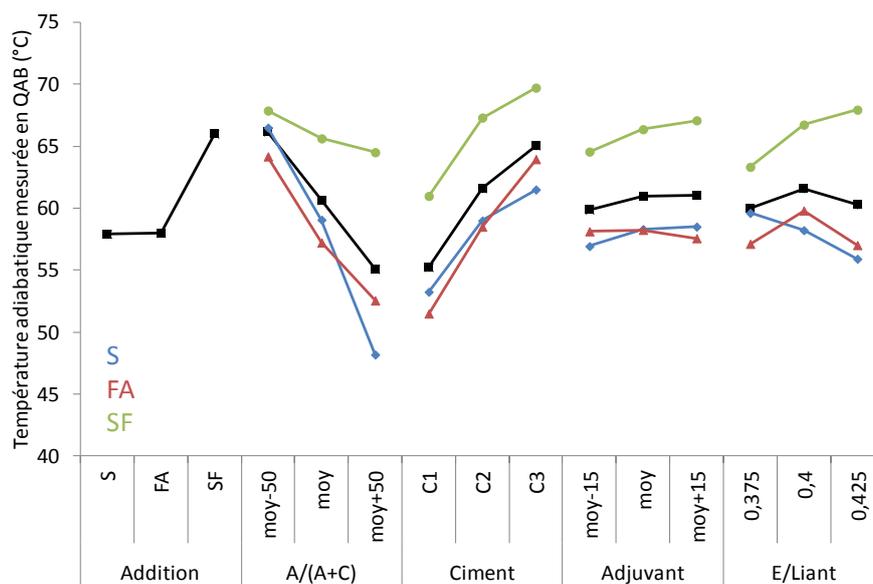


Figure H-2 : Graphe d'effet et interaction de la température adiabatique mesurée en QAB.

## ANNEXE I. OUTILS DE FORMULATION

Dans le Tableau I-1 sont répertoriées les équations modèles obtenues à la suite du plan d'expériences béton et utilisées pour calculer les réponses avec l'outil de formulation.

		Dosage en addition (%)	Rapport E/L <sub>tot</sub>
T <sub>max</sub> QAB (°C)	S	-0,19. %A + 9,39	$0,667 \cdot \frac{E}{L_{tot}} + 3,32$
	FA	-0,26. %A + 6,39	$-32,00 \cdot \frac{E}{L_{tot}} + 9,02$
	SF	-0,16. %A + 1,31	$51,33 \cdot \frac{E}{L_{tot}} - 20,54$
T <sub>adia_max</sub> QAB (°C)	S	-0,37. %A + 17,98	$-74,02 \cdot \frac{E}{L_{tot}} + 29,61$
	FA	-0,46. %A + 11,50	$-1,95 \cdot \frac{E}{L_{tot}} + 0,79$
	SF	-0,42. %A + 3,47	$92,23 \cdot \frac{E}{L_{tot}} - 36,89$
Rc 2 jours (MPa)	S	-0,31. %A + 15,417	$-79,50 \cdot \frac{E}{L_{tot}} + 31,83$
	FA	-0,44. %A + 10,86	$98,00 \cdot \frac{E}{L_{tot}} + 39,20$
	SF	-0,35. %A + 2,92	$-66,00 \cdot \frac{E}{L_{tot}} + 26,06$
Rc 28 jours (MPa)	S	-0,14. %A + 6,64	$-45,33 \cdot \frac{E}{L_{tot}} + 18,04$
	FA	-0,43. %A + 10,74	$-76,67 \cdot \frac{E}{L_{tot}} + 30,45$
	SF	-0,004. %A + 0,03	$-154,33 \cdot \frac{E}{L_{tot}} + 61,18$

Q <sub>41</sub> (kJ/kg)	S	$-0,44. \%A + 21,67$	$-57,43. \frac{E}{L_{tot}} + 22,97$
	FA	$-0,47. \%A + 11,63$	$7,28. \frac{E}{L_{tot}} - 2,91$
	SF	$-0,39. \%A + 3,26$	$119,68. \frac{E}{L_{tot}} - 47,88$
Q <sub>144</sub> (kJ/kg)	S	$-0,35. \%A + 17,40$	$15,72. \frac{E}{L_{tot}} - 6,29$
	FA	$-0,45. \%A + 11,11$	$15,835. \frac{E}{L_{tot}} - 6,34$
	SF	$-0,41. \%A + 3,35$	$110,95. \frac{E}{L_{tot}} - 44,38$
Affaissement (mm)	S	$1,13. \%A - 55,65$	$1051,8. \frac{E}{L_{tot}} - 444,38$
	FA	$2,24. \%A - 60,47$	$870,86. \frac{E}{L_{tot}} - 381,80$
	SF	$-1,44. \%A - 21,93$	$1024,8. \frac{E}{L_{tot}} - 412,69$

Tableau I-1 : Récapitulatif des équations modèles utilisées dans l'outil de formulation.

# ANNEXE J. CARACTERISTIQUES DE L'INVAR



Usine - Works - Werk  
Alloys Imphy  
58160 IMPHY FRANCE  
Téléphone: 03 86 21 30 00  
Télécopie: 03 86 21 31 00

## CERTIFICAT DE RECEPTION 3.1-EN 10204 n° X023517/1 Inspection certificate - Abnahmeprüfzeugnis

Client Customer Kunde : BRESSON  V/Commande Your order Ihre Bestell. Nr : 08190	du Of : 26/10/16 Von	N/Référence Our reference Unser Auftrag Nr. : 414309/03
---------------------------------------------------------------------------------------------------	----------------------------	---------------------------------------------------------------

Produit Product Erzeugnisform : COURONNE INVAR DIAM/335,0000/MM DIAM/287,0000/MM EPAI/80,0000/MM	Etat de livraison Condition of delivery: Lieferzustand : CORROYE NATUREL ECROUTE
-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------------------------------------

COMPOSITION CHIMIQUE (% poids) CHEMICAL COMPOSITION (% weight) CHEMISCHE ZUSAMMENSETZUNG (% Gewicht)							Coulée N° : X2214 Heat Nr : Schmelze Nr			
C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Co	Al	Ti	
0,004	0,33	0,08	< 0,001	0,003	35,91	0,03	0,021	< 0,01	< 0,01	
Mg	Fe									
< 0,002	bal.									

-\*- RESULTATS MECANQUES ET PHYSIQUES -\*-

**COEFFICIENT DE DILATATION (\*1E-6)**

<----- Résultats Obtenus ----->

20 / 100°C (/°C) 1,21

**ESSAI DE TRACTION**

<----- Résultats Obtenus ----->

RM (MPa) 480  
RPO,2% (MPa) 360  
A50 (%) 37,5

**ESSAI DE DURETE**

<----- Résultats Obtenus ----->

HV (HV) 157

**TAILLE DE GRAIN**

SERVICE CONTROLE SAINT-OYANT G.	14/12/16 site Imphy Signature Signature : Unterschrift <i>Saint-Oyant</i>
---------------------------------	------------------------------------------------------------------------------------------

Voir page suivante

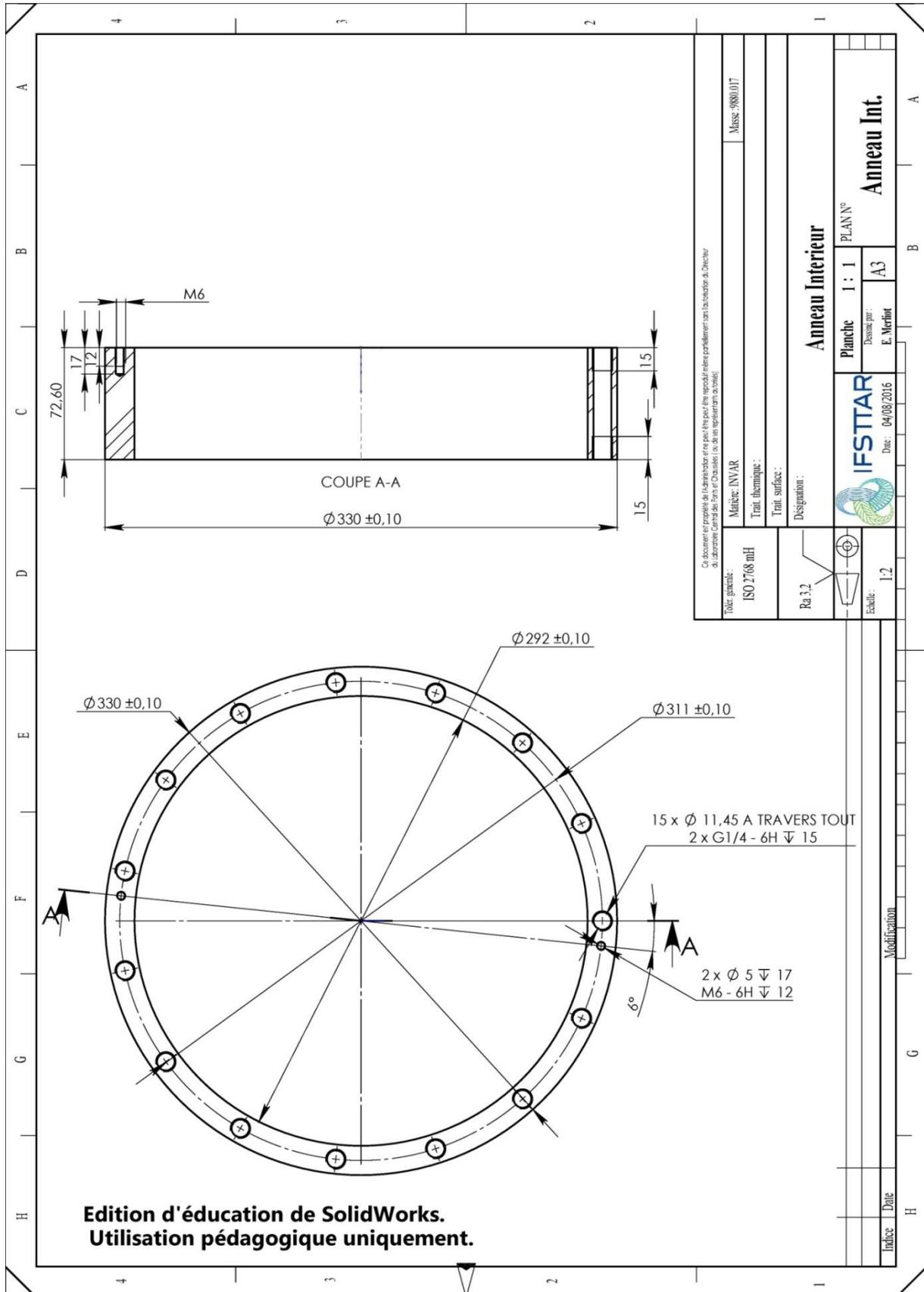


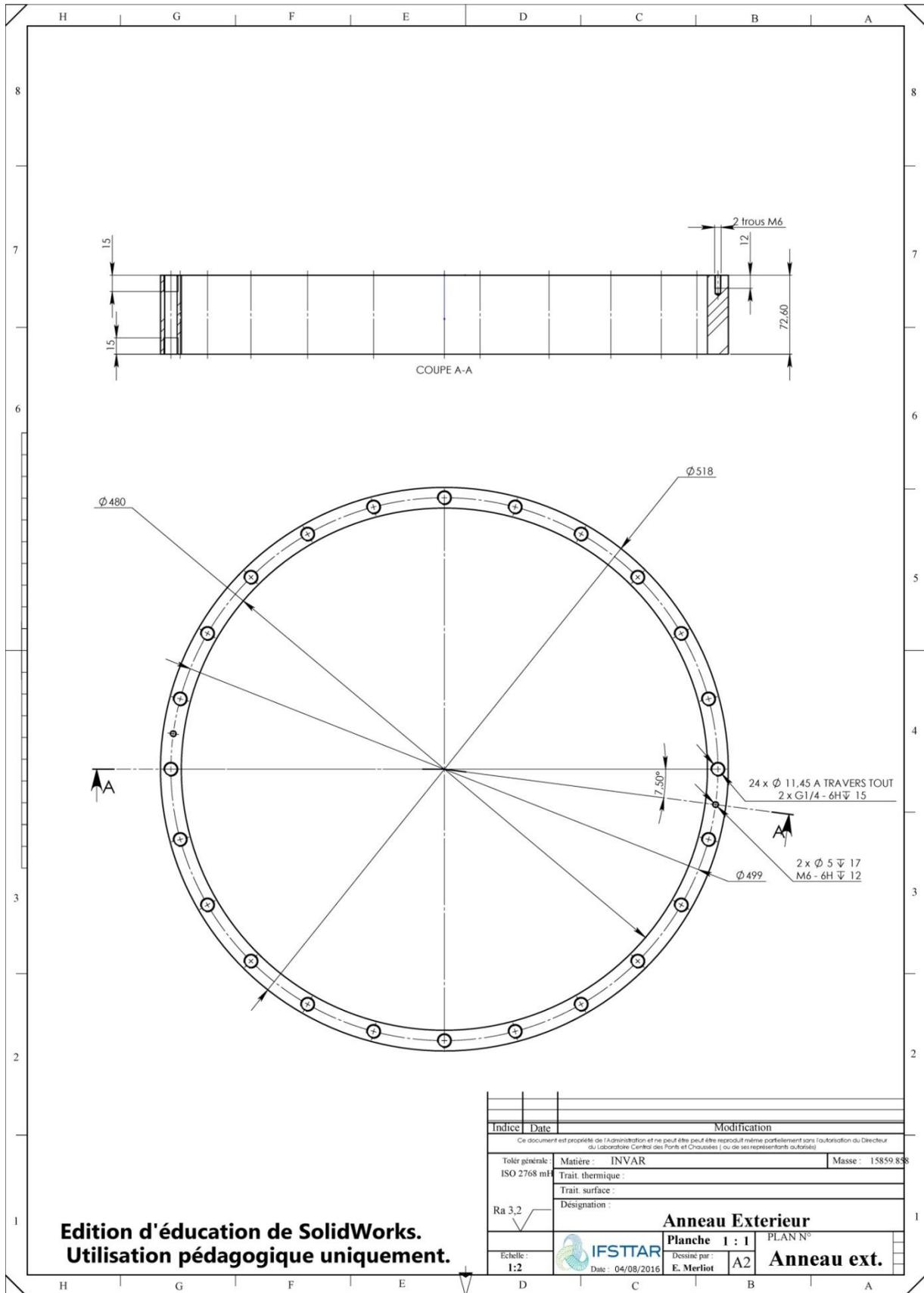
**CERTIFICAT DE RECEPTION 3.1-EN 10204 n° X023517/1**  
Inspection certificate - Abnahmeprüfzeugnis

<i>Client</i> <i>Customer</i> <i>Kunde</i> : BRESSON	<i>N°Réfrence</i> <i>Our reference</i> <i>Unser Auftrag Nr.</i> : 414309/03
<i>V/Commande</i> <i>Your order</i> <i>Ihre Bestell. Nr</i> : 08190	<i>du</i> <i>Of</i> : 26/10/16 <i>Von</i>

	<----- Résultats Obtenus ----->
GRAIN ASTM	7

# ANNEXE K. PLANS DE L'ESSAI BT-RING





# ANNEXE L. FICHE TECHNIQUE JAUGE ACIER



## Dehnungsmessstreifen Strain gages Jauges d'extensométrie

Bestellnummer  
Order No.  
No. de référence **1-LY41-6/120**

Typ  
Type  
Type **6/120 LY41**

Stückzahl  
Contents  
Quantité **10**

Temperaturkoeffizient  
des k-Faktors  
Temperature coefficient  
of gage factor  
Coefficient de température  
du facteur k **93 ± 10 [10<sup>-6</sup> / K]  
(-10°C ... +45°C)**

Folienlos  
Foil lot  
Lot de la feuille **A413/14**

Herstellungslös  
Production batch  
Lot de fabrication **812073192**

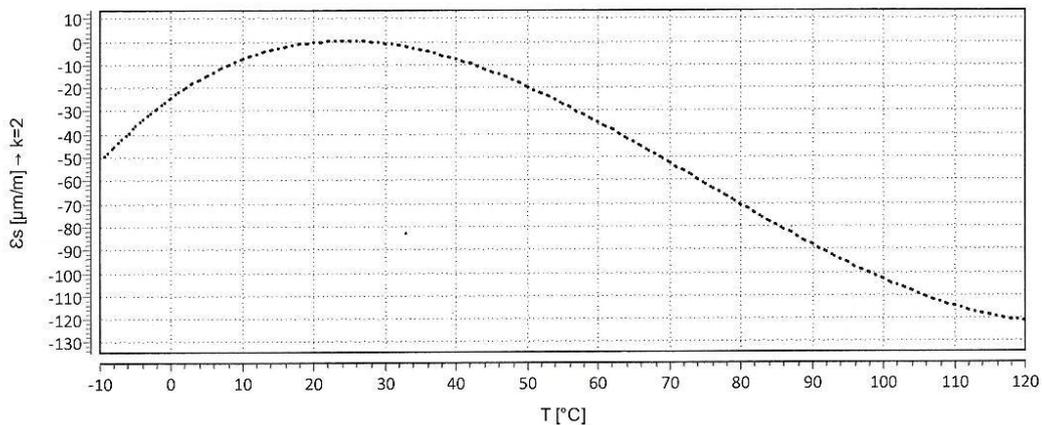
Widerstand  
Resistance  
Résistance **120 Ω ± 0.30 %**

k-Faktor  
Gage factor  
Facteur k **2.04 ± 1.0 %**

Quersensitivität  
Transverse sensitivity  
Sensibilité transverse **-0.1 %**

Temperaturkompensation: Ferritischer Stahl mit  
Temperature compensation: steel with  
Compensation de température: acier avec **α = 10.8 [10<sup>-6</sup> / K]**

Max. effekt. Brückenspeisespannung  
max. rms bridge excitation voltage  
tension d'alim. de pont maxi eff. **7.0 V**



Curve 1 \*\*\*\*

$$\epsilon_s(T) = -24.21 + 2.17 * T - 5.35E-02 * T^2 + 2.39E-04 * T^3 \pm (T-20) * 0.30 [\mu\text{m/m}]$$

Alle technischen Daten nach VDI/VDE 2635. Geben Sie bei Rückfragen bitte Bestellnummer und Herstellungslos an.

All specifications in accordance with VDI/VDE 2635. In case of further inquiries please indicate order no. and production batch number.

Toutes les caractéristiques techniques selon la norme VDI/VDE 2635. Dans toutes communications, prière d'indiquer le numéro de commande et le numéro du lot de production.

Réponse en température des jauges d'extensométrie appliquées sur des matériaux dont des coefficients de dilatation thermique α sont indiqués. Mesurée à variation continue de la température.

Curve 1: Jauges sans pattes de raccordement.  
T = température en °C  
(sans dimension)

Temperaturgang der Dehnungsmessstreifen bei Applikationen mit oben angegebenen Wärmeausdehnungskoeffizienten α. Gemessen bei kontinuierlicher Temperaturänderung.

Kennlinie 1: DMS ohne Anschlussbändchen.  
T = Temperatur in °C  
(dimensionslos)

The temperature response refers to strain gages bonded to materials with specified coefficients of thermal expansion α. Values are measured with continuous temperature variation.

Curve 1: Strain gages without leads.  
T = temperature in °C  
(dimensionless)

Kopfdaten / Header / Titre



A point (".") is used as decimal separator in data; the separator needs to be configured accordingly for import into Excel.



# ANNEXE M. FICHE TECHNIQUE JAUGE QUARTZ



**Dehnungsmessstreifen  
Strain gages  
Jauges d'extensométrie**

Bestellnummer  
Order No.  
No. de référence

**K-CLY4-0060-6-120-4-010-N**

Typ  
Type  
Type

6/120 CLY46-6/120-4L-1M

Stückzahl  
Contents  
Quantité

10

Widerstand  
Resistance  
Résistance

120 Ω ±0.35 %

k-Faktor  
Gage factor  
Facteur k

2.03 ±1.0 %



Temperaturkoeffizient  
des k-Faktors  
Temperature coefficient  
of gage factor  
Coefficient de température  
du facteur k

93 ±10 [10<sup>-6</sup> / K]  
(-10°C ... +45°C)

Querempfindlichkeit  
Transverse sensitivity  
Sensibilité transverse

0.3 %

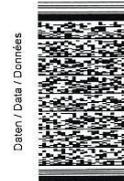


Folienlos  
Foil lot  
Lot de la feuille

A392/01

Herstellungslös  
Production batch  
Lot de fabrication

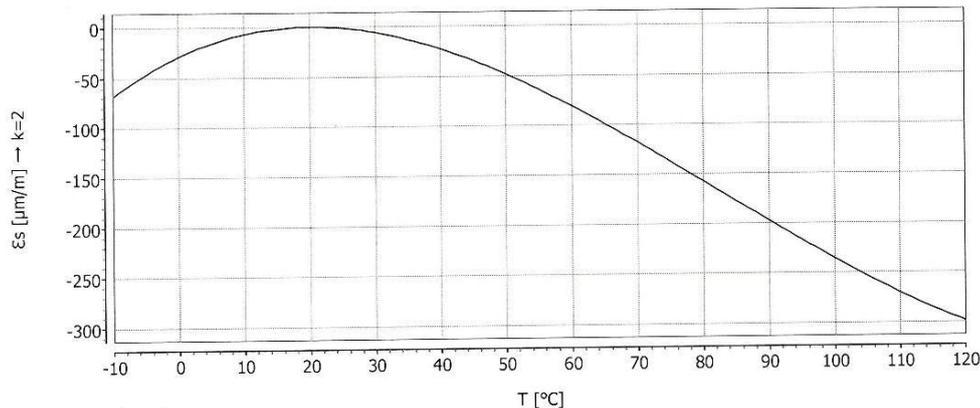
812080993



Temperaturkompensation: Quarz mit  
Temperature compensation: quartz with  
Compensation de température: quartz avec

$\alpha = 0.5 [10^{-6} / K]$

Max. effekt. Brückenspeisespannung  
max. rms bridge excitation voltage  
tension d'alim. de pont maxi eff. 1.0 V



Curve 1 —

$$\epsilon_s(T) = -16.56 + 2.40 * T - 8.59E-02 * T^2 + 3.49E-04 * T^3 \pm (T-20) * 0.30 [\mu\text{m}/\text{m}] + 0.639 * (T-20) [\mu\text{m}/\text{m}]$$

Alle technischen Daten nach VDI/VDE 2635. Geben Sie bei Rückfragen bitte Bestellnummer und Herstellungslös an.

All specifications in accordance with VDI/VDE 2635. In case of further inquiries please indicate order no. and production batch number.

Toutes les caractéristiques techniques selon la norme VDI/VDE 2635. Dans toutes communications, prière d'indiquer le numéro de commande et le numéro du lot de production.

Temperaturgang der Dehnungsmessstreifen bei Applikationen mit oben angegebenen Wärmeausdehnungskoeffizienten  $\alpha$ . Gemessen bei kontinuierlicher Temperaturänderung.

**Kennlinie 1:** DMS mit PVC Kabel.  
T = Temperatur in °C  
(dimensionslos)

Réponse en température des jauges d'extensométrie appliquées sur des matériaux dont des coefficients de dilatation thermique  $\alpha$  sont indiqués. Mesurée à variation continue de la température.

**Courbe 1:** Jauges avec câble en PVC.  
T = température en °C  
(sans dimension)

The **temperature response** refers to strain gages bonded to materials with specified coefficients of thermal expansion  $\alpha$ . Values are measured with continuous temperature variation.

**Curve 1:** Strain gages with PVC cable.  
T = temperature in °C  
(dimensionless)

Kopfdaten / Header / Titre



A point (".") is used as decimal separator in data, the separator needs to be configured accordingly for import into Excel.



# ANNEXE N. DOCUMENTATION

## SIMULATEUR DE JAUGE

DU



1550A  
Micro-Measurements **MEME**

### Strain Indicator Calibrator

#### FEATURES

- True Wheatstone bridge circuitry
- Simulates quarter, half, and full bridge—both 120 $\Omega$ /350 $\Omega$
- Three decades of push buttons
- Strain range direct reading:  $\pm 99\,900\ \mu\epsilon$ . . . increments of 100  $\mu\epsilon$
- Transducer range:  $\pm 49.95\ \text{mV/V}$ . . . increments of 0.05 mV/V
- Reversing switch for plus and minus calibration
- High precision resistors used throughout to ensure excellent stability
- Accuracy 0.025 percent—traceable to the U.S. National Institute of Standards and Technology



A laboratory standard for verifying the calibration of strain and transducer indicators.

#### DESCRIPTION

Sound engineering and laboratory practices require that the instrumentation used to make critical strain measurements be periodically calibrated to verify that it is within the manufacturer's original specifications. Additionally, each type of strain indicator exhibits some degree of nonlinearity, especially for large strains during quarter-bridge operation. Since this is the most common stress analysis application of strain gages, it is important that the strain indicator be calibrated in this mode. Instrumentation span should also be checked at a number of points before each important test to avoid inaccurate data.

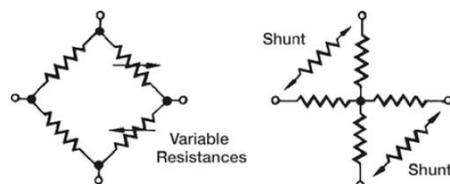
The Model 1550A calibrator is a Wheatstone bridge and generates a true change of resistance in one or two arms of the bridge. It simulates the actual behavior of a strain gage in both positive and negative strain.

The 'star network' used in certain other commercial calibrators provides a substantially lower cost instrument design, because component specifications are less critical, and fewer components are required.

However, the 'star network' cannot simulate quarter-bridge strain gage behavior, and cannot simulate positive strain. Another serious problem with this circuit is that the bridge input and output resistances change in an abnormal manner, leading to inaccuracies in calibration under some conditions.

A calibrator based on the Wheatstone bridge principle requires stable components. A total of 66 ultra-stable precision resistors are used in the Model 1550A calibrator to provide the stability, repeatability, accuracy and incremental steps required in a laboratory standards instrument.

#### WHEATSTONE BRIDGE / STAR NETWORK



#### SPECIFICATIONS

##### ACCURACY

0.025% of setting  $\pm 1\ \mu\epsilon$  (0.0005 mV/V), maximum  
Traceable to United States National Institute of Standards and Technology

##### REPEATABILITY

$\pm 1\ \mu\epsilon$  (0.0005 mV/V), maximum

##### STABILITY

(0.001% of setting  $\pm 1\ \mu\epsilon$ )/ $^{\circ}\text{C}$ , maximum

##### THERMAL EMF

0.5  $\mu\text{V/V}$  of excitation, maximum

# 1550A

**MEME** Micro-Measurements



## Strain Indicator Calibrator

### BRIDGE RESISTANCES

120Ω and 350Ω

### INPUT RESISTANCE

±0.05%, maximum, from nominal at all output settings

### OUTPUT RESISTANCE

±0.05%, maximum, from nominal at "000" με  
-0.25% at ±99 900 με

### CIRCUIT

True ±ΔR in two adjacent arms (opposite signs), plus two fixed arms for bridge completion

### SIMULATION

Quarter bridge, one active arm  
Half bridge, one or two active arms  
Full bridge, two active arms

### RANGE

#### Two Active Arms

0 to ±99,900 με in steps of 100 με @ GF = 2.00  
0 to ±49.95 mV/V in steps of 0.05 mV/V

#### One Active Arm

0 to ±49.950 με in steps of 50 με @ GF = 2.00

### EXCITATION

#### To Meet Accuracy and Repeatability Specifications

120Ω: up to 10 VDC  
350Ω: up to 15 VDC

#### Maximum Permissible

120Ω: 25V AC or DC  
350Ω: 30V AC or DC

### OUTPUT @ 000

50 με (0.025 mV/V), maximum in full-bridge mode

### ENVIRONMENT

#### Temperature

+50°F to +100°F (+10°C to +38°C)

#### Humidity

Up to 70% RH, non-condensing

### SIZE

Aluminum case (separable lid)  
5-3/4 H x 8-1/4 W x 7-3/4 D in (145 x 210 x 195 mm)

### WEIGHT

4.8 lb (2.2 kg)

All specifications are nominal or typical at +23°C unless noted.



*A certificate of calibration is provided with each Model 1550A Calibrator*



### Disclaimer

ALL PRODUCTS, PRODUCT SPECIFICATIONS AND DATA ARE SUBJECT TO CHANGE WITHOUT NOTICE.

Vishay Precision Group, Inc., its affiliates, agents, and employees, and all persons acting on its or their behalf (collectively, "Vishay Precision Group"), disclaim any and all liability for any errors, inaccuracies or incompleteness contained herein or in any other disclosure relating to any product.

The product specifications do not expand or otherwise modify Vishay Precision Group's terms and conditions of purchase, including but not limited to, the warranty expressed therein.

Vishay Precision Group makes no warranty, representation or guarantee other than as set forth in the terms and conditions of purchase. **To the maximum extent permitted by applicable law, Vishay Precision Group disclaims (i) any and all liability arising out of the application or use of any product, (ii) any and all liability, including without limitation special, consequential or incidental damages, and (iii) any and all implied warranties, including warranties of fitness for particular purpose, non-infringement and merchantability.**

Information provided in datasheets and/or specifications may vary from actual results in different applications and performance may vary over time. Statements regarding the suitability of products for certain types of applications are based on Vishay Precision Group's knowledge of typical requirements that are often placed on Vishay Precision Group products. It is the customer's responsibility to validate that a particular product with the properties described in the product specification is suitable for use in a particular application.

No license, express, implied, or otherwise, to any intellectual property rights is granted by this document, or by any conduct of Vishay Precision Group.

The products shown herein are not designed for use in life-saving or life-sustaining applications unless otherwise expressly indicated. Customers using or selling Vishay Precision Group products not expressly indicated for use in such applications do so entirely at their own risk and agree to fully indemnify Vishay Precision Group for any damages arising or resulting from such use or sale. Please contact authorized Vishay Precision Group personnel to obtain written terms and conditions regarding products designed for such applications.

Product names and markings noted herein may be trademarks of their respective owners.



# ANNEXE O. ESSAIS JEUNE AGE DU BETON R1BIS

Ci-dessous sont présentés les résultats des essais jeune âge réalisés sur le béton R1bis.

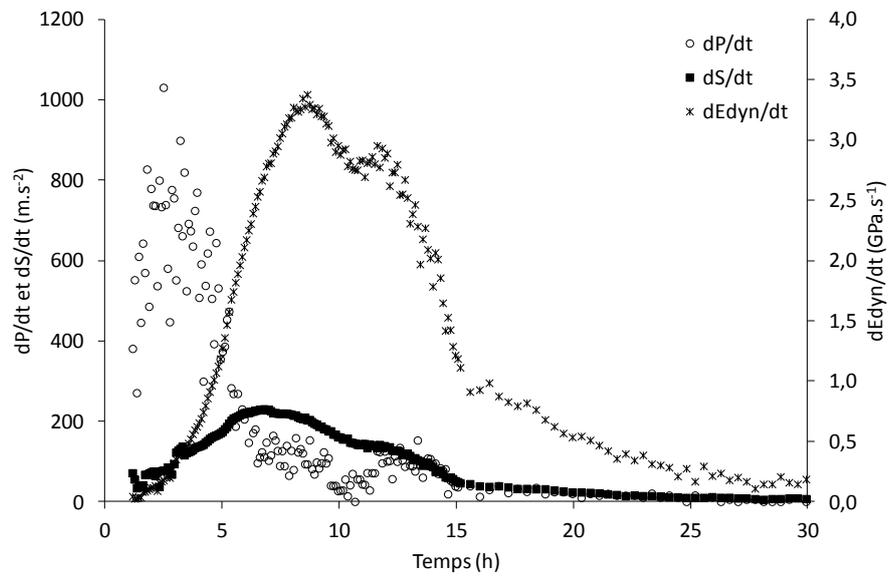


Figure O-1 : Comportement du béton R1bis au jeune âge.

dP/dt	dS/dt	dE/dt
2h20	6h20	7h50

Tableau O-1 : Temps de prise obtenus avec le FreshCon du béton R1bis.

Les modules d'Young statique et dynamique ont été mesurés avec BT JASPE, le J2P et le FreshCon.

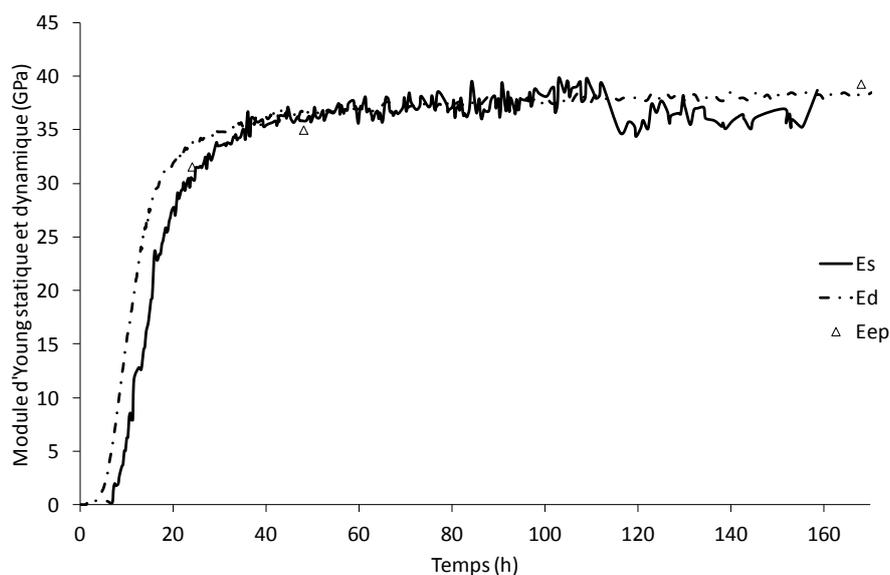


Figure O-2 : Evolution du module d'Young statique et dynamique du béton R1bis en fonction du temps.

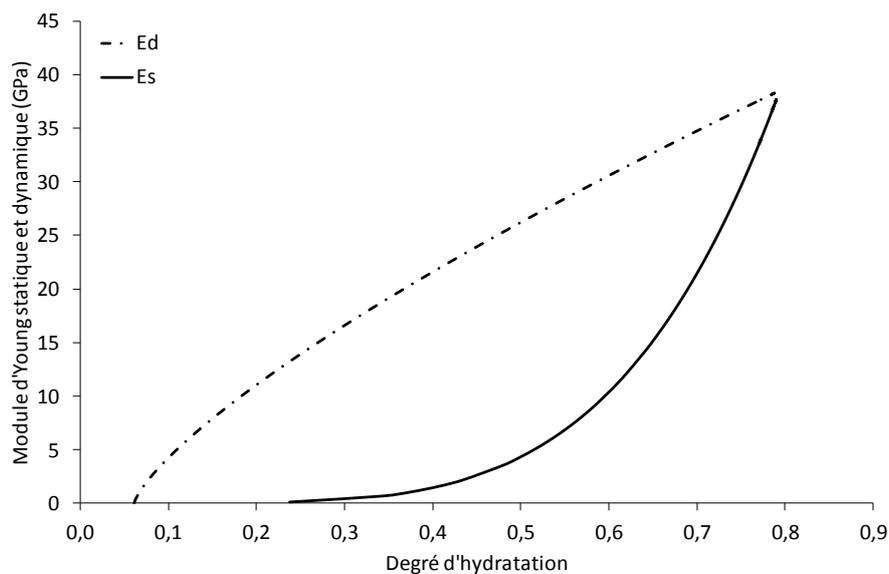


Figure O-3 : Evolution du module d'Young statique et dynamique du béton R1bis en fonction du degré d'hydratation modélisé.

Comme pour les autres bétons étudiés, le module d'Young statique et dynamique a été modélisé selon le degré d'hydratation.

Béton	Chaleur d'hydratation			$\xi_{\infty}$	$\xi_0$	Module d'Young statique		Module d'Young dynamique	
	$Q_{\infty}$ (J.kg <sup>-1</sup> )	$\beta$	$\tau$			$\alpha$	$E_{\infty}$ (GPa)	$\alpha$	$E_{\infty}$ (GPa)
B1	65,0	2,22	6,5	0,80	0,061	4,28	39,6	0,75	38,7

Tableau O-2 : Caractéristiques des équations utilisées pour modéliser le module d'Young selon le degré d'hydratation du béton R1bis.

Les mesures sur éprouvettes 11\*22 ont permis d'obtenir les résistances mécaniques du béton cf. tableau ci-dessous.

Age (jours)	1	2	7	30	35
Rc (MPa)	28,2	33,0	40,2	44,1	-
Rf (MPa)	3,33	3,43	3,55	3,84	3,94
E (GPa)	31,6	35,0	39,3	36,0	-
$\nu$	0,15	0,16	0,13	0,15	-

Tableau O-3 : Caractéristiques mécaniques du béton R1bis.

Le fluage du béton à été mesuré sous chargement égal à 20 % de la résistance en compression à 7 jours, soit 8 MPa.

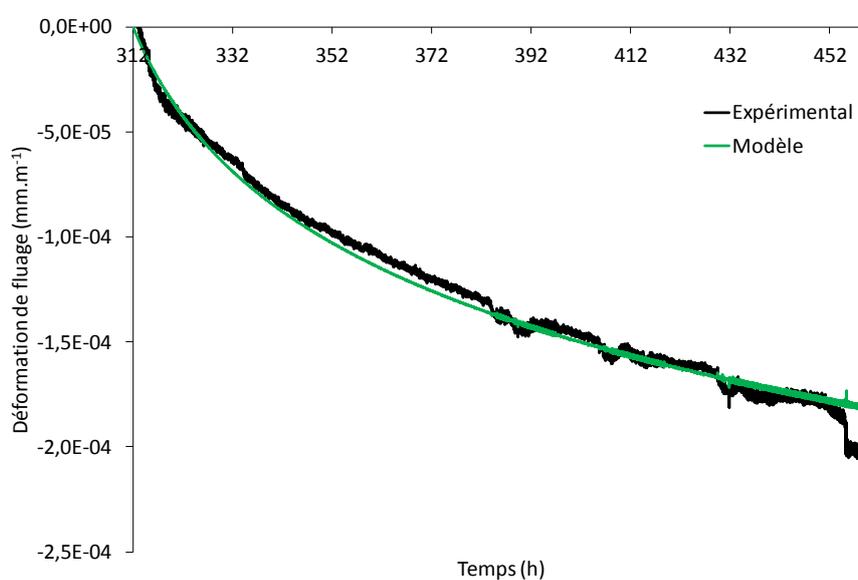


Figure O-4 : Evolution des déformations de fluage du béton R1bis.

$t_0$ (h)	C (GPa)	$\tau$ (h)
312	120	12

Tableau O-4 : Caractéristiques de l'équation logarithmique de la fonction de fluage du béton R1bis.

Le CDT du béton R1bis est égal à  $6,9 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Aucune mesure de retrait sur éprouvettes 7\*7\*28 emballées n'a été faite.

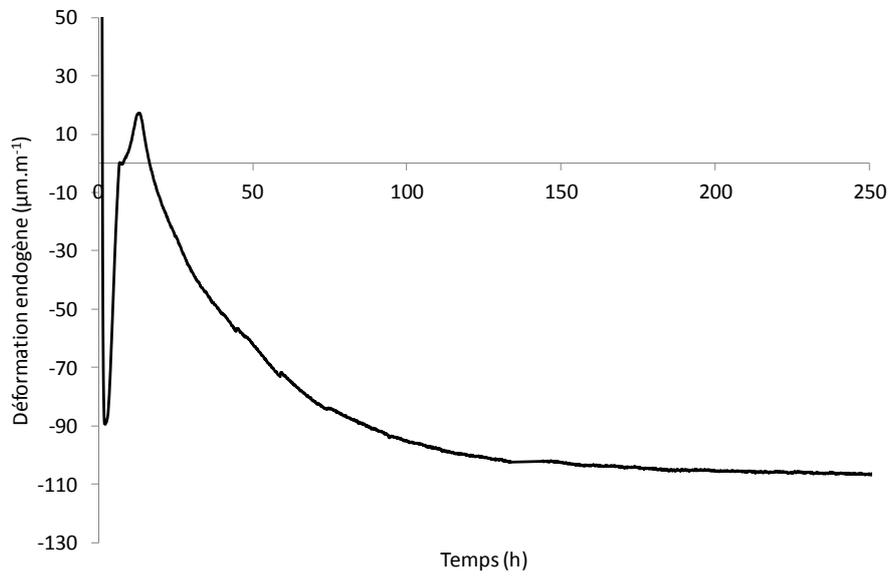


Figure O-5 : Evolution des déformations endogènes du béton R1bis recalé à  $t_0 = 6\text{h}45$ .

# ANNEXE P. COMPORTEMENT AU JEUNE AGE

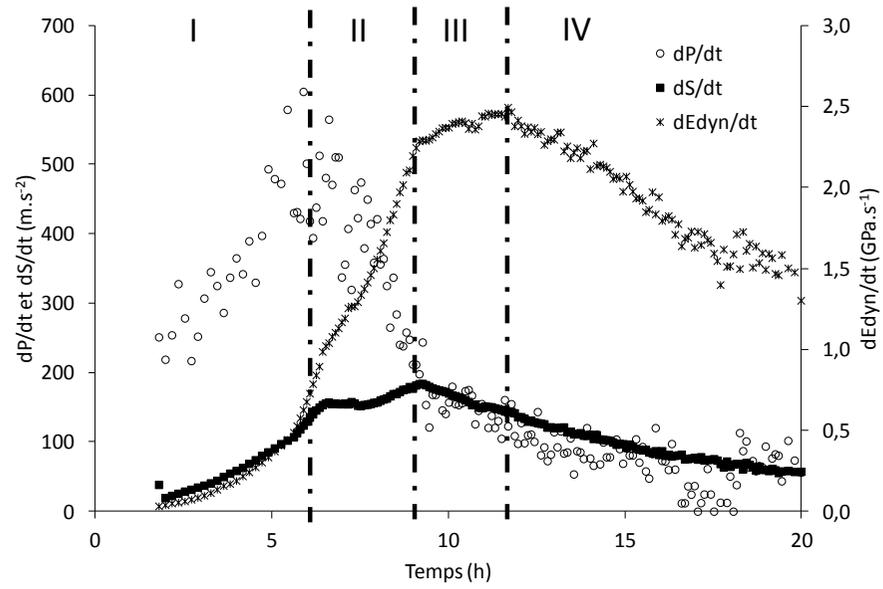


Figure P-1 : Comportement au jeune âge du béton B1.

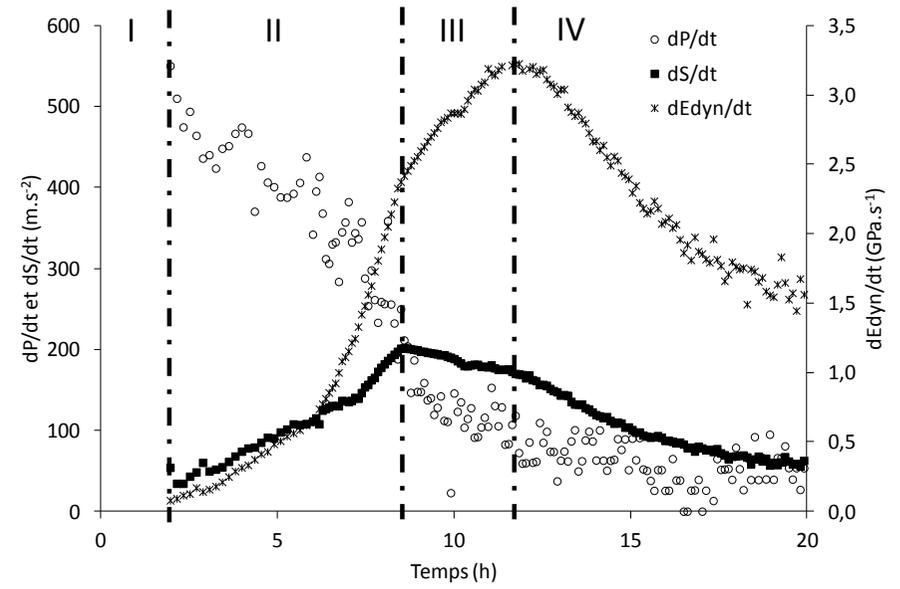


Figure P-2 : Comportement au jeune âge du béton B2

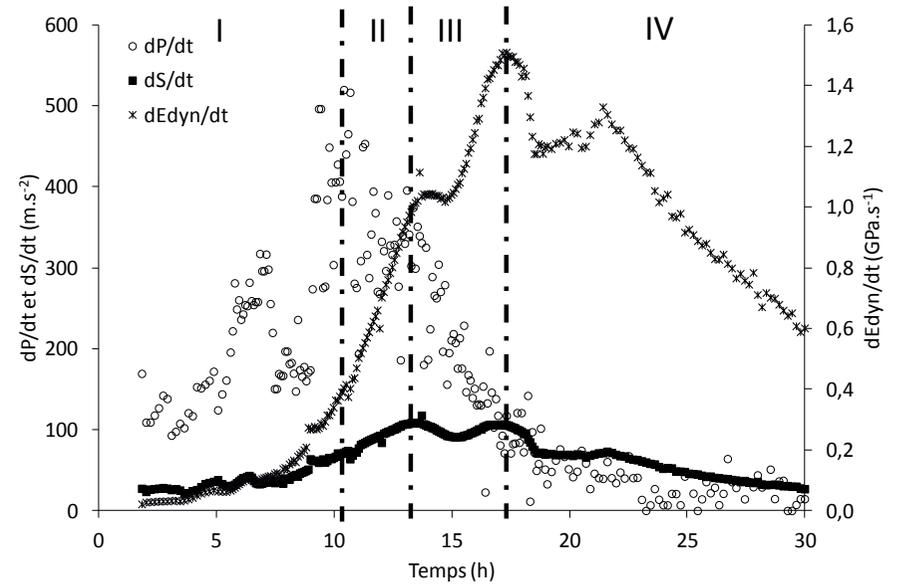


Figure P-3 : Comportement au jeune âge du béton B5.

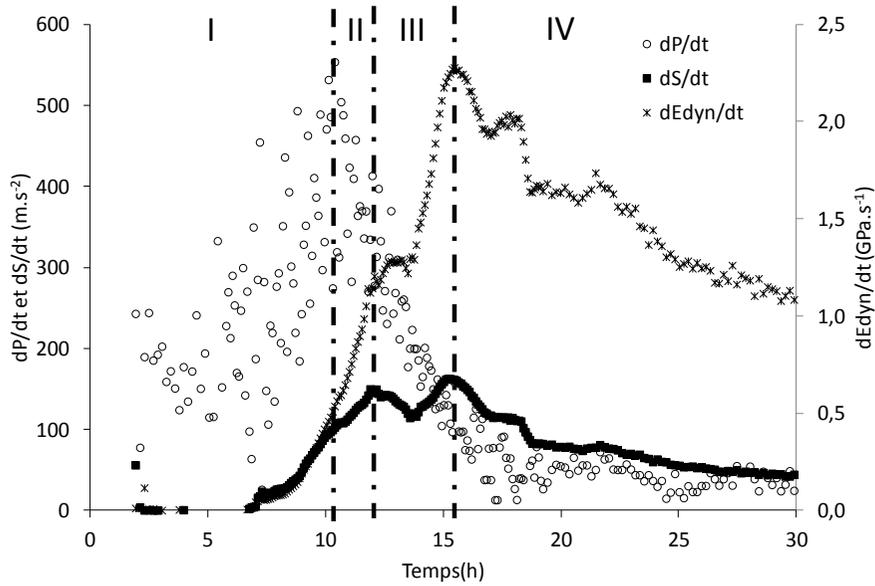


Figure P-4 : Comportement au jeune âge du béton B6.

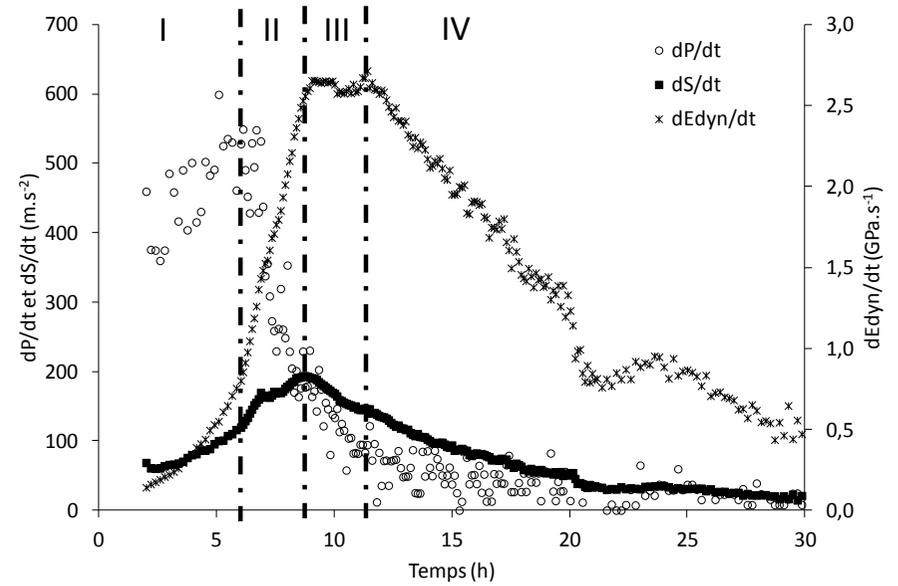


Figure P-5 : Comportement au jeune âge du béton B7.

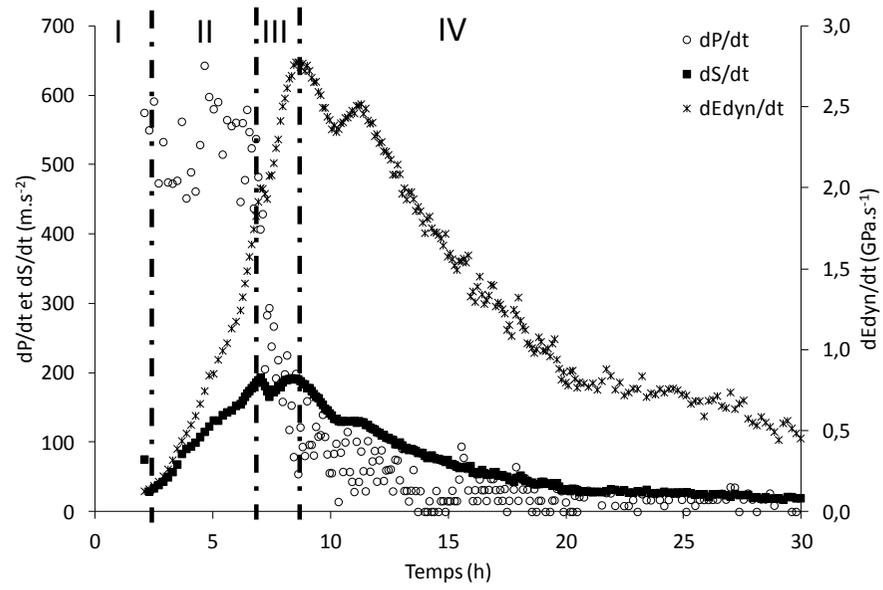


Figure P-6 : Comportement au jeune âge du béton B8.

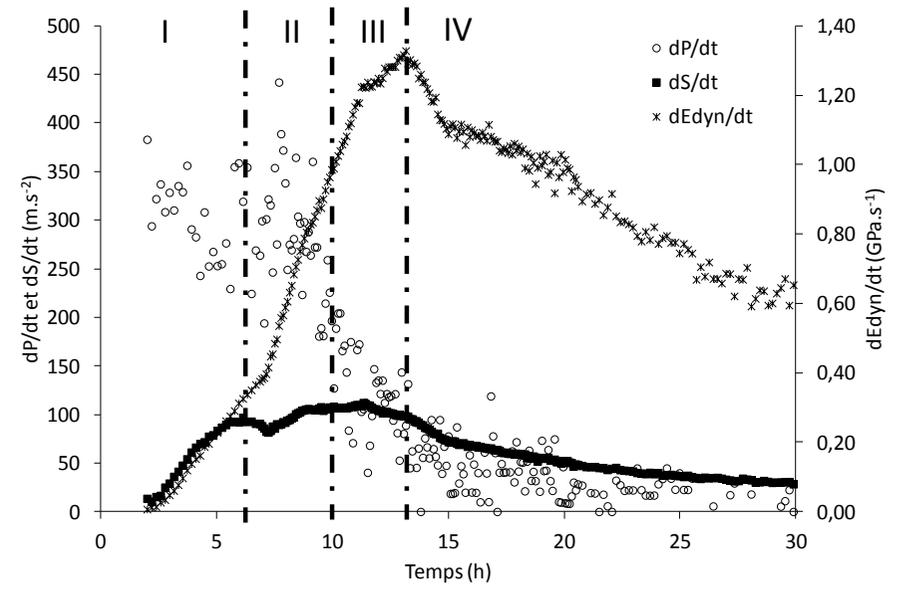


Figure P-7 : Comprtement au jeune âge du béton B9.



## ANNEXE Q. EVOLUTION DU MODULE D'YOUNG STATIQUE ET DYNAMIQUE

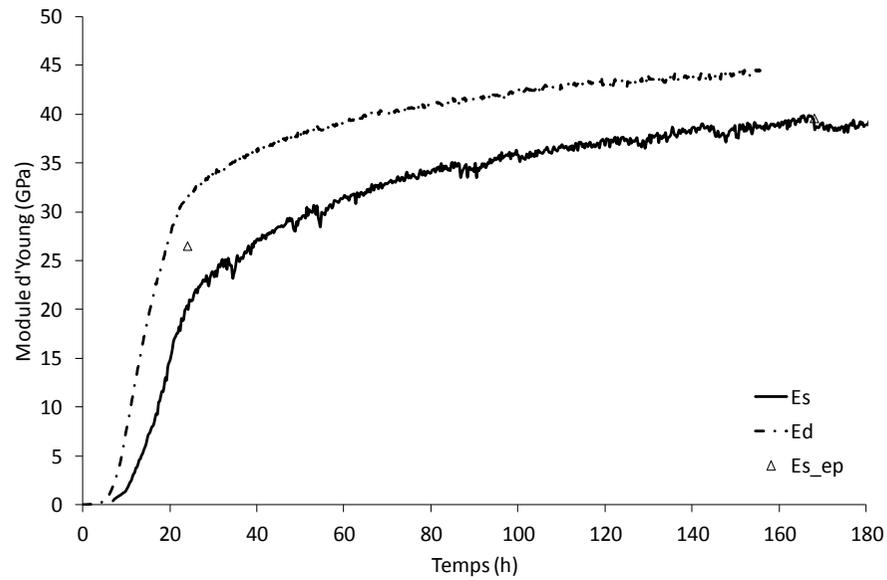


Figure Q-1 : Evolution du module d'Young statique et dynamique du béton B1.

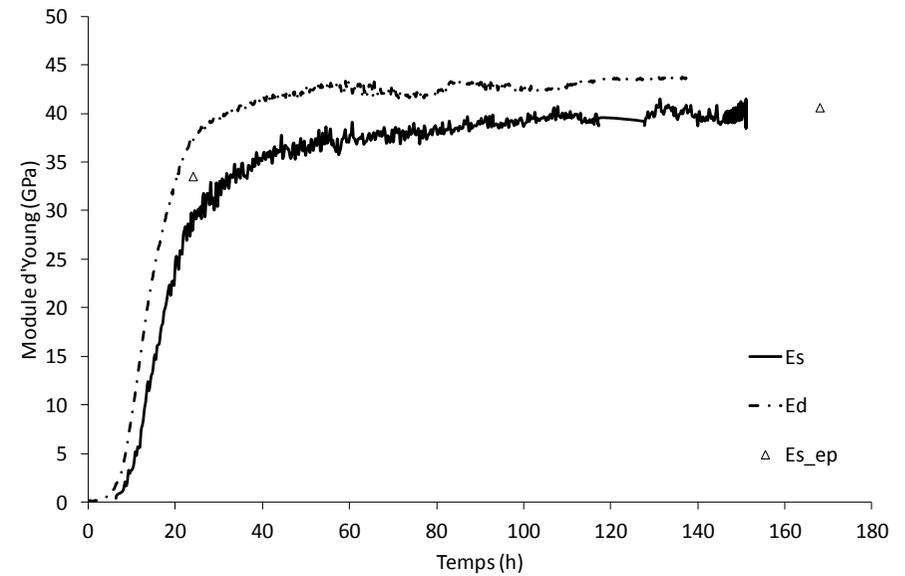


Figure Q-2 : Evolution du module d'Young statique et dynamique du béton B2.

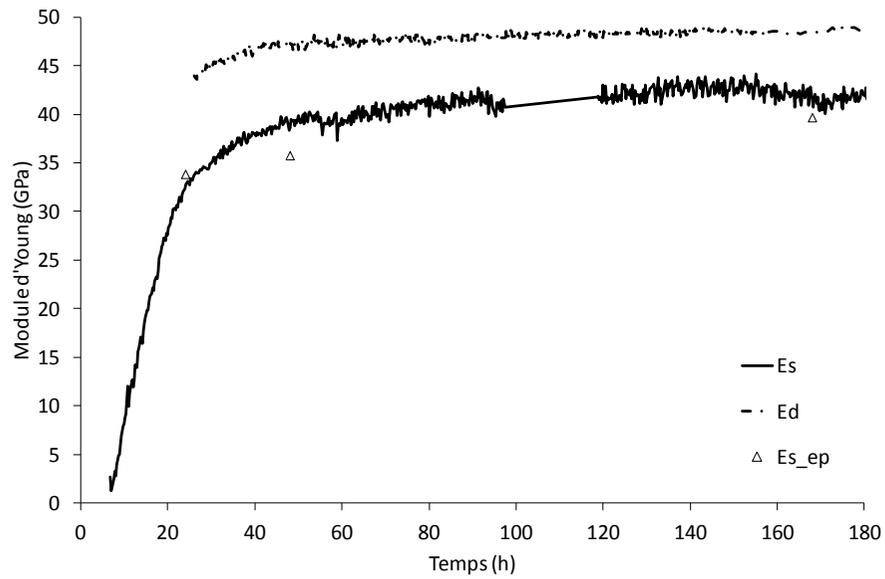


Figure Q-3 : Evolution du module d'Young statique et dynamique du béton B4.

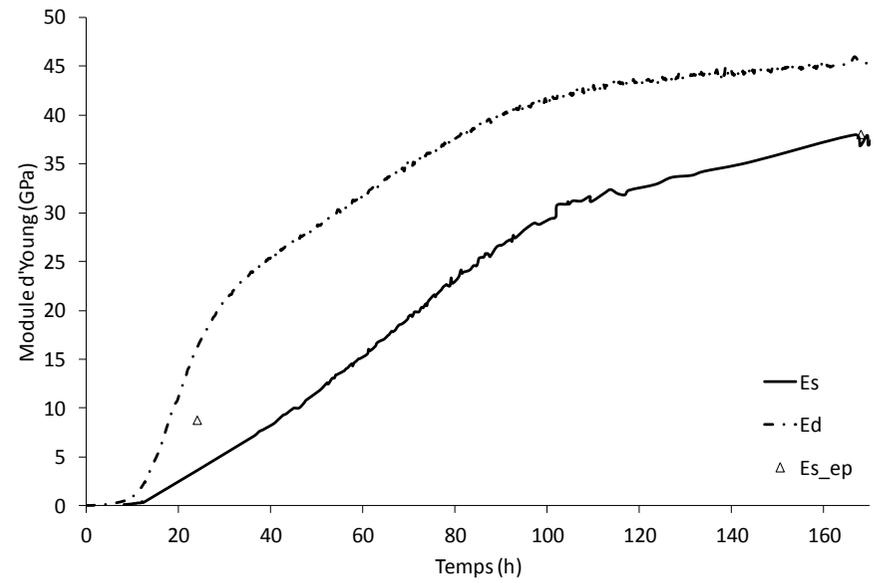


Figure Q-4 : Evolution du module d'Young statique et dynamique du béton B5.

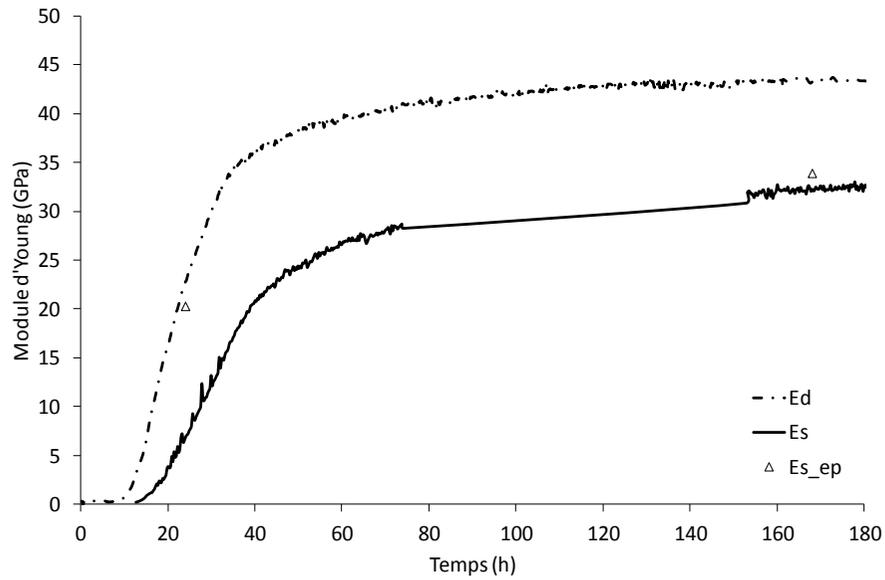


Figure Q-5 : Evolution du module d'Young statique et dynamique du béton B6.

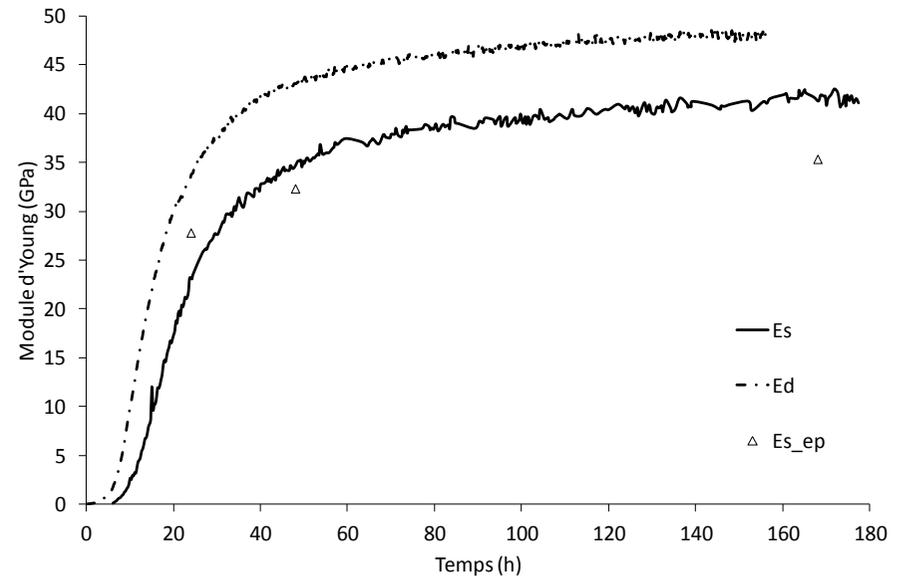


Figure Q-6 : Evolution du module d'Young statique et dynamique du béton B7.

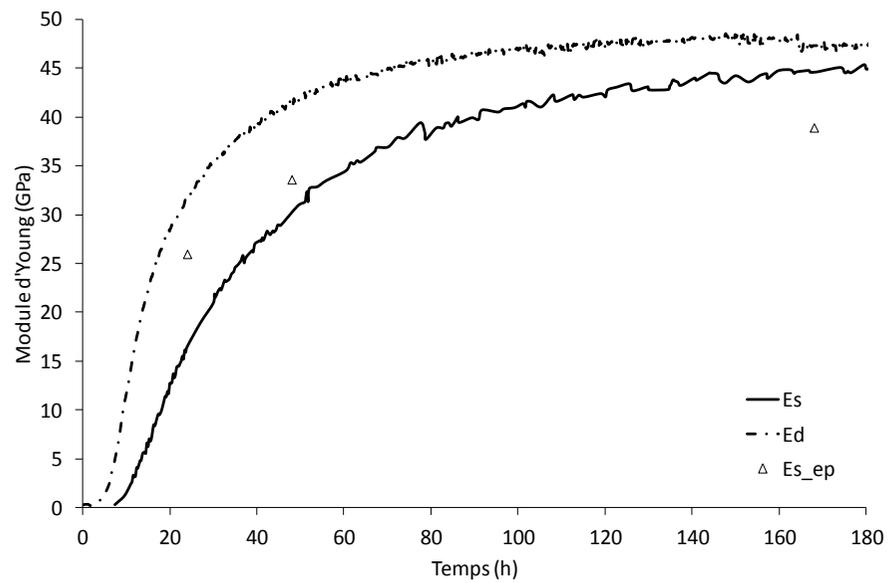


Figure Q-7 : Evolution du module d'Young statique et dynamique du béton B8.

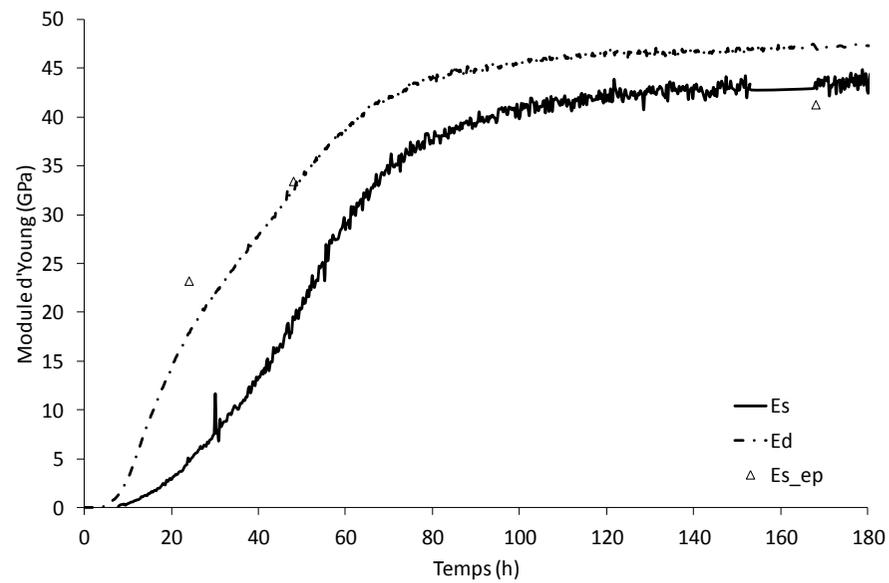


Figure Q-8 : Evolution du module d'Young statique et dynamique du béton B9.



# ANNEXE R. DEFORMATION DE FLUAGE

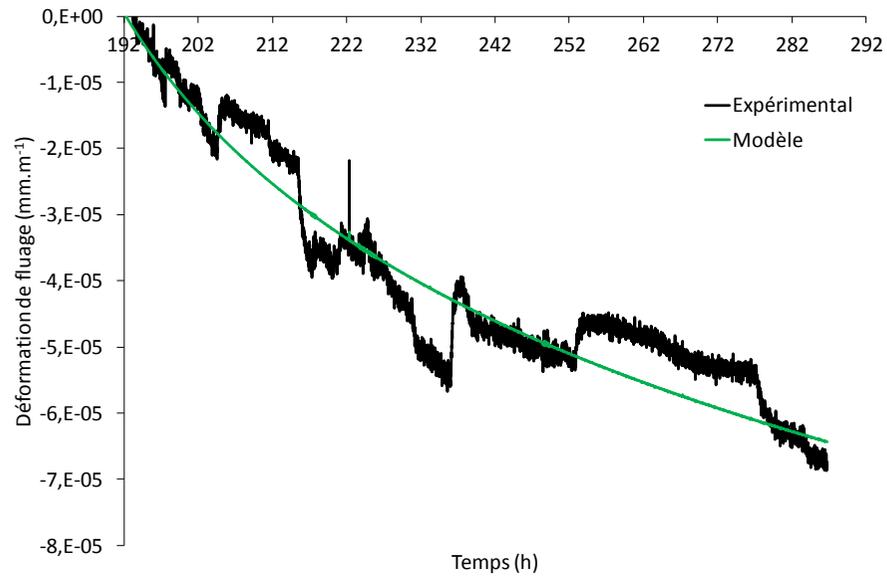


Figure R-1 : Fluage du béton B1.

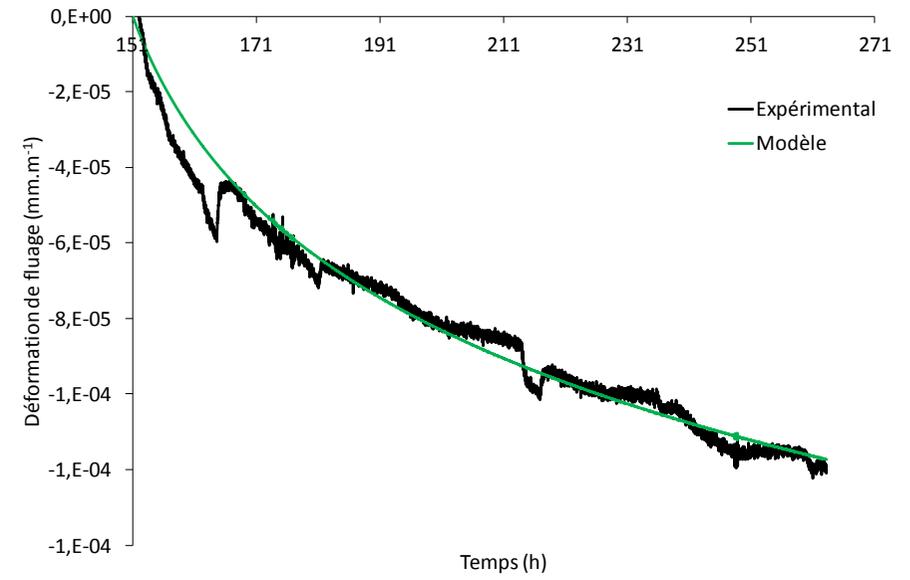


Figure R-2 : Fluage du béton B2.

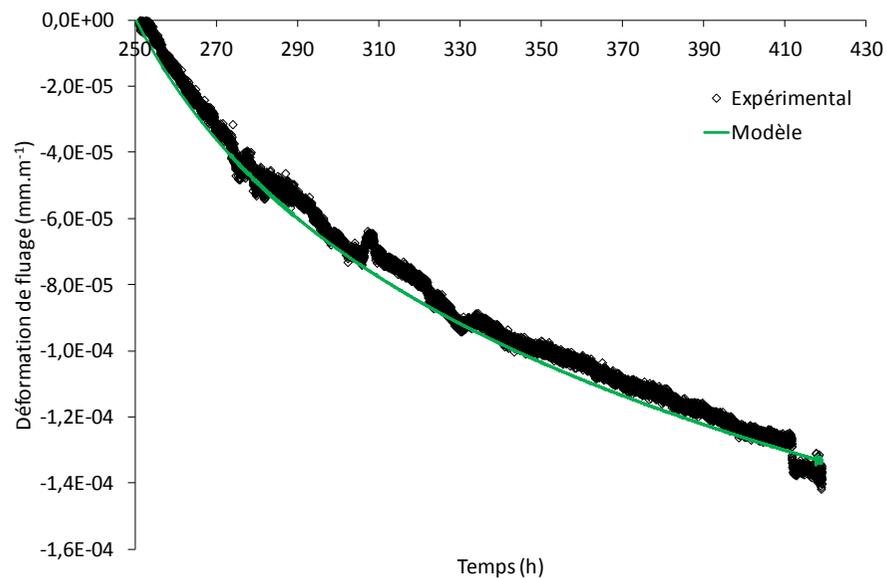


Figure R-3 : Fluage du béton B4.

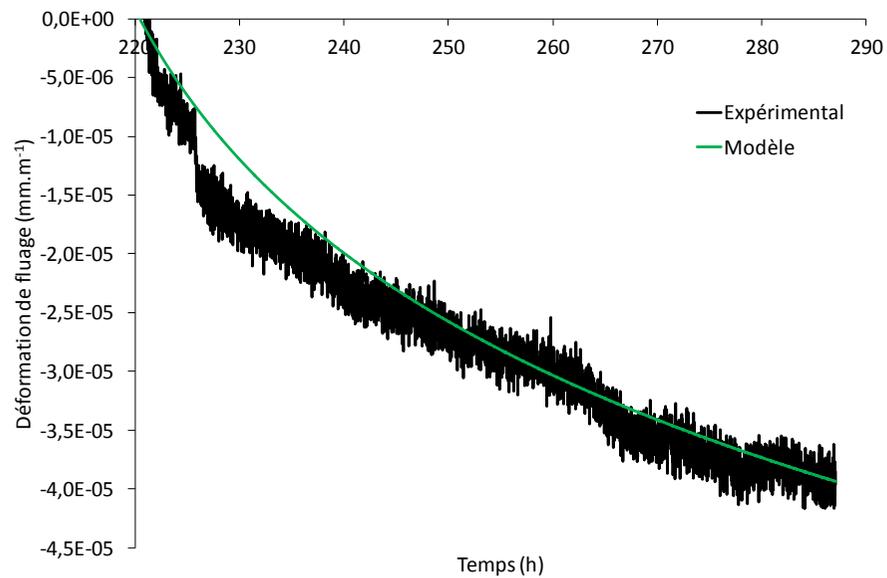


Figure R-5 : Fluage du béton B6.

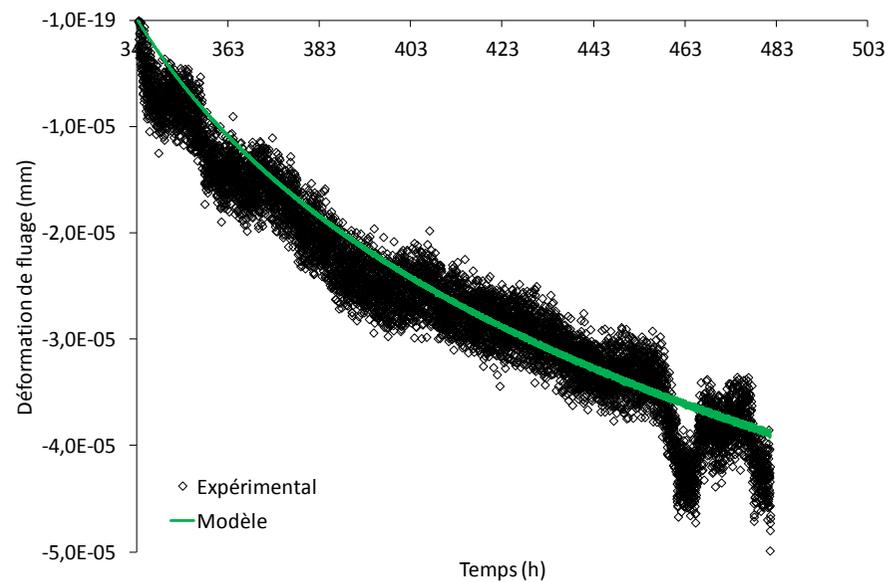


Figure R-4 : Fluage du béton B5.

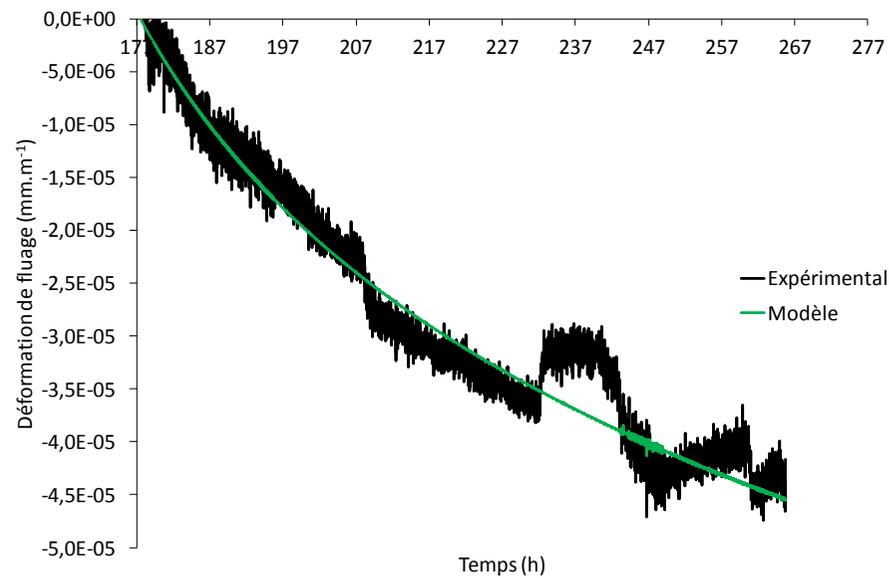


Figure R-6 : Fluage du béton B7.

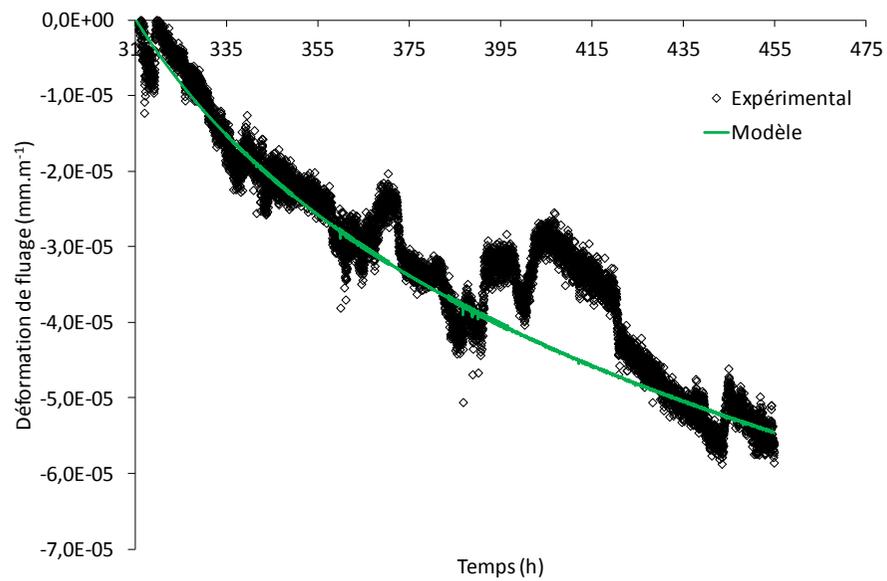


Figure R-7 : Fluage du béton B8.

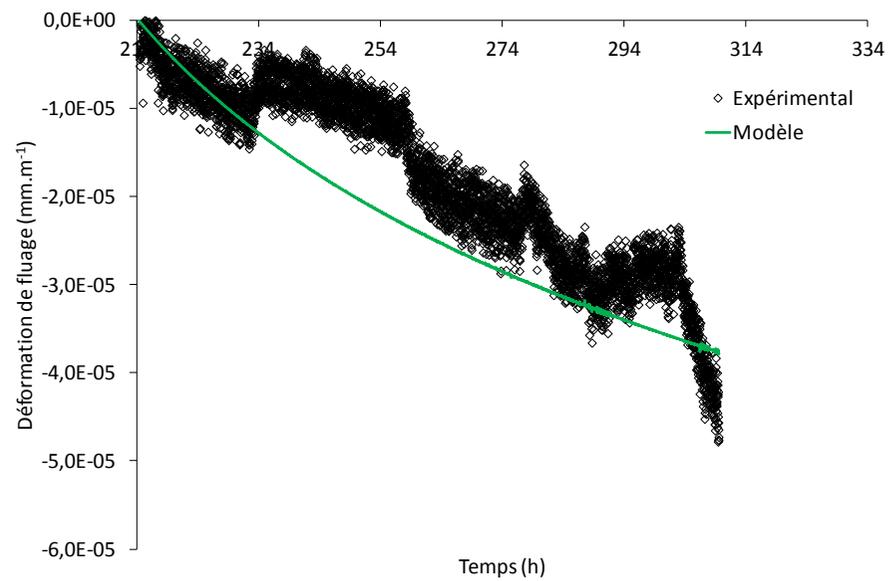


Figure R-8 : Fluage du béton B9.



# ANNEXE S. DEFORMATION ENDOGENE

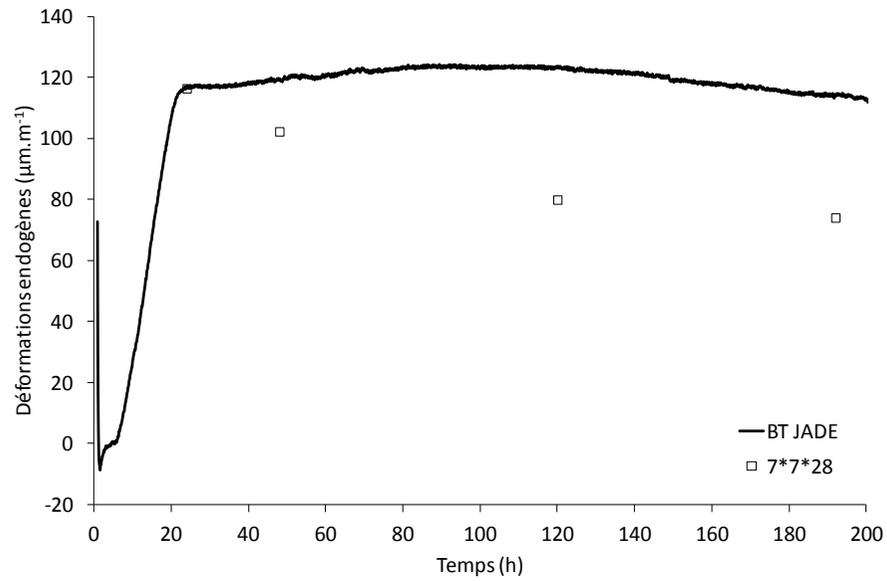


Figure S-1 : Déformations endogènes du béton B1.

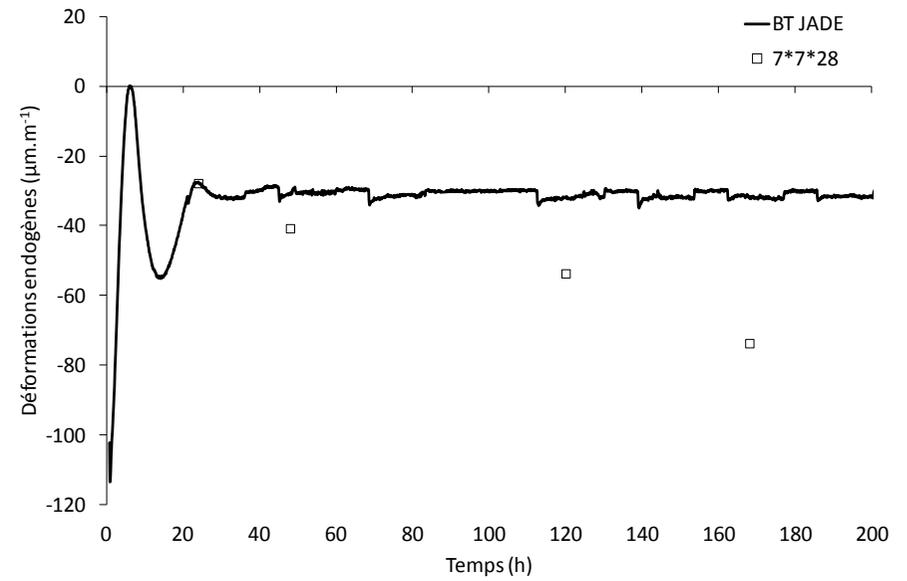


Figure S-2 : Déformations endogènes du béton B2.

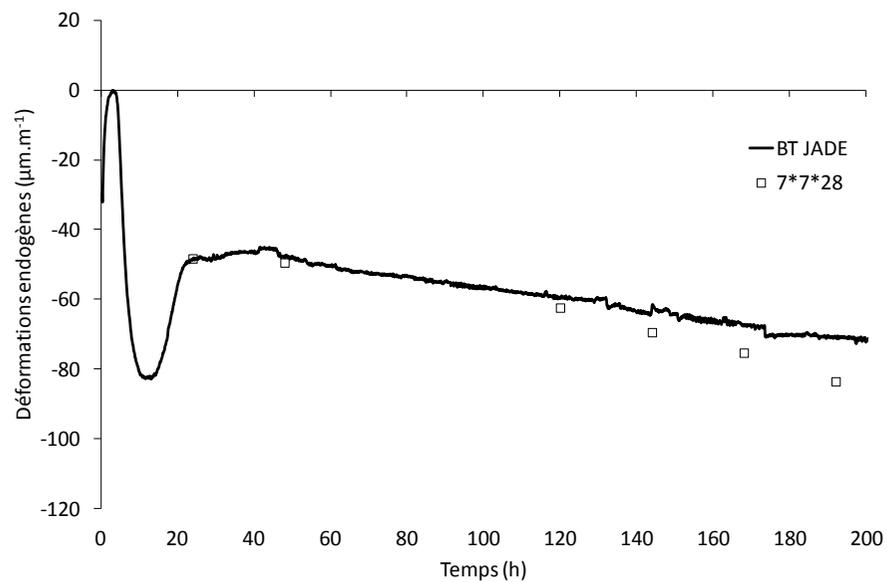


Figure S-3 : Déformations endogènes du béton B4.

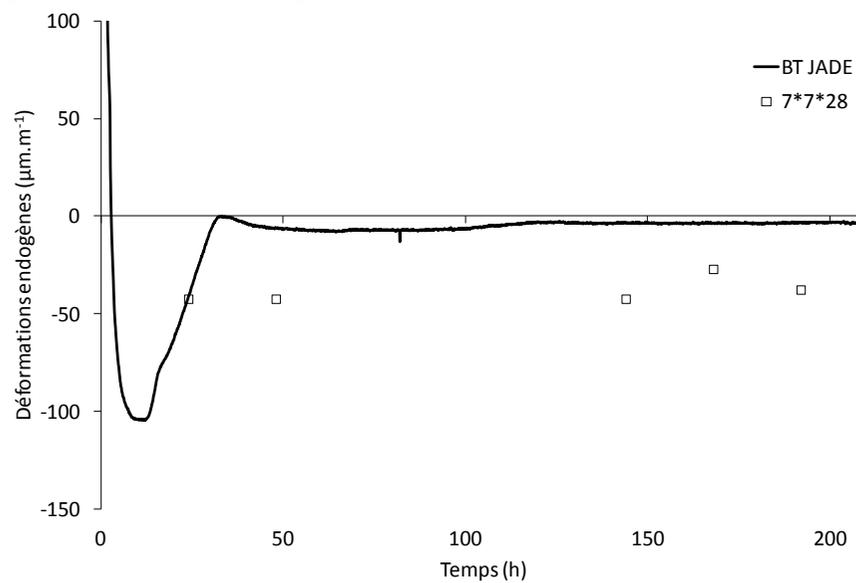


Figure S-5 : Déformations endogènes du béton B6.

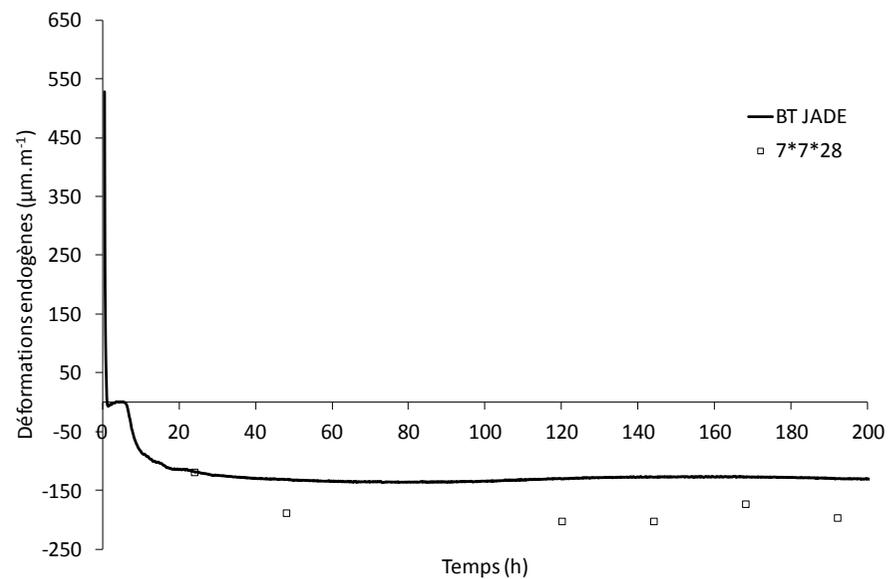


Figure S-4 : Déformations endogènes du béton B5.

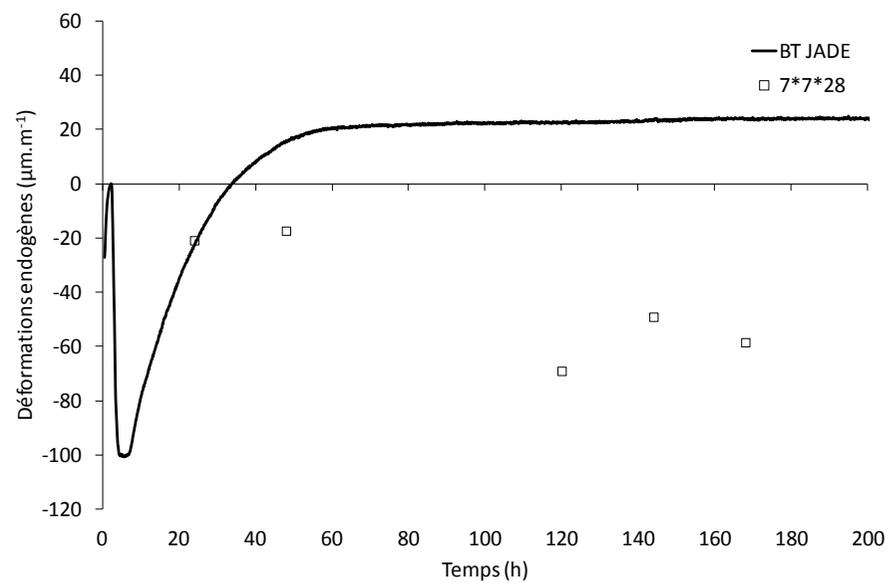


Figure S-6 : Déformation endogènes du béton B7.

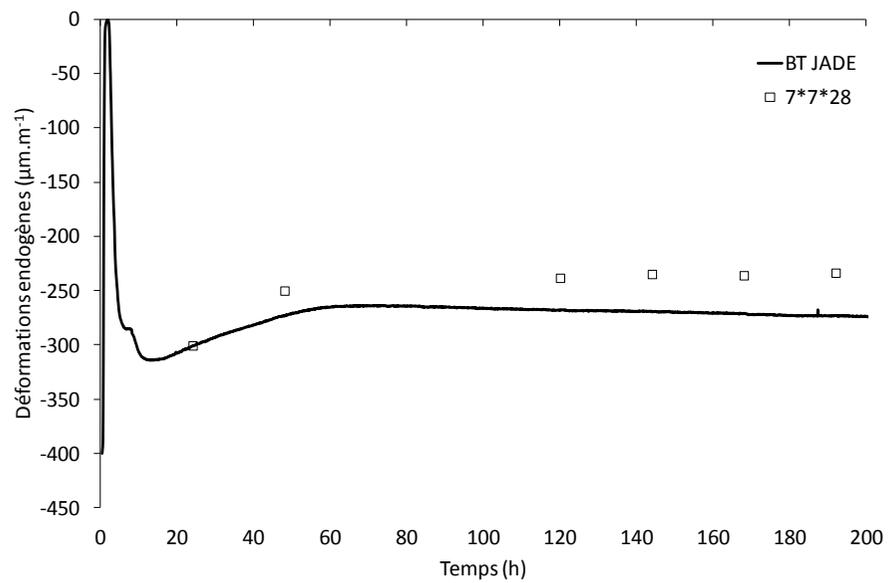


Figure S-7 : Déformations endogènes du béton B8.

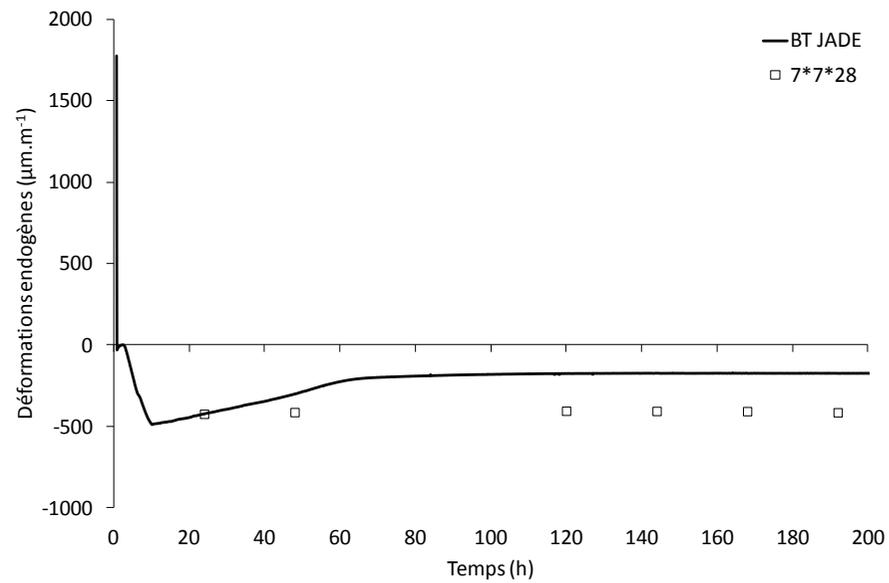


Figure S-8 : Déformations endogènes du béton B9.



## **ANNEXE T. BT-RING – ETUDE DU RISQUE DE FISSURATION AU JEUNE AGE**

Dans cette annexe sont présentés les différents résultats obtenus pour les essais BT-Ring des bétons étudiés, avec les déformations à vide brutes, après correction thermique et recalage à zéro, les contraintes à vide, le cycle thermique imposé durant l'essai, et les déformations brutes et après correction thermique lors de l'essais, ainsi que les contraintes obtenues dans le béton et la comparaison avec les résistances en traction du béton selon le temps équivalent à 20 °C. A noter que les deux types de jauges n'ont été utilisés que pour le béton B2.

### **T.1. ESSAI A L'ANNEAU DU BETON B2**

Dans cette partie sont présentées les données obtenues pour le béton B2. Ce béton a été étudié avec les jauges acier et les jauges quartz. Il y a donc ici les résultats avec les deux types de jauges, et la comparaison des contraintes mesurées selon chaque jauge. Le coefficient de correction  $\alpha_1$  pour ce béton est de -1,5 pour les jauges quartz.

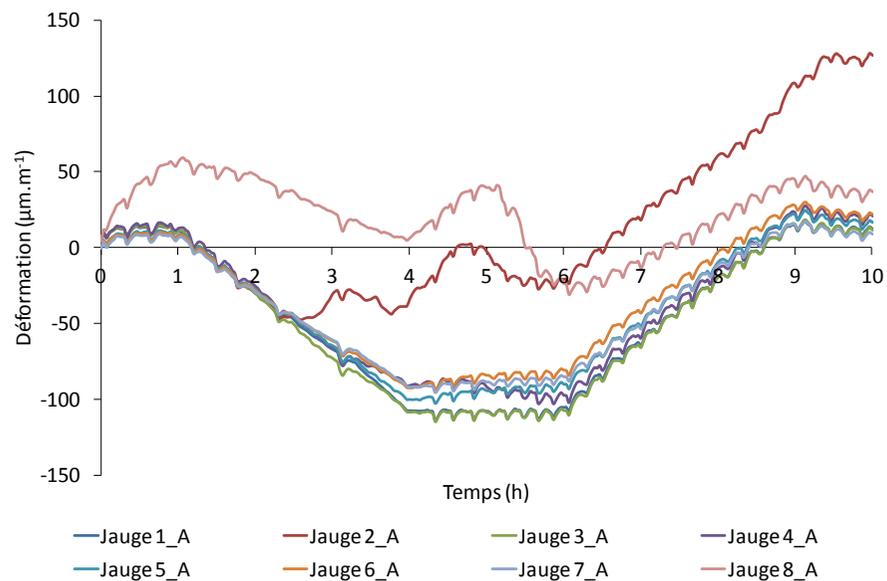


Figure T.1-1 : Déformation brute à vide - jauges acier - du béton B2.

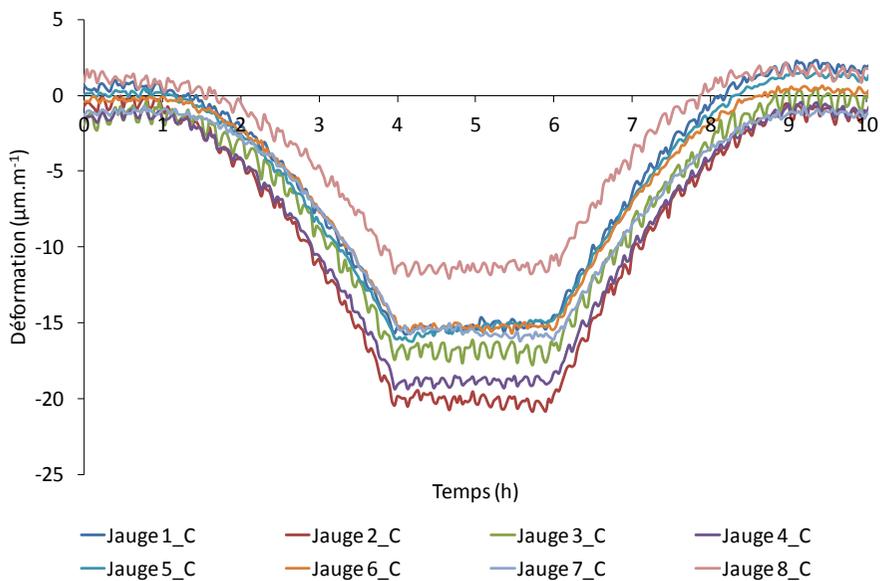


Figure T.1-3 : Déformation brute à vide - jauges quartz - du béton B2.

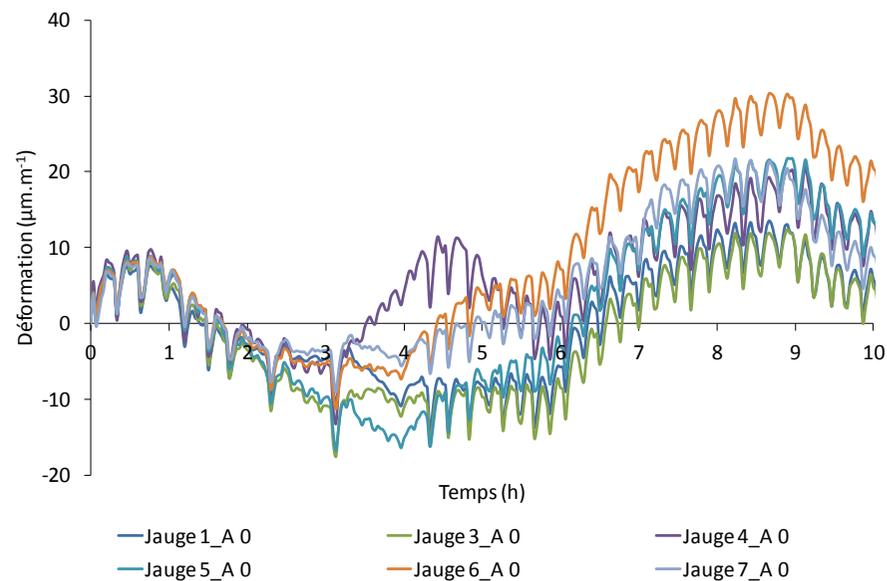


Figure T.1-2 : Déformation à vide après correction thermique et recalage à zéro - jauges acier - du béton B2.

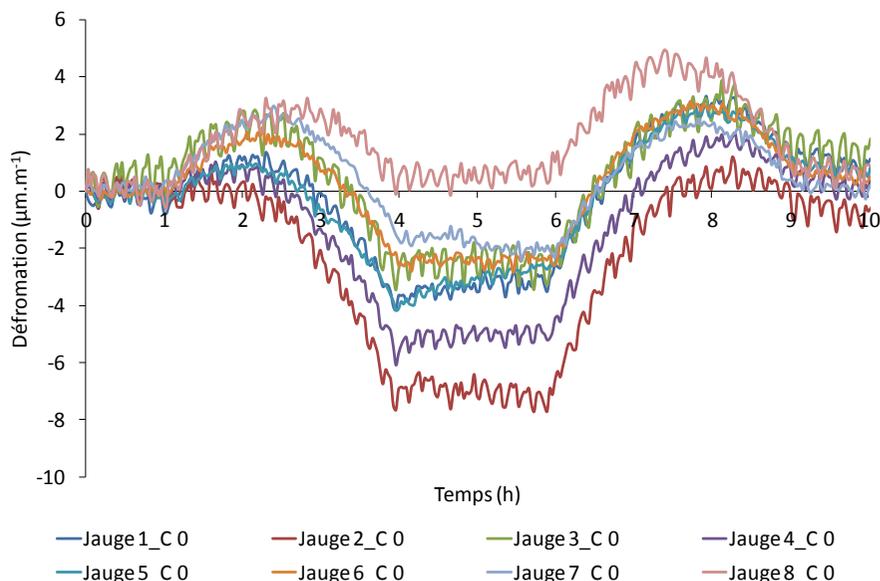


Figure T.1-4 : Déformation à vide après correction thermique et recalage à zéro - jauges quartz - du béton B2.

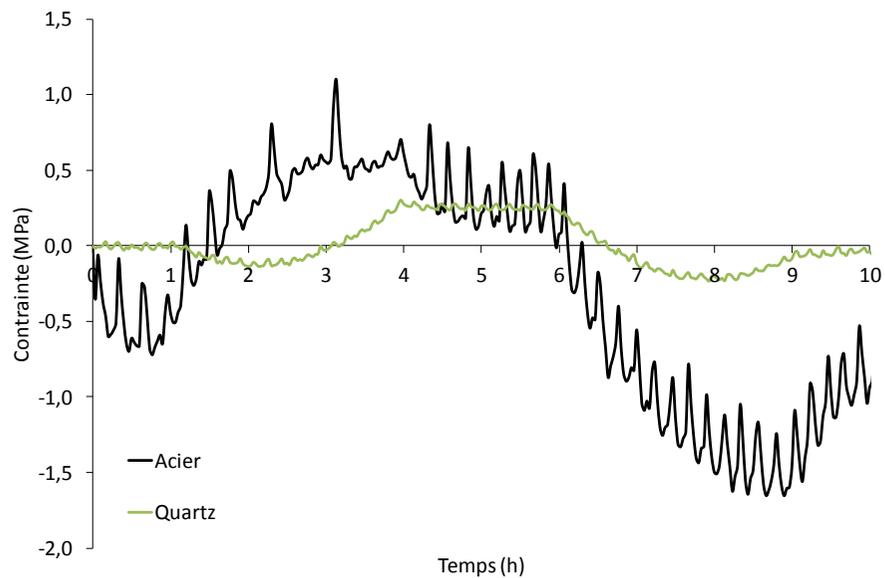


Figure T.1-5 : Contrainte à vide du béton B2.

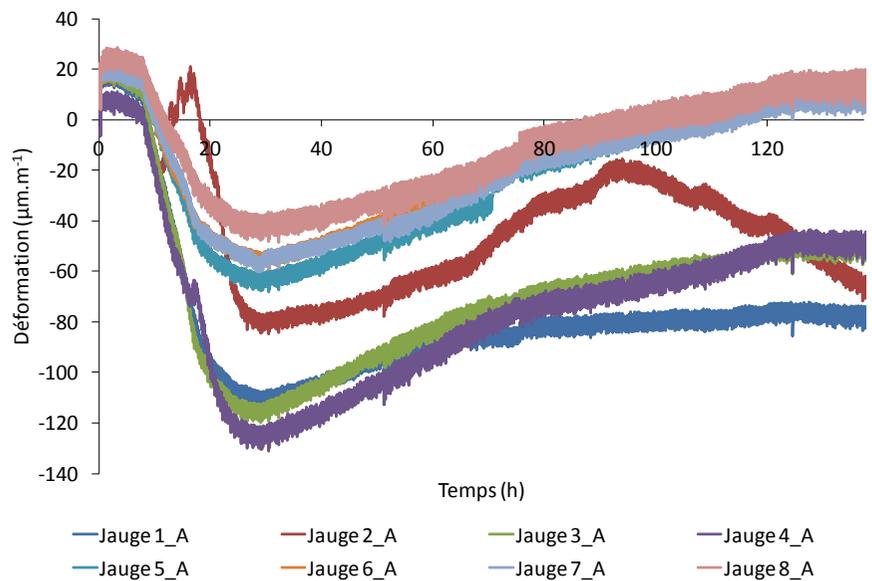


Figure T.1-7 : Déformation brute - jauges acier - du béton B2.

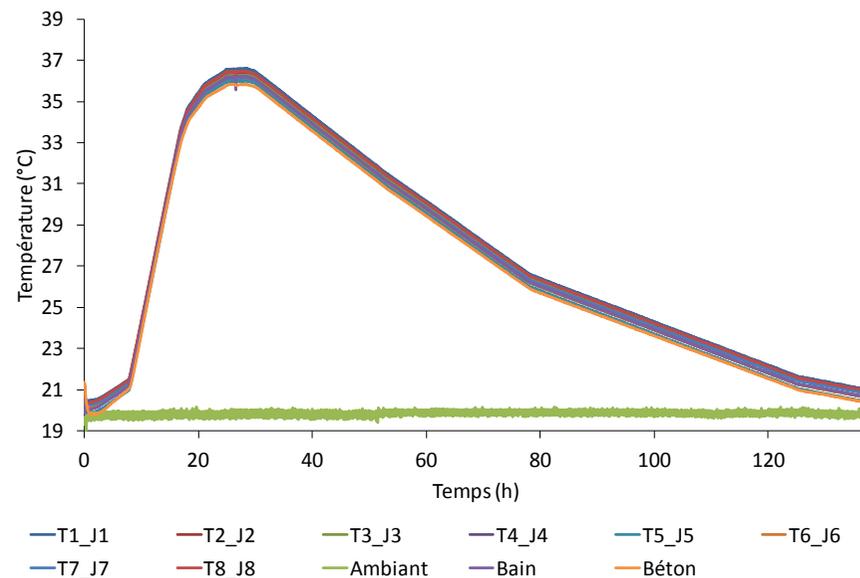


Figure T.1-6 : Cycle de température imposé du béton B2.

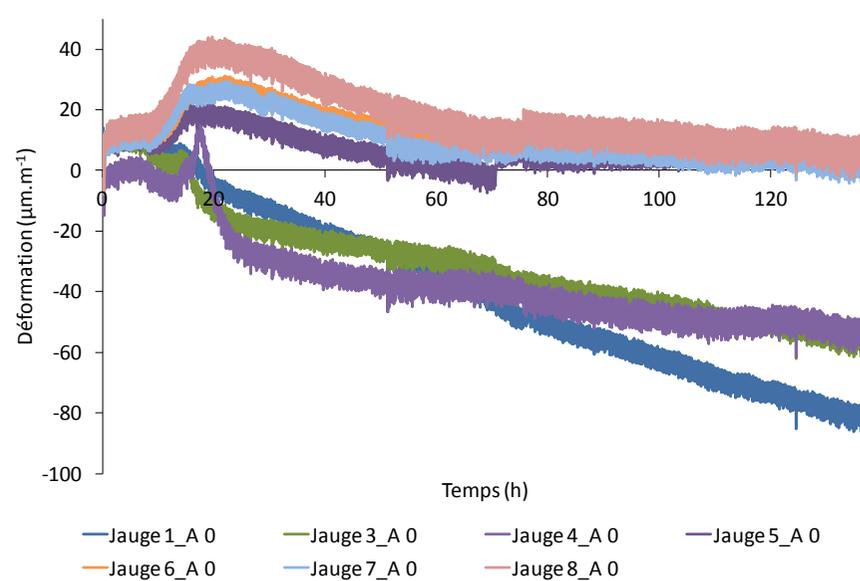


Figure T.1-8 : Déformation après correction thermique et recalage à zéro - jauges acier - du béton B2.

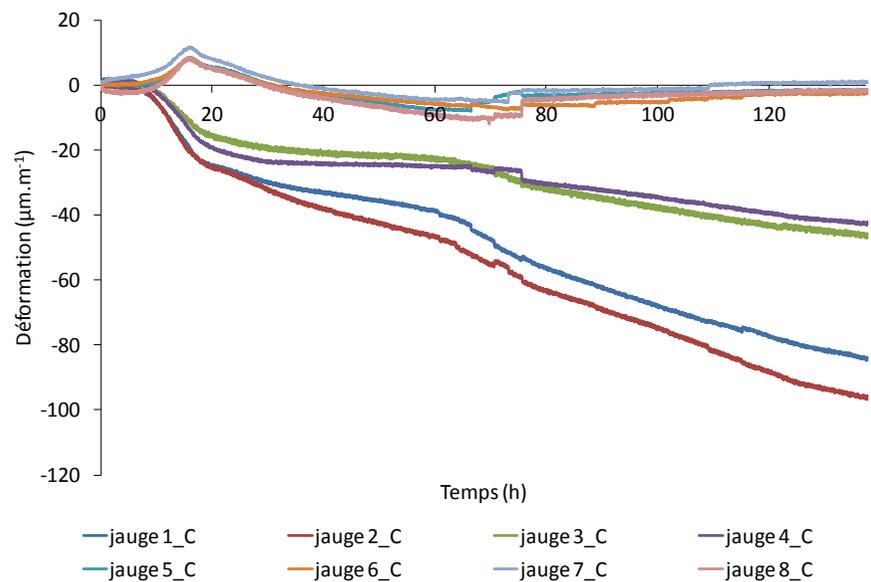


Figure T.1-9 : Déformation brute - jauges quartz - du béton B2.

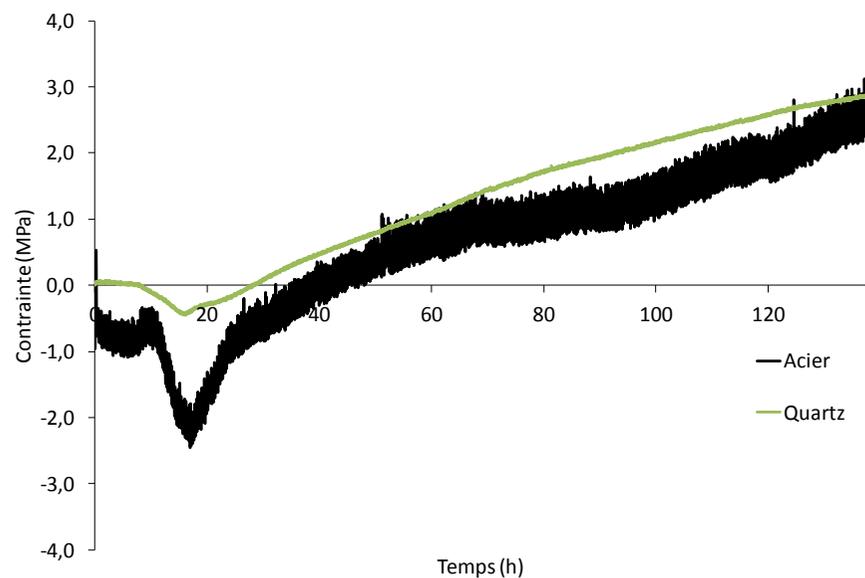


Figure T.1-11 : Contrainte du béton B2.

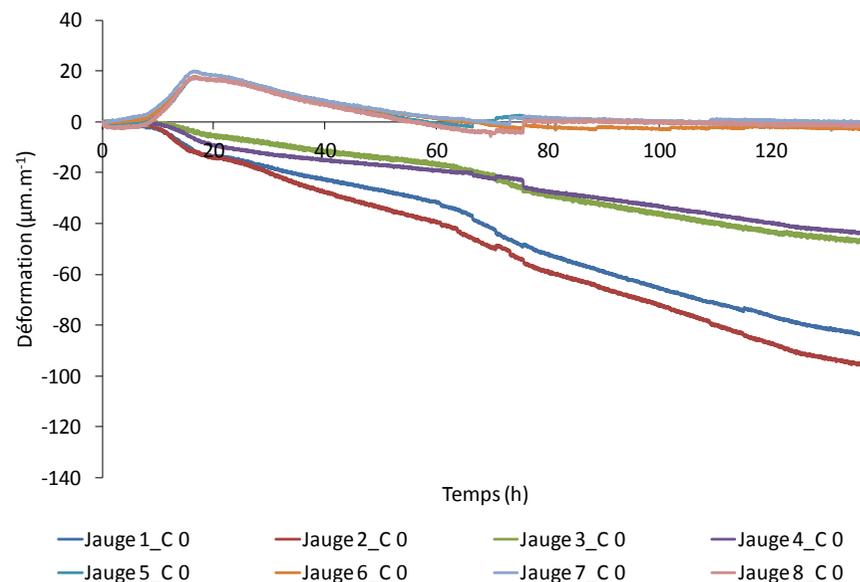


Figure T.1-10 : Déformation après correction thermique et recalage à zéro - jauges quartz - du béton B2.

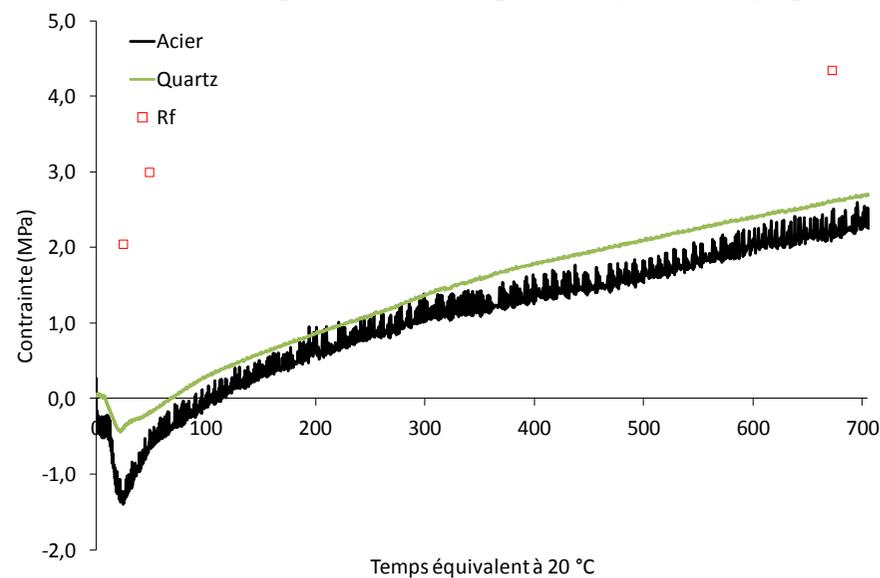


Figure T.1-12 : Contrainte et résistances en traction du béton B2 en fonction du temps équivalent à 20 °C.

## T.2. ESSAI A L'ANNEAU DU BETON B4

Dans cette partie sont présentées les données obtenues pour le béton B4.

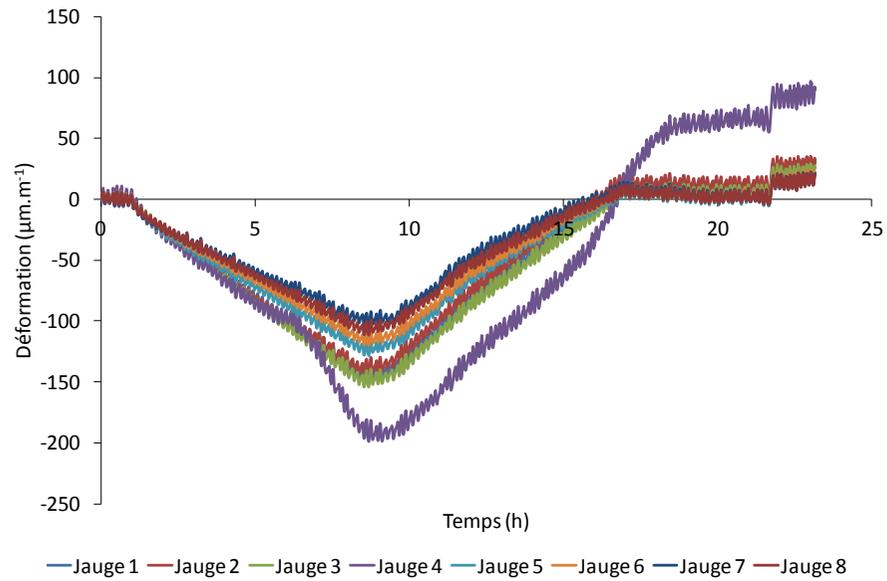


Tableau T.2-1 : Déformation à vide du béton B4.

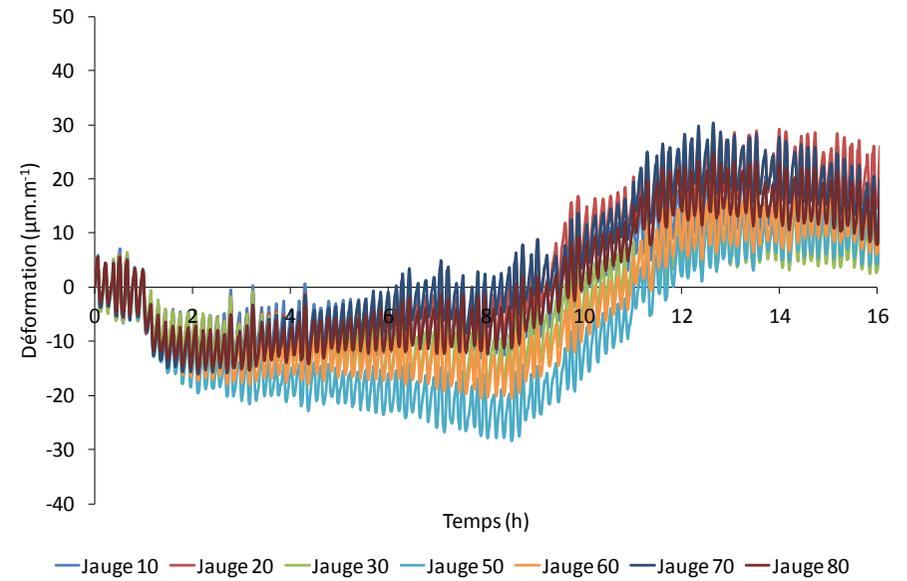


Tableau T.2-2 : Déformation à vide après correction thermique et recalage à zéro du béton B4.

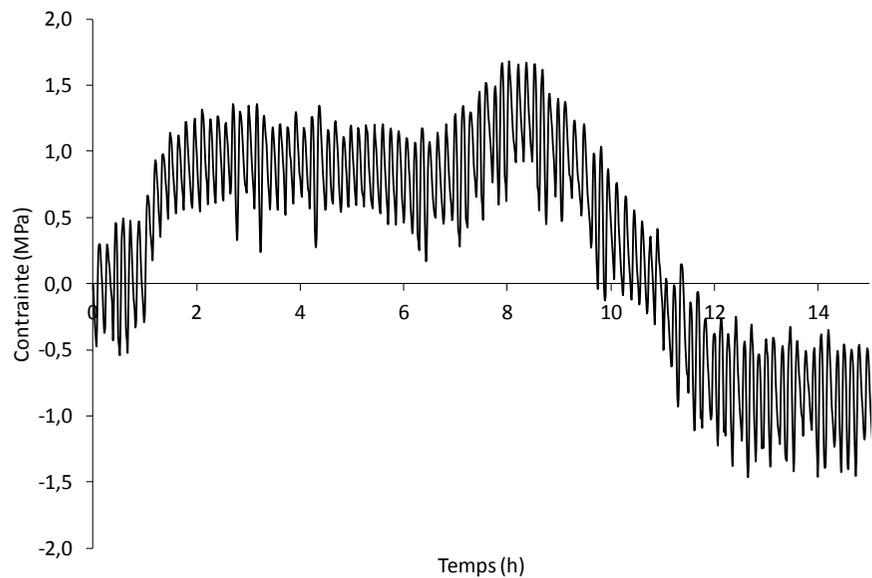


Tableau T.2-3 : Contrainte à vide dans le béton B4.

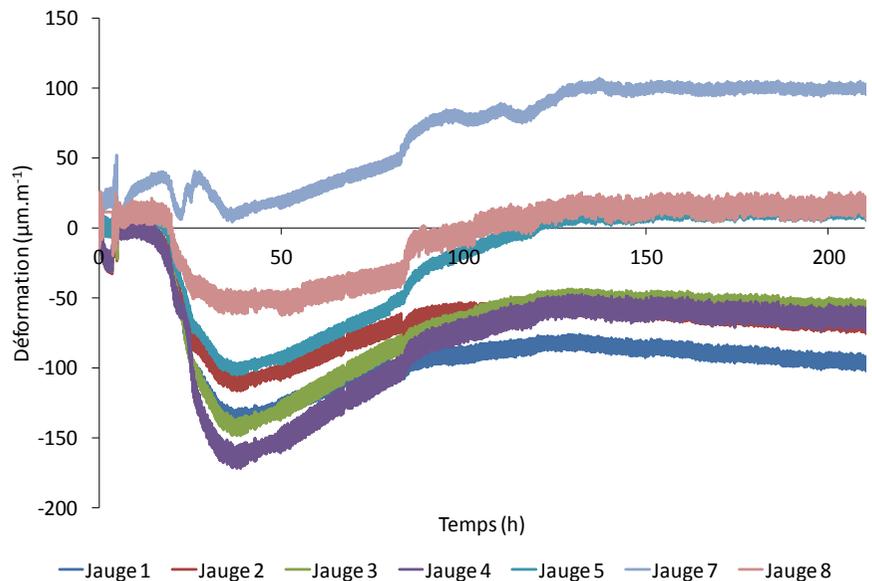


Figure T.2-5 : Déformation brute du béton B4.

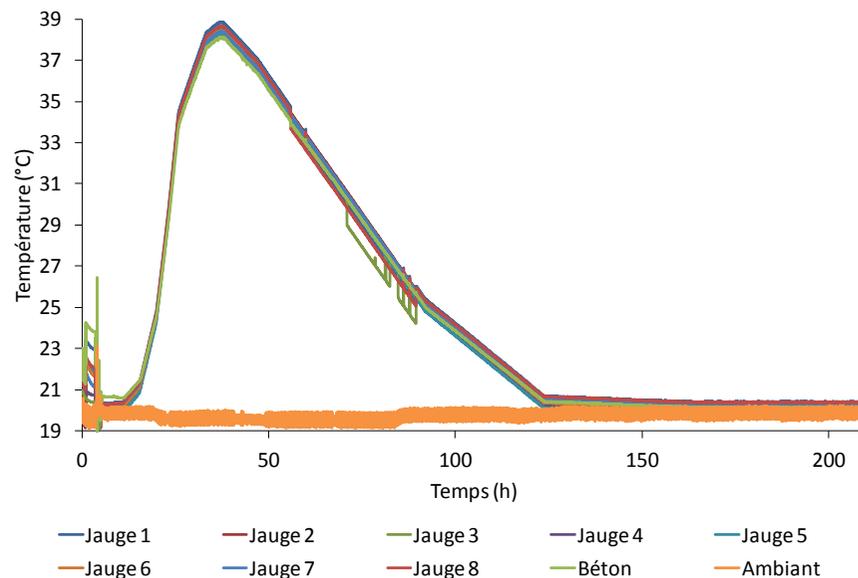


Figure T.2-4 : Cycle thermique imposé pour l'essai à l'anneau du béton B4.

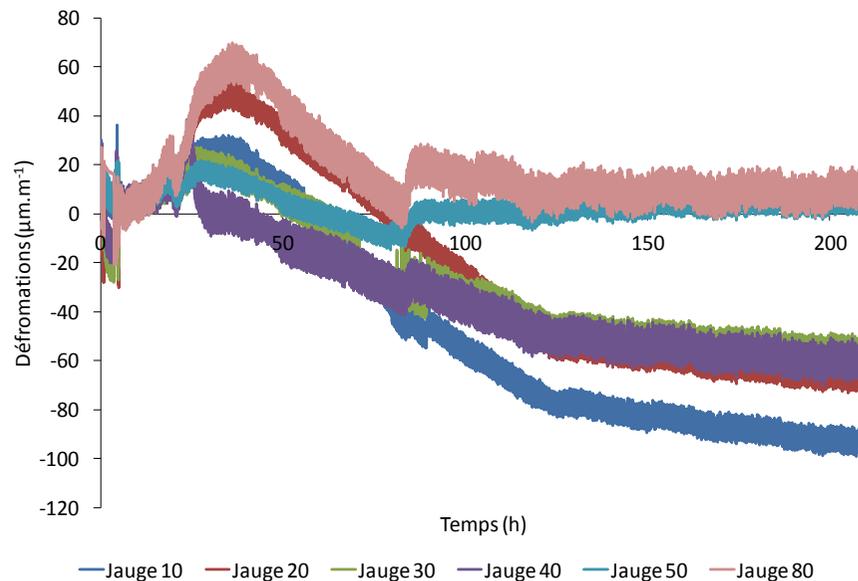


Figure T.2-6 : Déformation après correction thermique et recalage à zéro du béton B4.

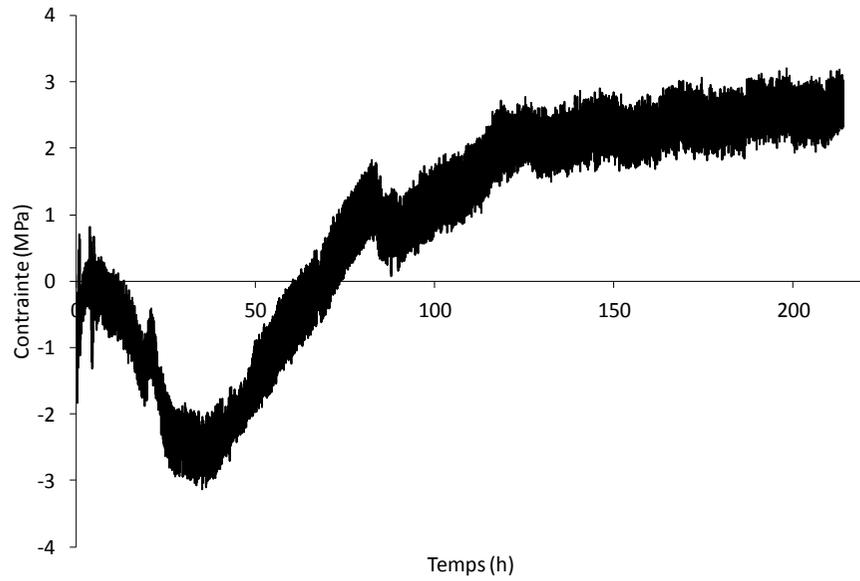


Figure T.2-7 : Contrainte développée dans le béton B4.

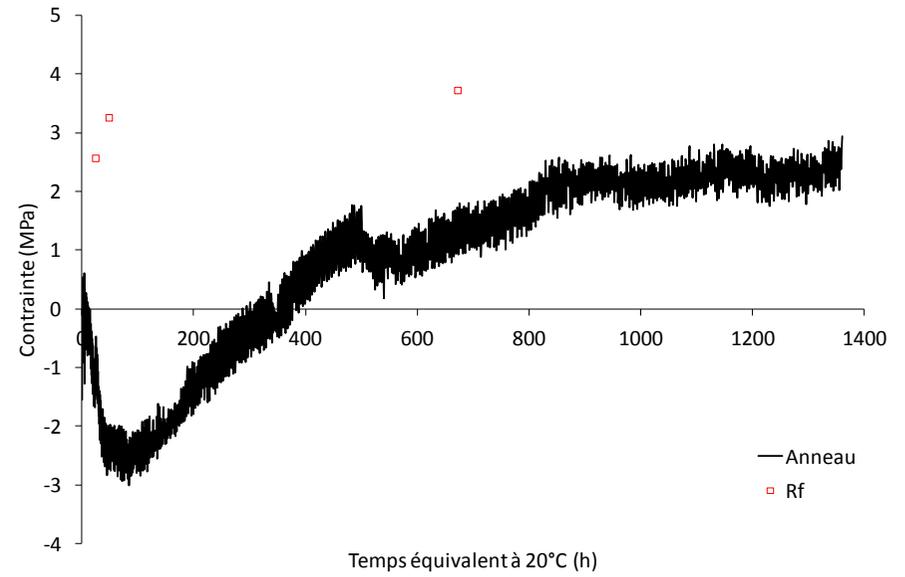


Figure T.2-8 : Contrainte développée dans le béton B4 et résistances en traction en fonction du temps équivalent à 20 °C.

### T.3. ESSAI A L'ANNEAU DU BETON B5

Cette partie présente les résultats pour le béton B5.

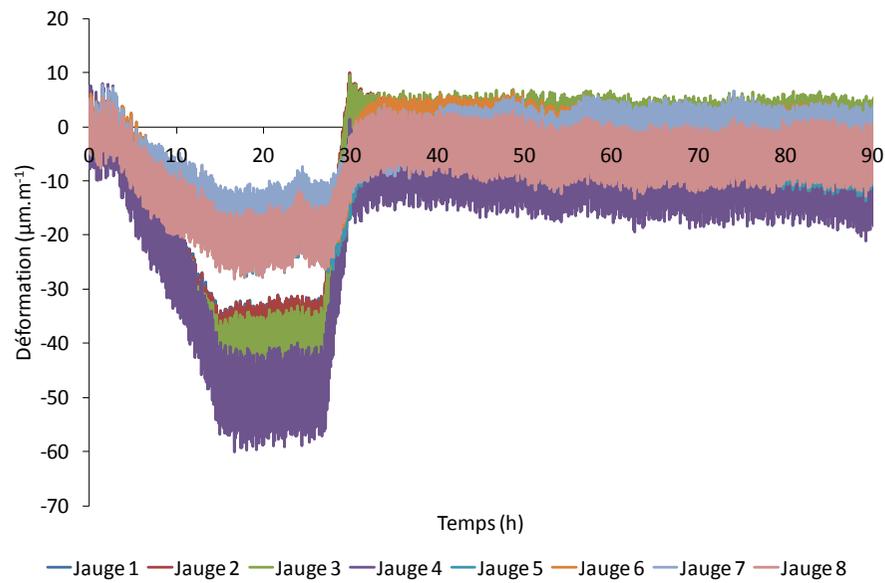


Figure T.3-1 : Déformations à vide du béton B5.

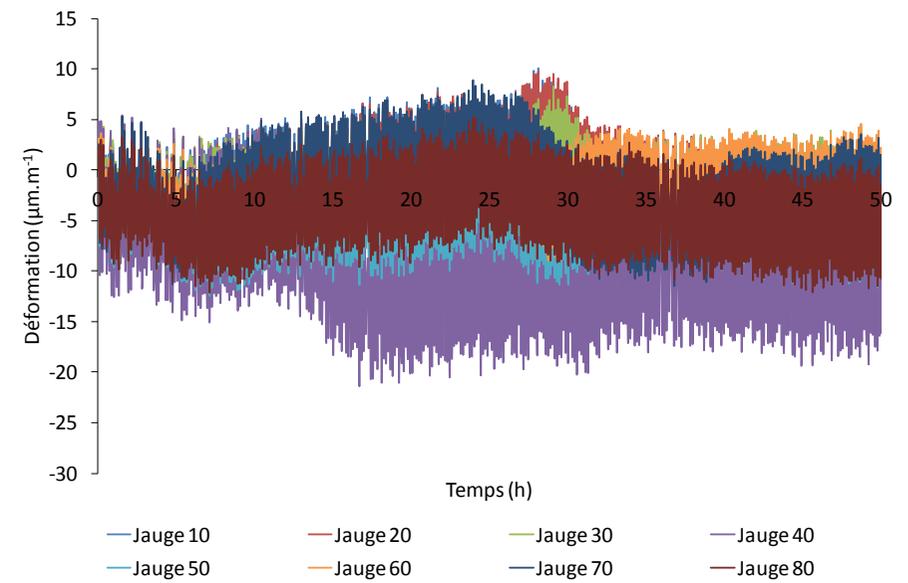


Figure T.3-2 : Déformation à vide après correction thermique et recalage à zéro du béton B5.

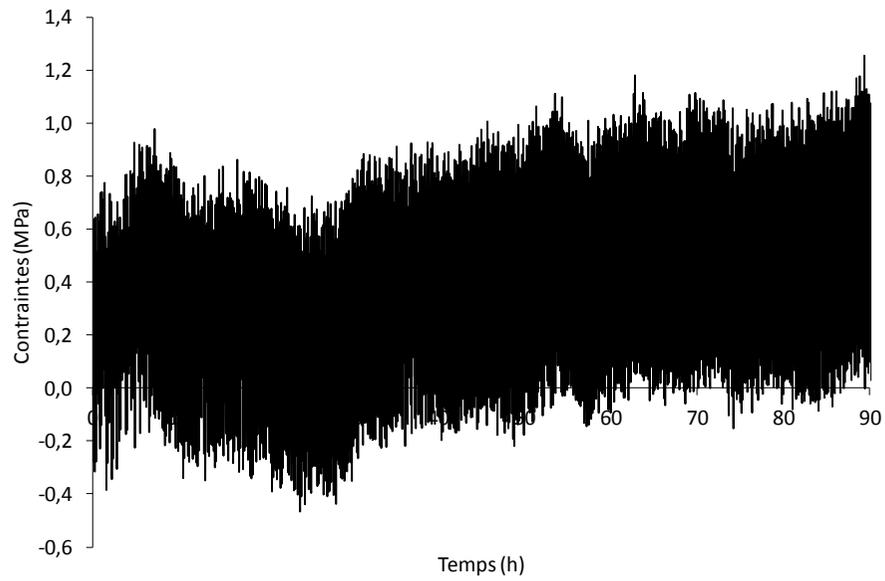


Figure T.3-3 : Contrainte développée à vide dans le béton B5.

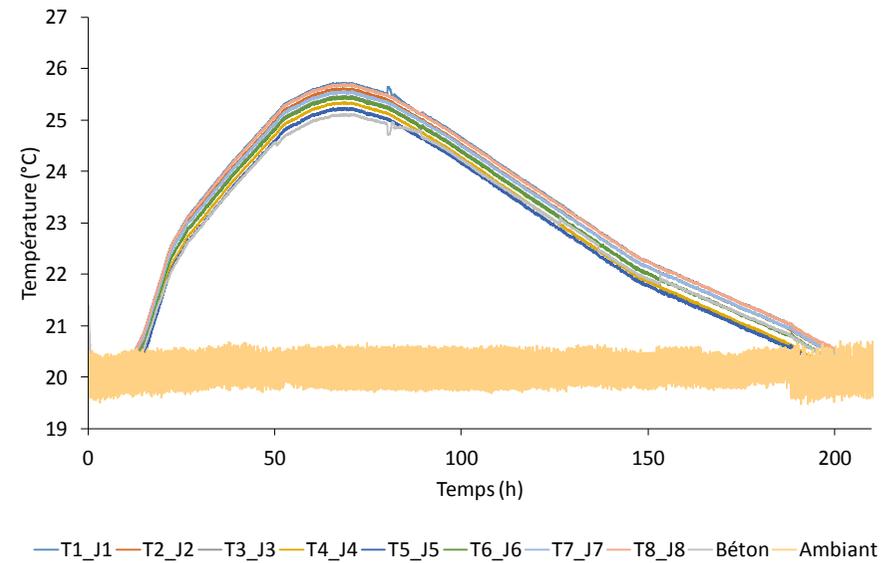


Figure T.3-4 : Cycle de température imposé lors de l'essai à l'anneau pour le béton B5.

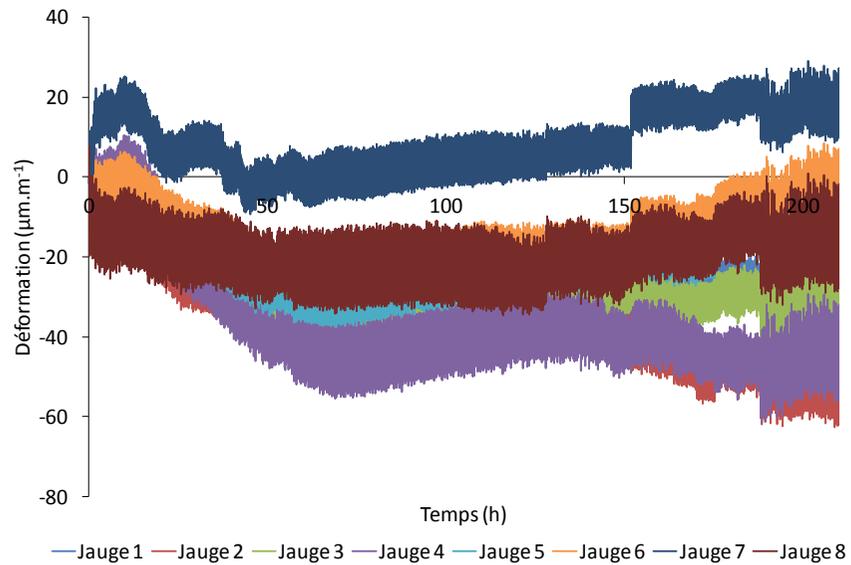


Figure T.3-5 : Déformation du béton B5 lors de l'essai à l'anneau.

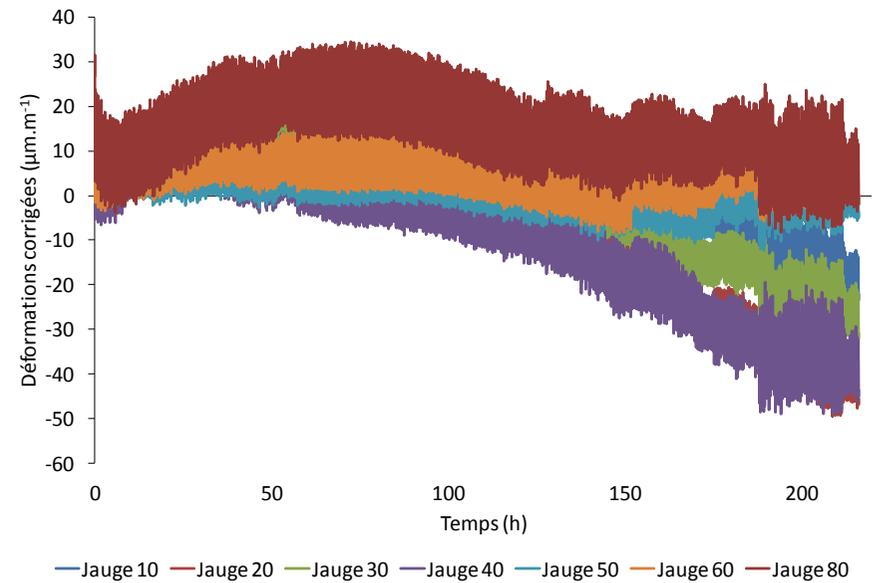


Figure T.3-6 : Déformation après correction thermique et recalage à zéro du béton B5.

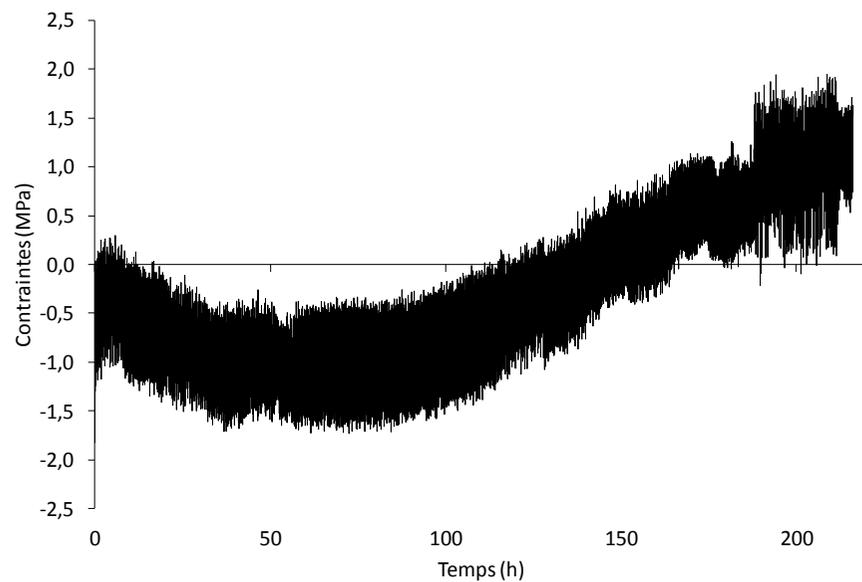


Figure T.3-7 : Contrainte développée dans le béton B5 lors de l'essai à l'anneau.

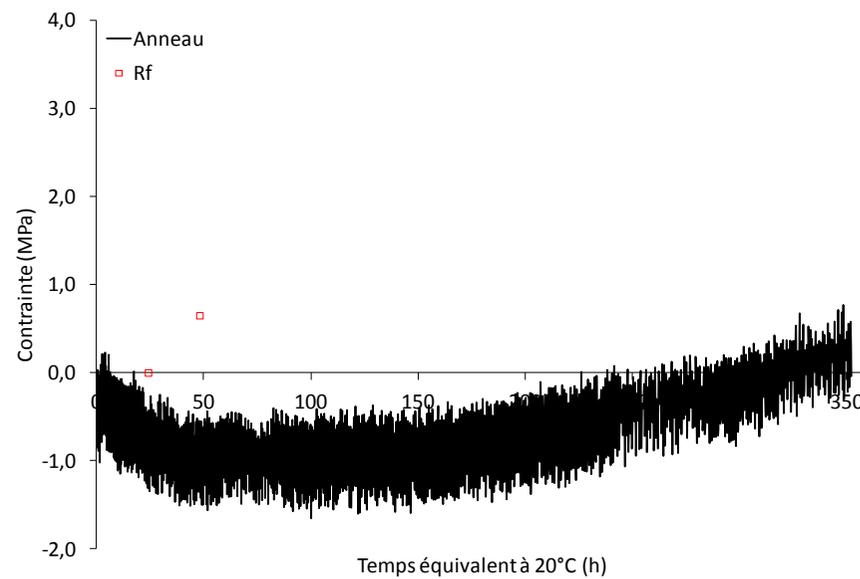


Figure T.3-8 : Contrainte développée dans le béton B5 et résistances en traction en fonction du temps équivalent à 20 °C.

## T.4. ESSAI A L'ANNEAU DU BETON B6

Dans cette partie sont répertoriés les résultats du béton B6 lors de l'essai à l'anneau.

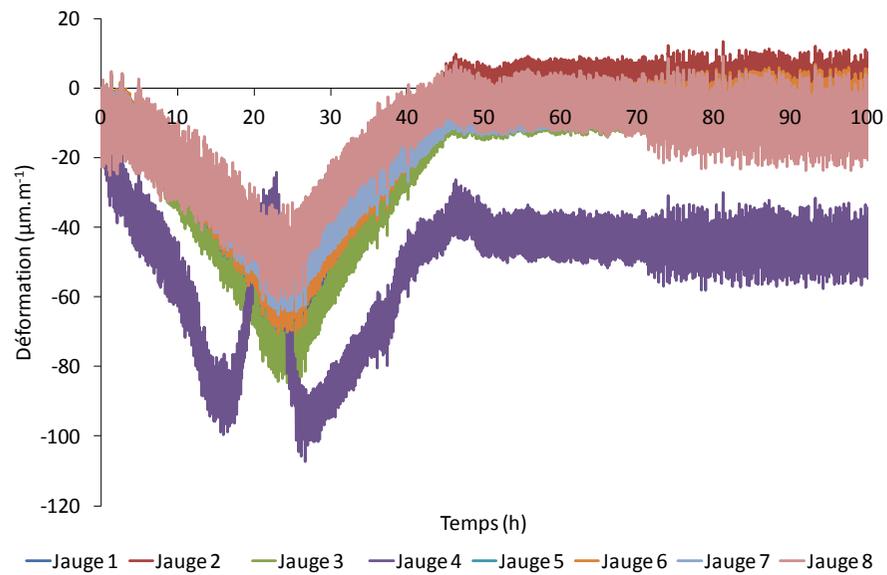


Figure T.4-1 : Déformations à vide mesurées sur le béton B6.

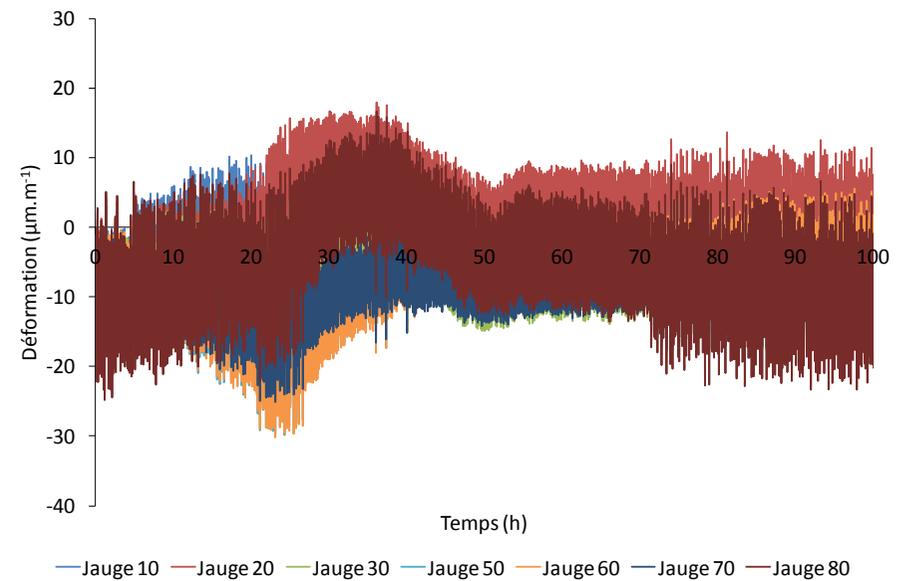


Figure T.4-2 : Déformations à vide après correction thermique et recalage à zéro du béton B6.

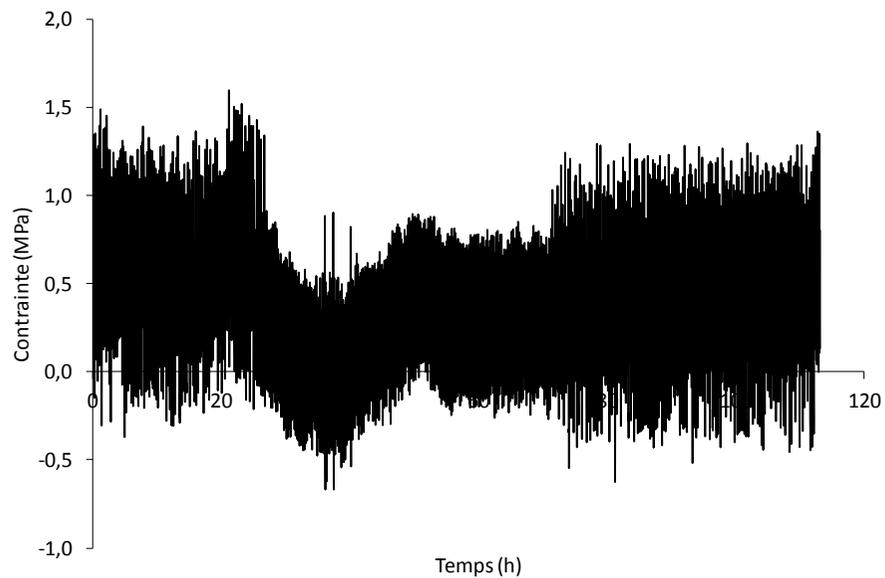


Figure T.4-3 : Contrainte développée à vide dans le béton B6.

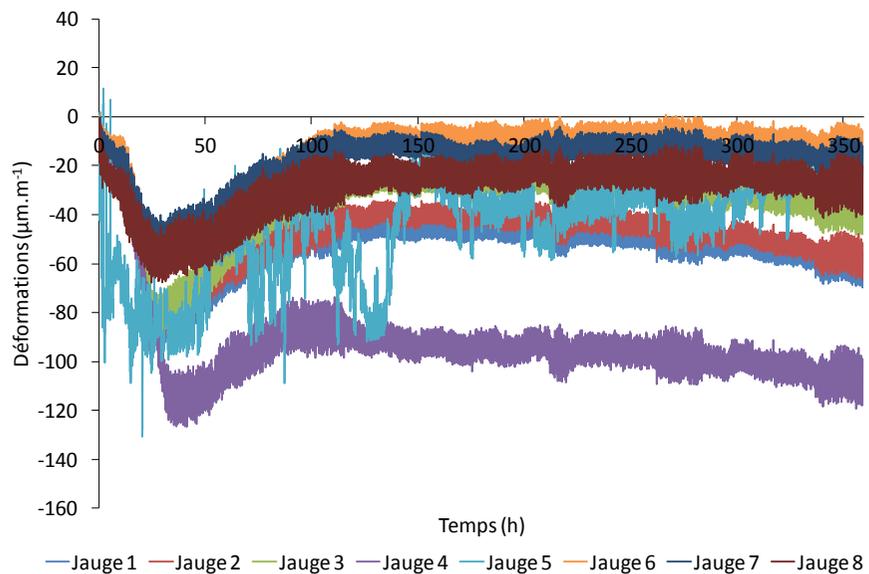


Figure T.4-5 : Déformations mesurées lors de l'essai à l'anneau du béton B6.

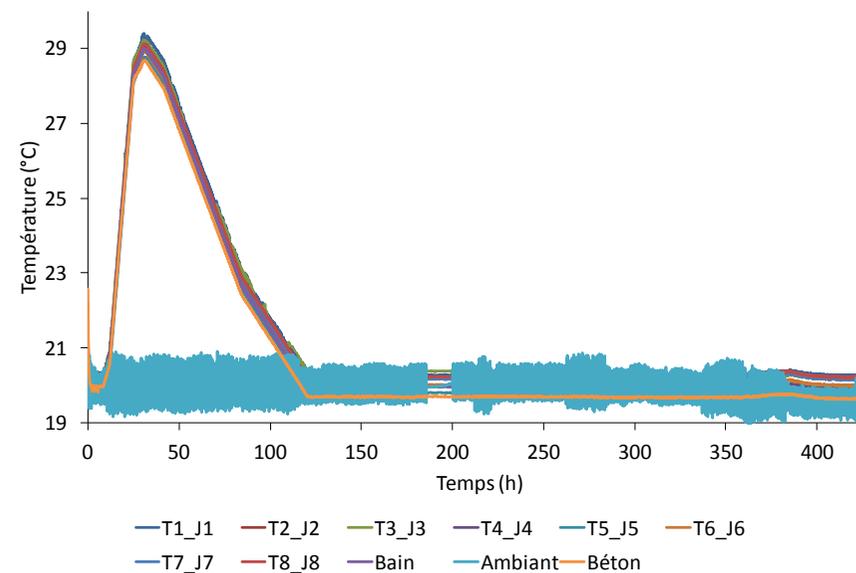


Figure T.4-4 : Cycle thermique imposé lors de l'essai à l'anneau du béton B6.

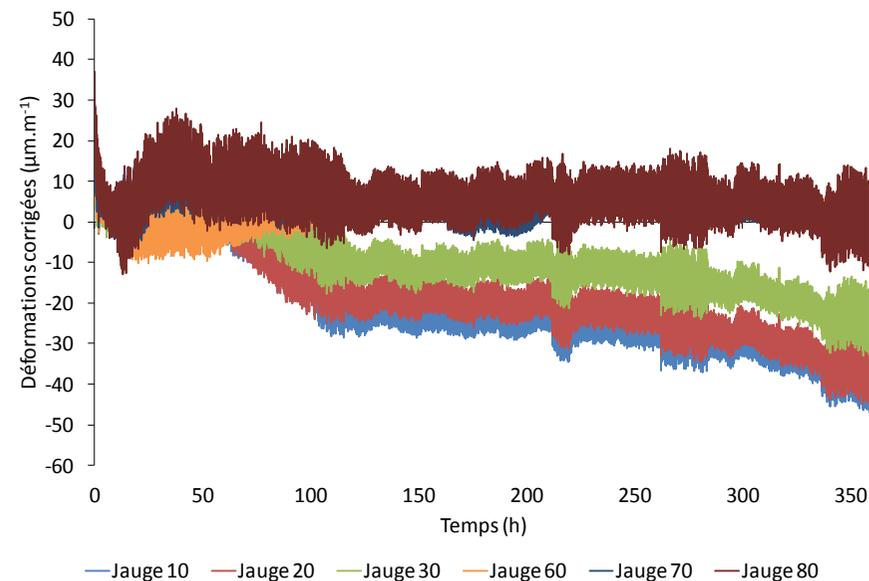


Figure T.4-6 : Déformations après correction thermique et recalage à zéro du béton B6.

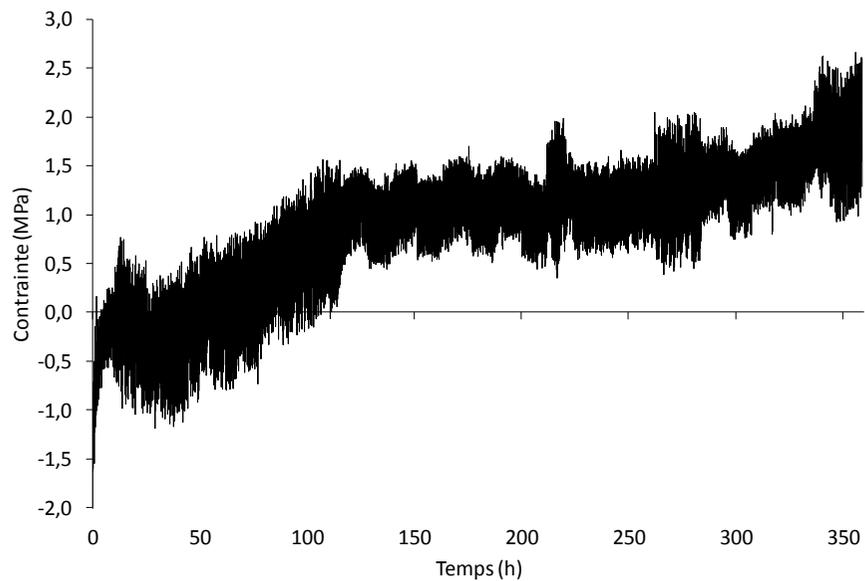


Figure T.4-7 : Contrainte générée dans le béton B6 lors de l'essai à l'anneau.

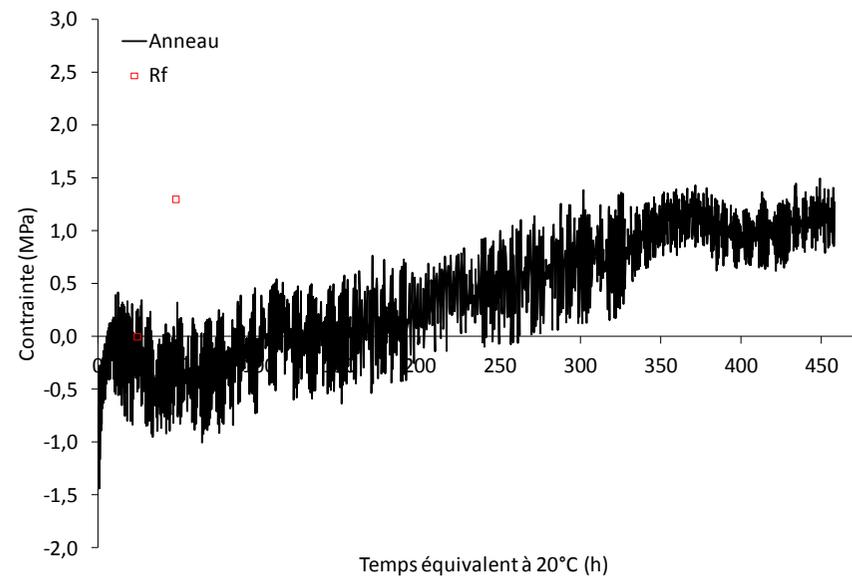


Figure T.4-8 : Contrainte générée dans le béton B6 lors de l'essai à l'anneau comparée avec les résistances en traction du béton selon le temps équivalent à 20 °C.

## T.5. ESSAI A L'ANNEAU DU BETON B7

Les résultats du béton B7 sont présentés ci-dessous.

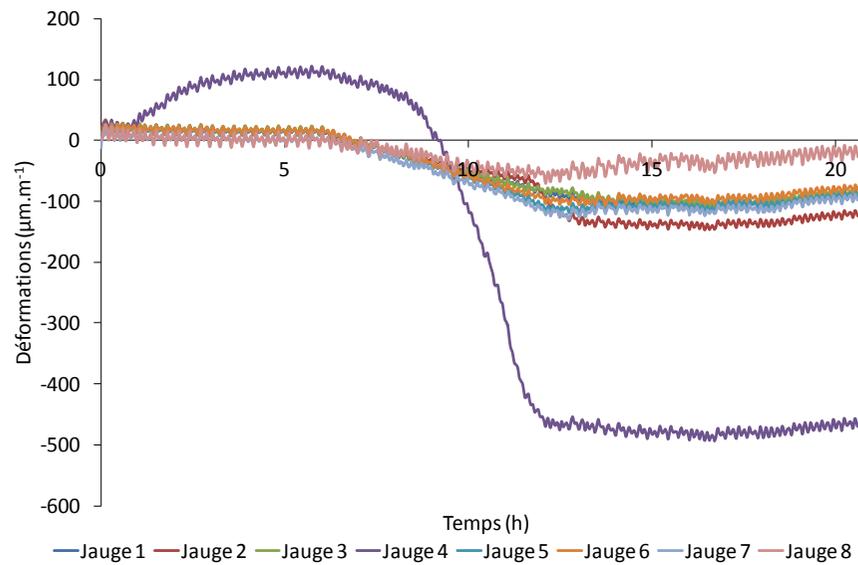


Figure T.5-1 : Déformation brute à vide du béton B7.

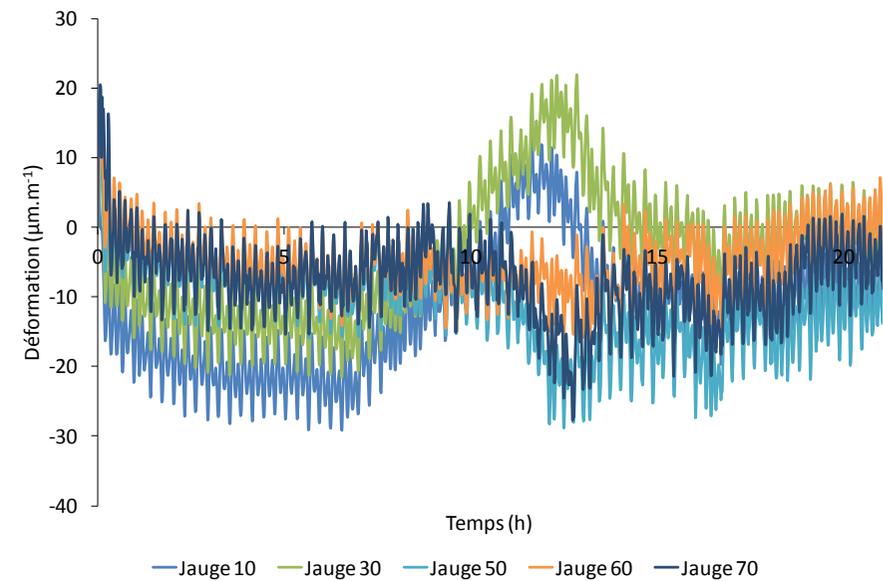


Figure T.5-2 : Déformation à vide après correction thermique et recalage à zéro du béton B7.

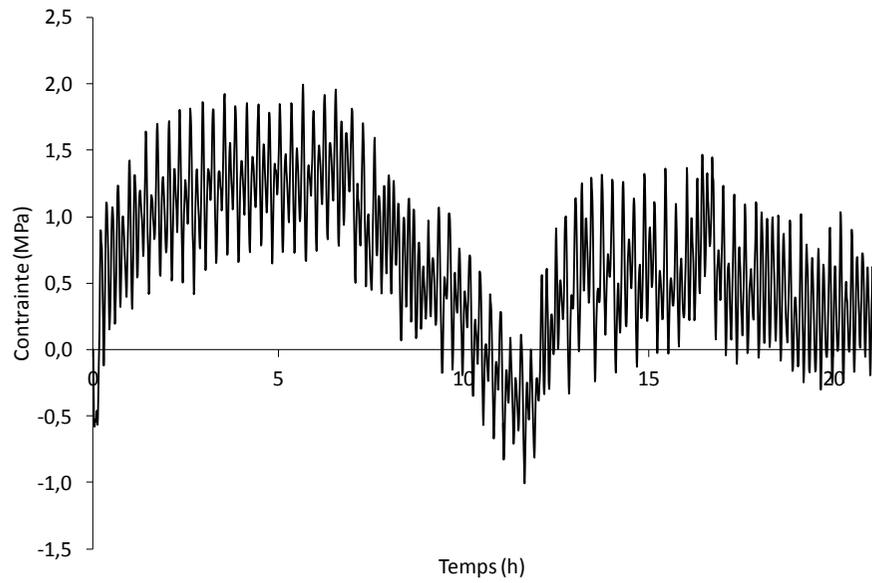


Figure T.5-3 : Contrainte à vide du béton B7.

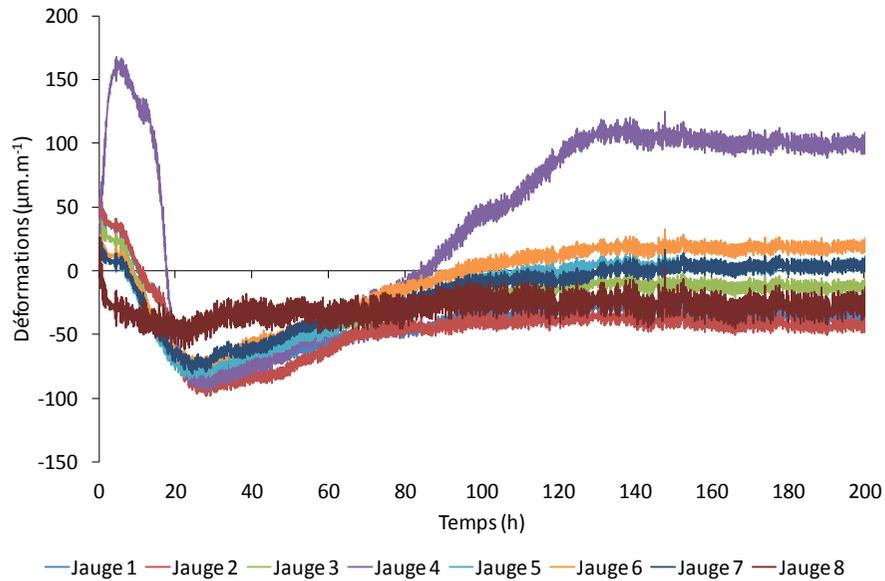


Figure T.5-5 : Déformation brute du béton B7.

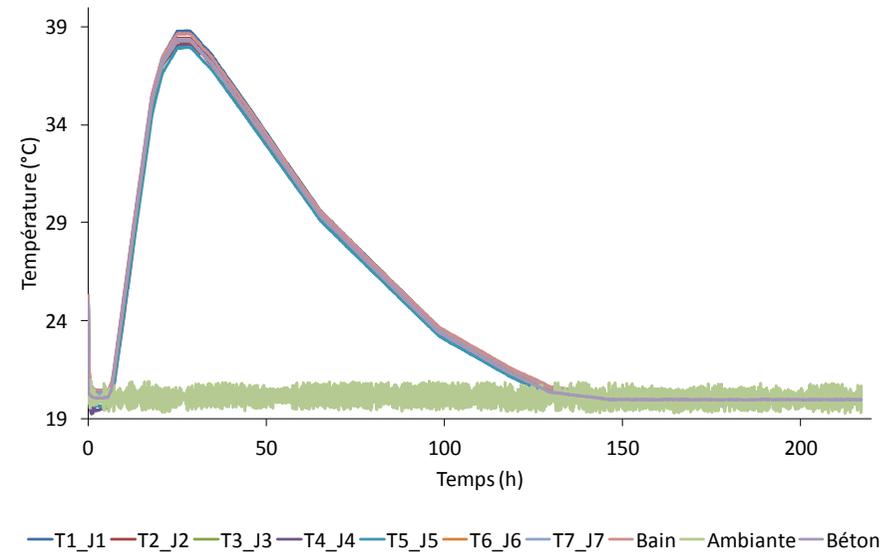


Figure T.5-4 : Cycle thermique du béton B7.

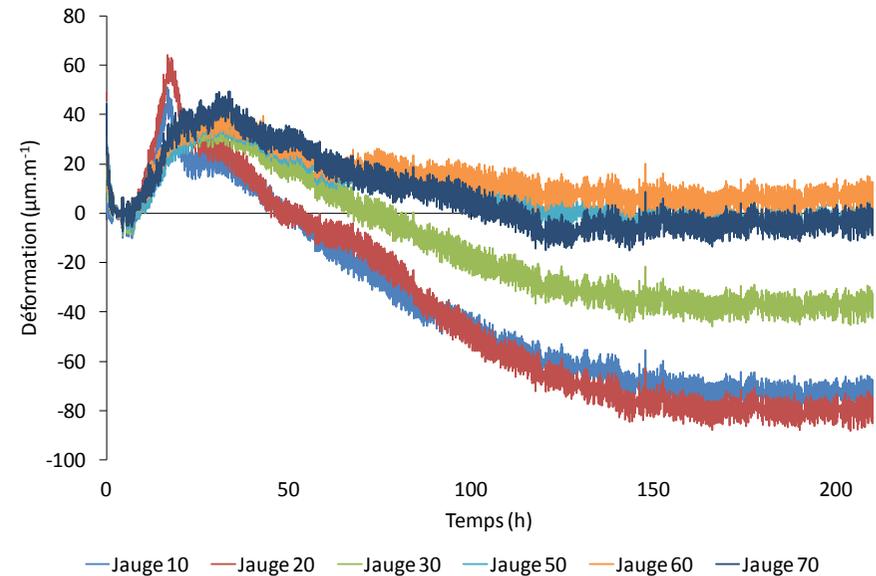


Figure T.5-6 : Déformation après correction thermique et recalage à zéro du béton B7.

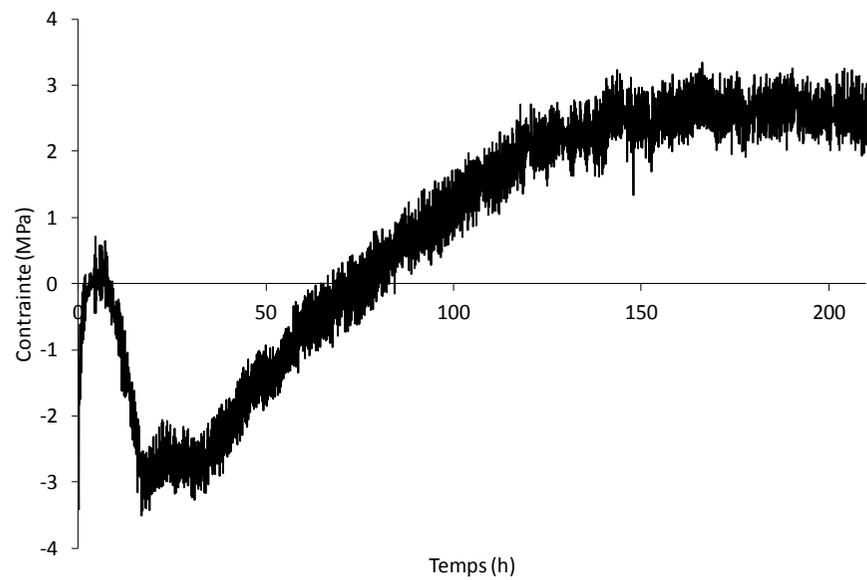


Figure T.5-7 : Contrainte du béton B7.

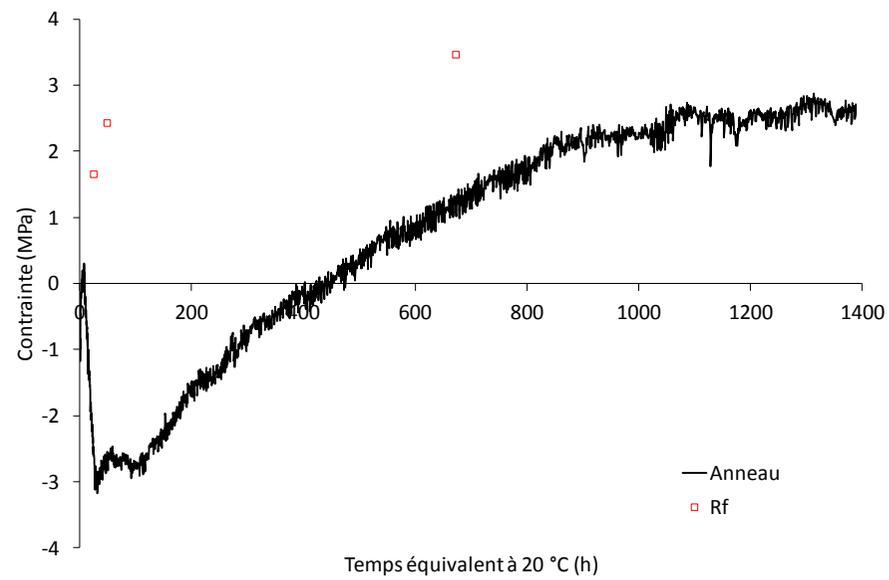


Figure T.5-8 : Contrainte et résistances en traction du béton B7 en fonction du temps équivalent à 20 °C.

## T.6. ESSAI A L'ANNEAU DU BETON B8

Les résultats du béton B8 sont présentés dans la partie ci-dessous.

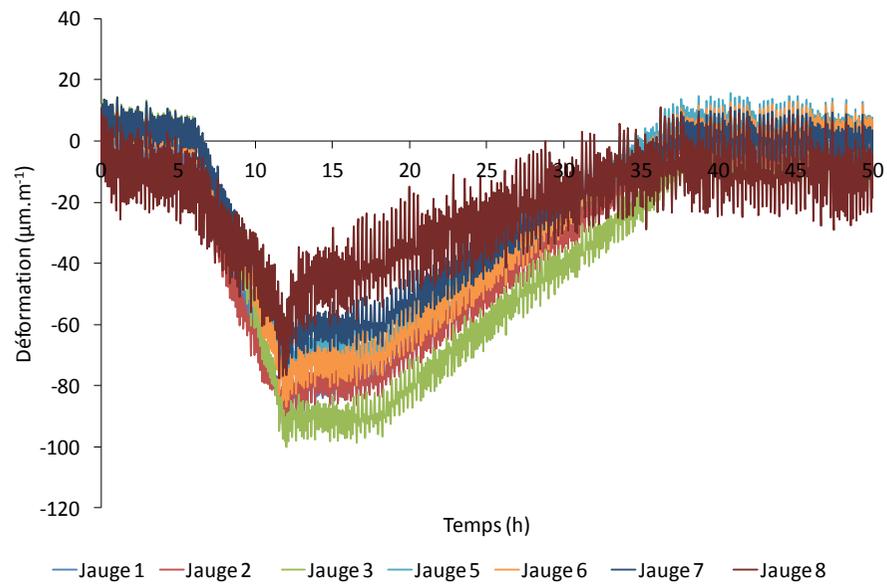


Figure T.6-1 : Déformation brute à vide du béton B8.

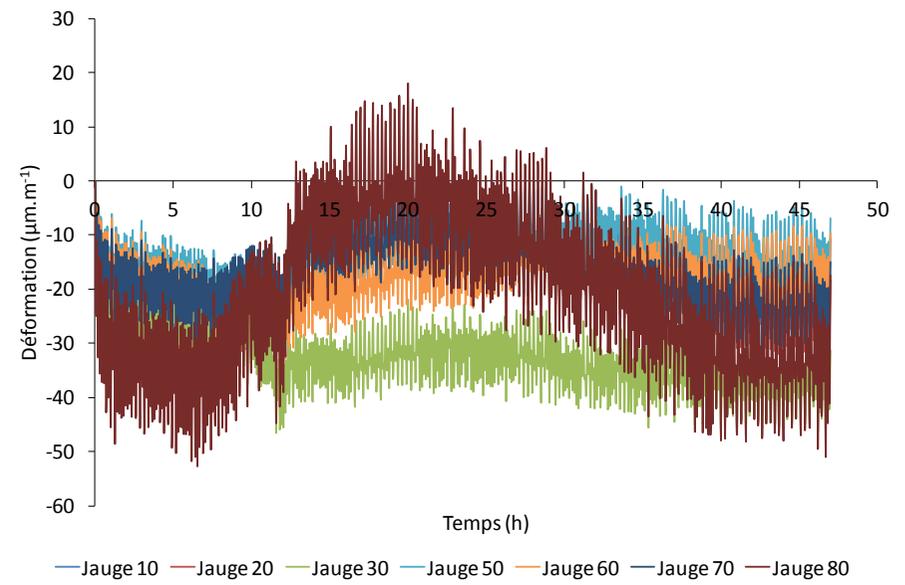


Figure T.6-2 : Déformation à vide avec correction thermique et recalage à zéro du béton B8.

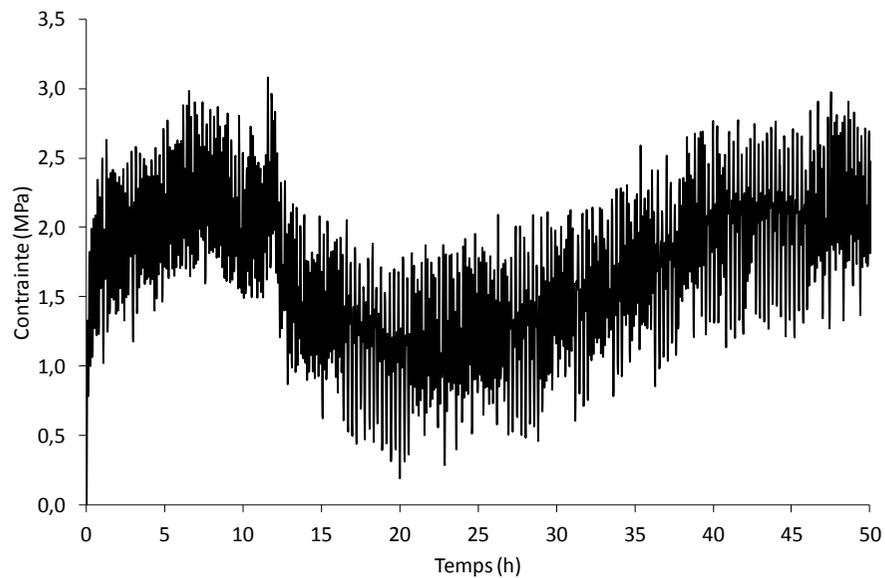


Figure T.6-3 : Contrainte à vide du béton B8.

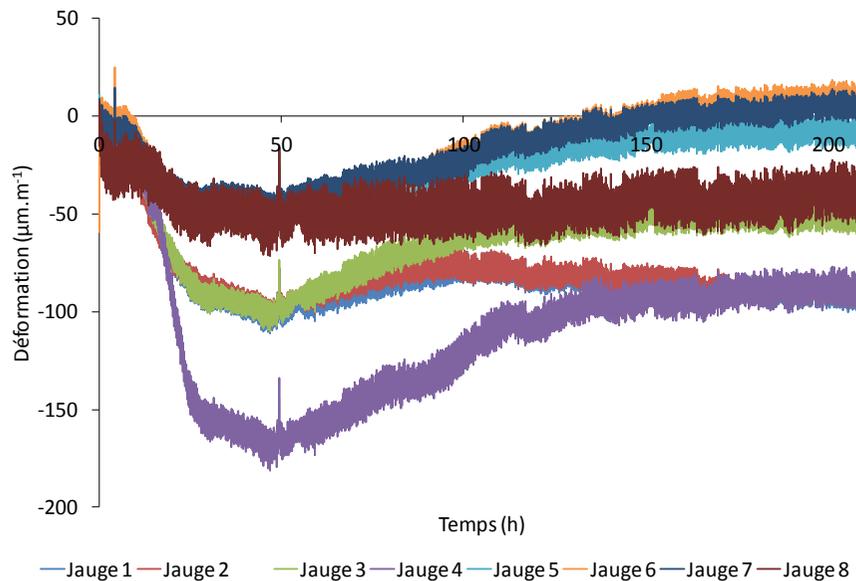


Figure T.6-5 : Déformation brute du béton B8.

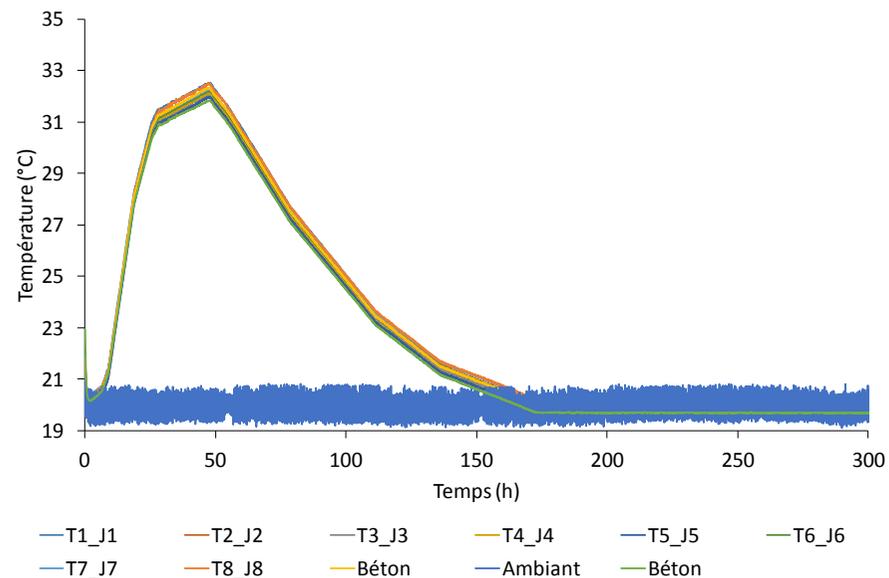


Figure T.6-4 : Cycle thermique imposé du béton B8.

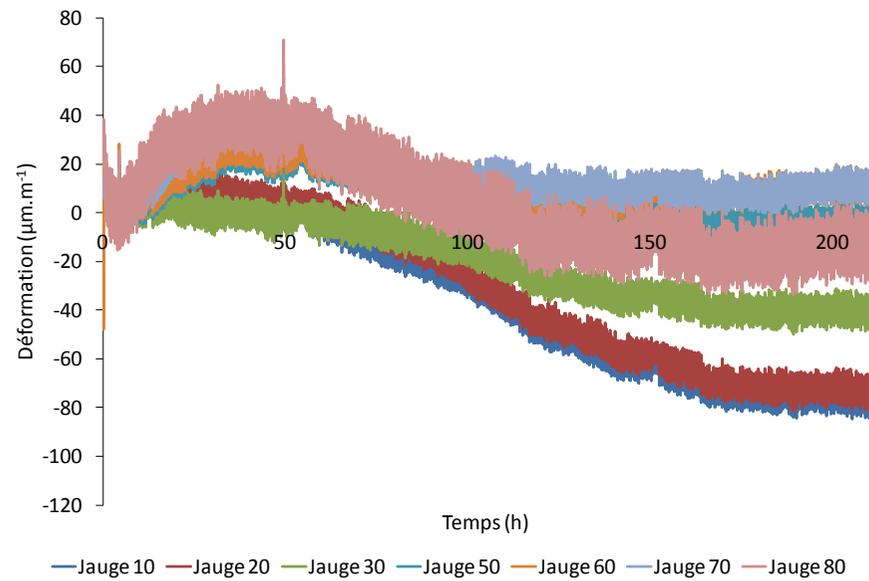


Figure T.6-6 : Déformation brute après correction thermique du béton B8.

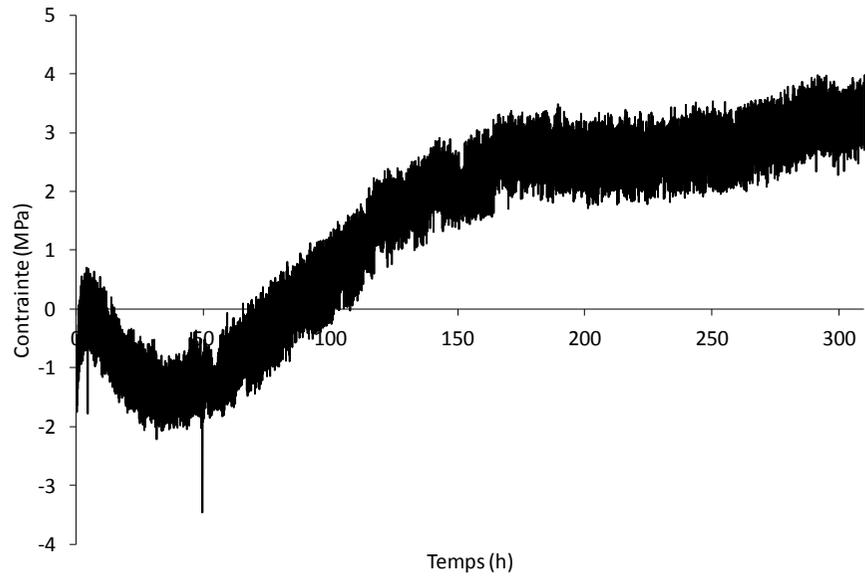


Figure T.6-7 : Contrainte du béton B8.

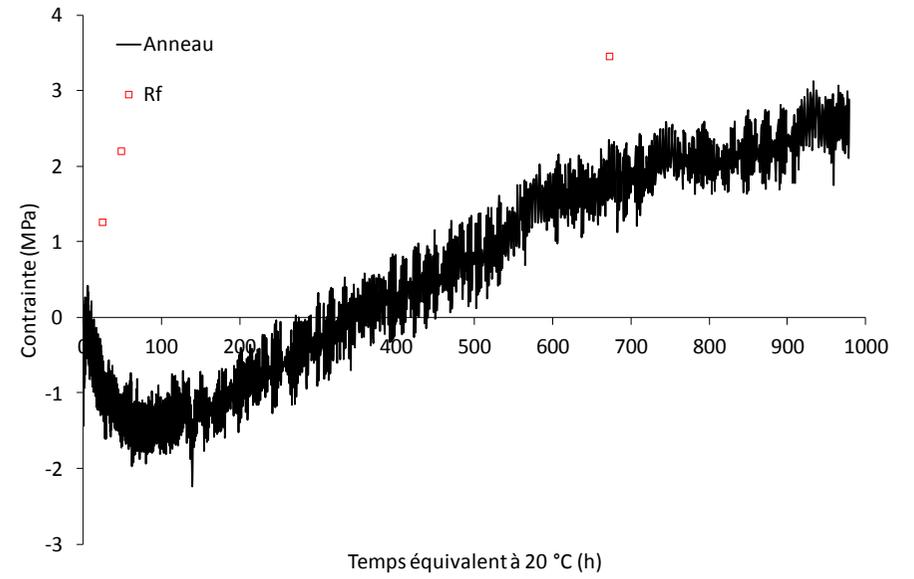


Figure T.6-8 : Contrainte et résistances en traction du béton B8 en fonction du temps équivalent à 20 °C.

## T.7. ESSAI A L'ANNEAU DU BETON B9

Dans cette partie sont présentées les données du béton B9. A noter qu'il semble y avoir eu un problème lors de l'acquisition de température lors de l'essai réel.

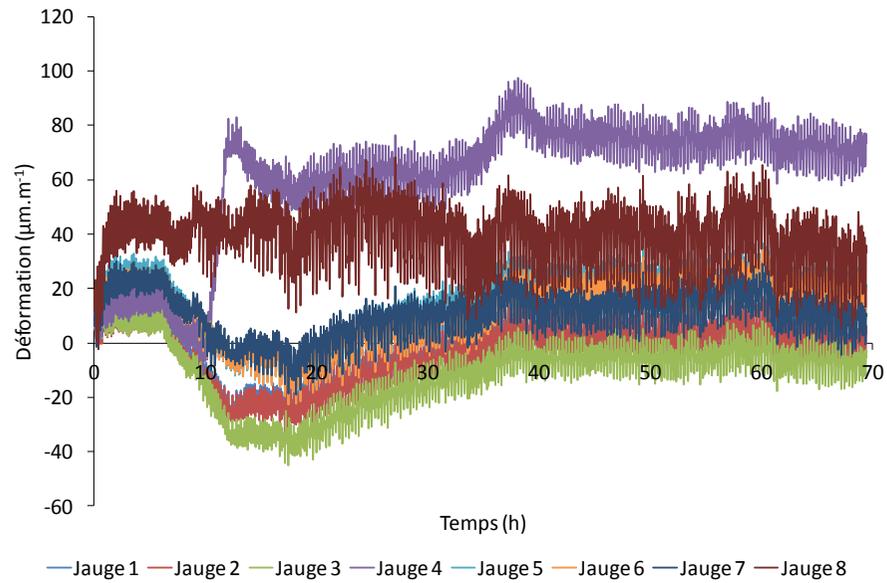


Figure T.7-1 : Déformation brute à vide du béton B9.

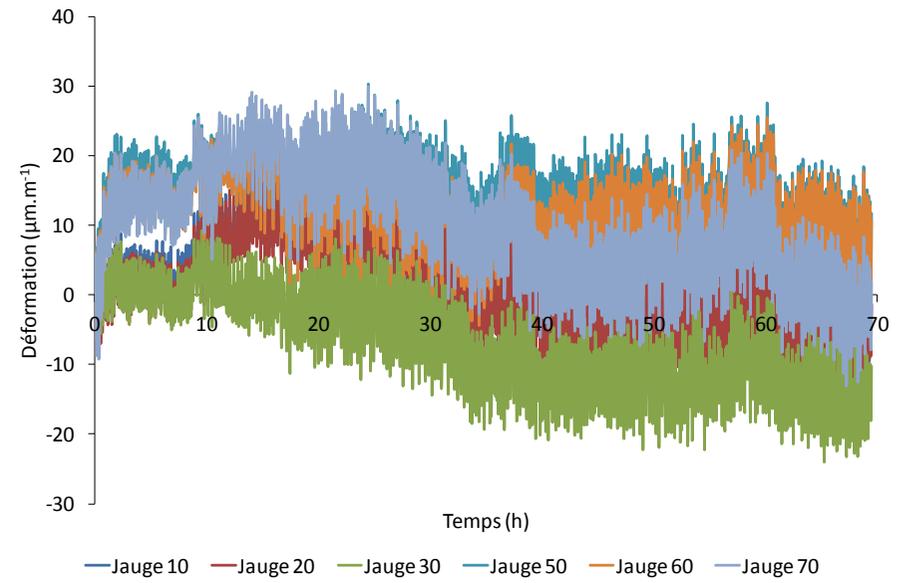


Figure T.7-2 : Déformation à vide après correction thermique et recalage à zéro du béton B9.

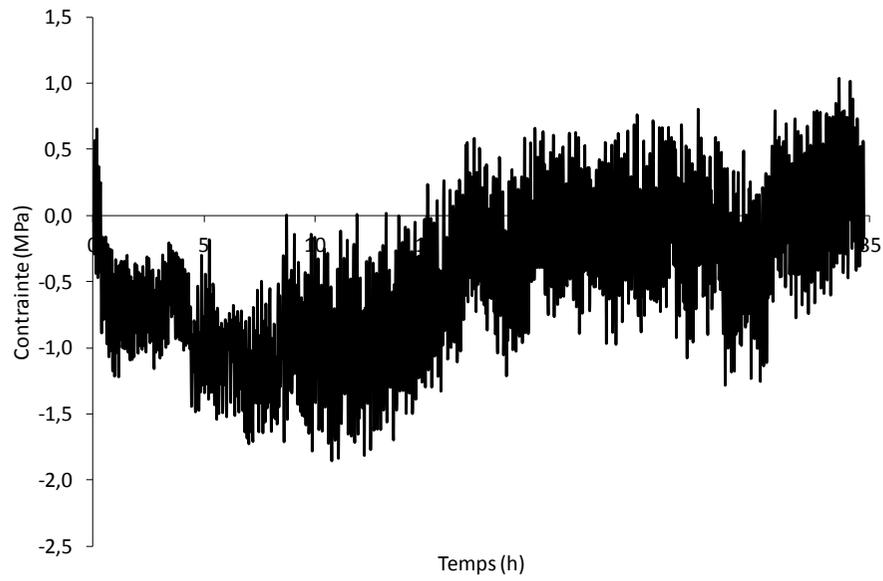


Figure T.7-3 : Contrainte à vide du béton B9.

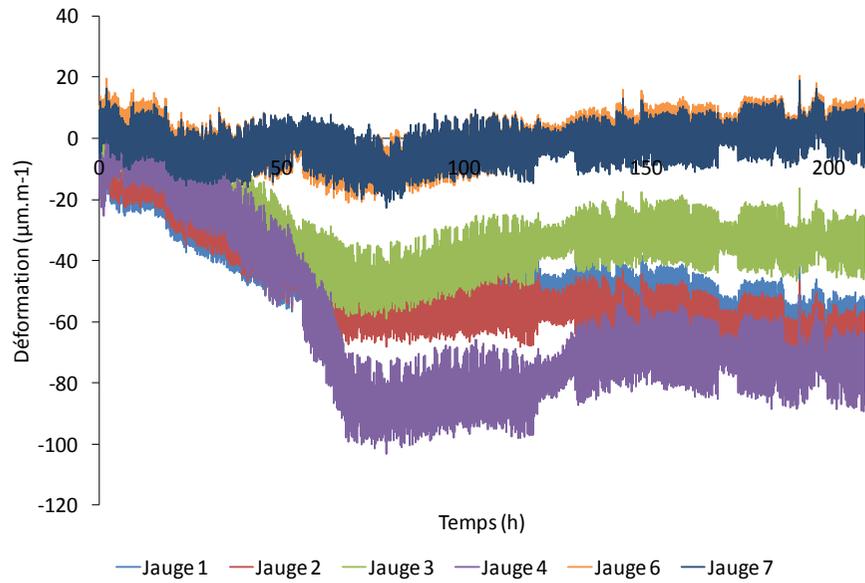


Figure T.7-5 : Déformation brute du béton B9.

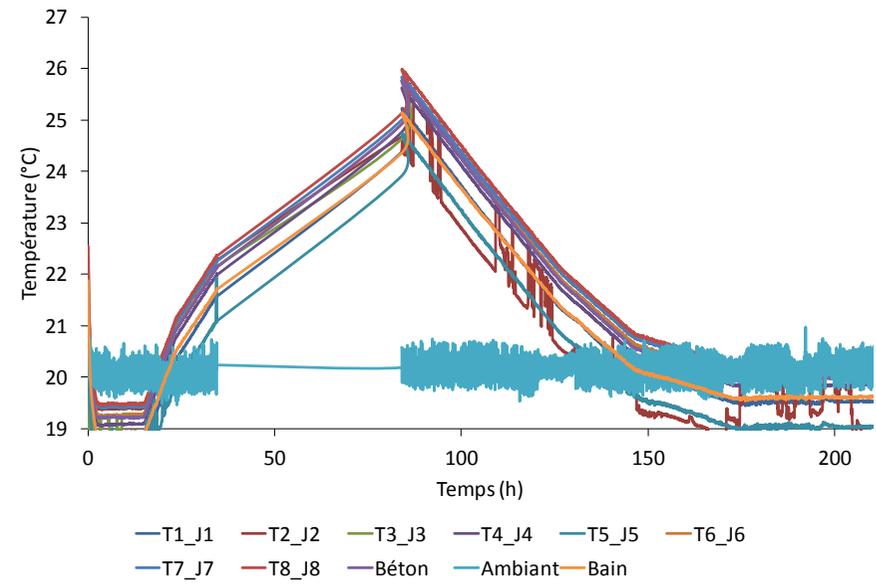


Figure T.7-4 : Cycle thermique du béton B9.

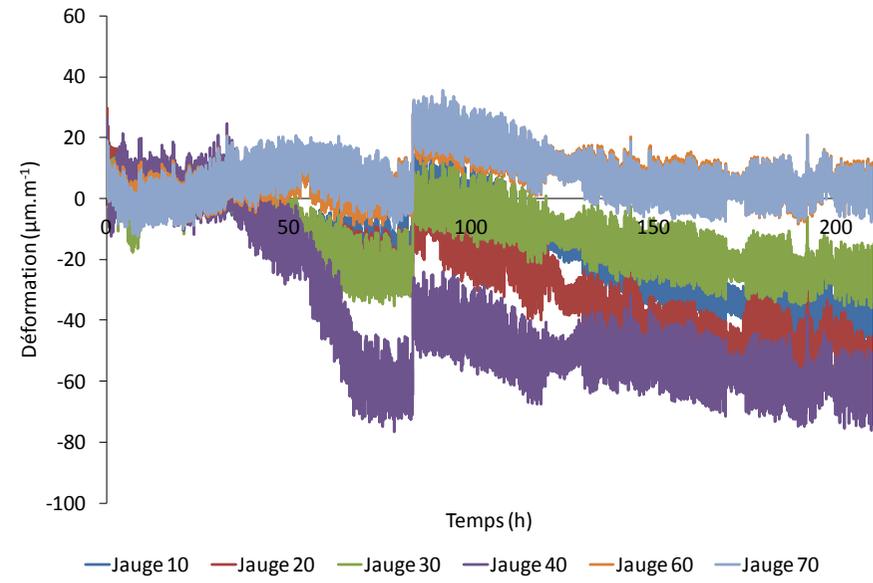


Figure T.7-6 : Déformation après correction thermique et recalage à zéro du béton B9.

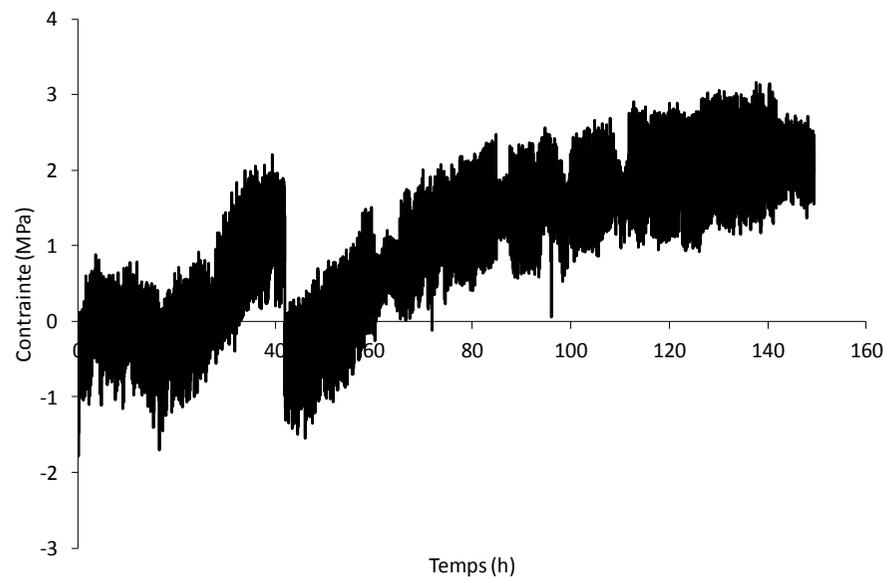


Figure T.7-7 : Contrainte du béton B9.

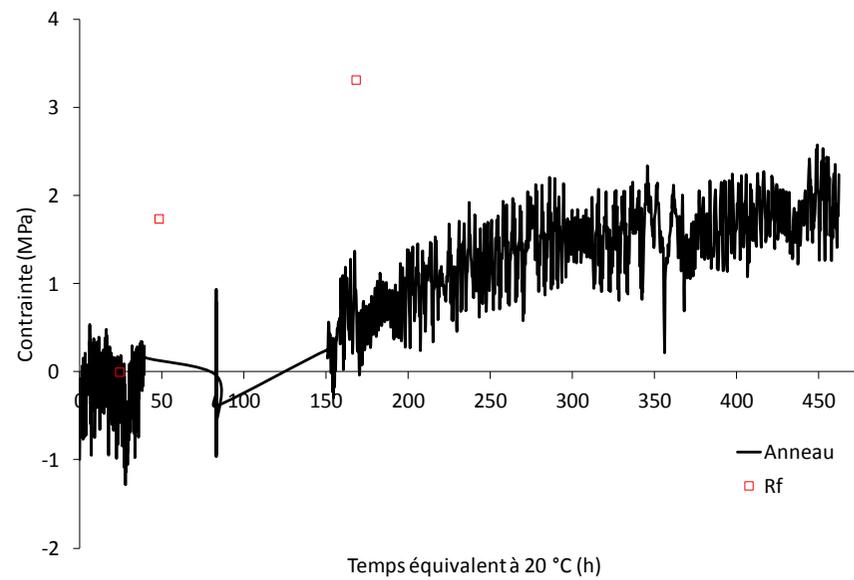


Figure T.7-8 : Contrainte et résistances en traction du béton B9 en fonction du temps équivalent à 20 °C.