

---

# Évolution des propriétés des matériaux cimentaires au jeune âge

**Stefan, L\*\*\***

\* LMT, Cachan

61 Avenue du Président Wilson, 94235 Cachan cedex, France

\*\* CRIB, Université Laval

Québec, Canada, G1V 0A6

[stefan@lmt.ens-cachan.fr](mailto:stefan@lmt.ens-cachan.fr)

---

*RÉSUMÉ. La prise en compte de l'évolution des propriétés mécaniques du béton est un enjeu économique majeur. La prédiction des risques de fissuration au jeune âge nécessite l'étude de plusieurs phénomènes plus ou moins couplés qui se produisent dans la pâte de ciment. Les méthodes expérimentales au jeune âge sont laborieuses et soumises à l'influence de plusieurs facteurs externes. Plusieurs essais de suivi de l'évolution du matériau autour du moment de la prise sont présentés. Une corrélation entre les divers principes de mesure est ensuite recherchée, pour la validation des résultats obtenus.*

*ABSTRACT. Cementitious materials are known to be sensitive to cracking at early ages. During the first days which follow the contact between water and cement, the system is continuously evolving. The mechanical characteristics follow a rapid rate of change, and the material is prone to cracking. Several methods of testing the hardening material, namely in the vicinity of the moment of setting, are presented. An inquiry on the correlation between the different methods is then made, in order to verify the solidity of the results obtained.*

*MOTS-CLÉS : mortiers ; jeune âge ; prise Vicat ; retrait endogène ; résistance compression ; module de Young.*

*KEYWORDS: mortars; early age; Vicat setting time; autogenous shrinkage; compressive strength, Young's modulus.*

---

## 1. Introduction

Grâce à leurs propriétés mécaniques et aux faibles coûts de fabrication par rapport à d'autres matériaux de construction, les matériaux cimentaires sont les plus utilisés dans le domaine du génie civil. À la frontière entre plusieurs domaines – la chimie, la physique et la mécanique – l'étude des phénomènes qui ont lieu dans les matériaux cimentaires a soulevé une multitude de questions et a généré plusieurs controverses. Les matériaux à base de ciment sont des matériaux « vivants », avec des périodes bien définies dans leur vie. Le jeune âge commence avec le contact entre l'eau et le ciment qui provoque un enchaînement de réactions chimiques impliquant les phases anhydres du ciment. Le matériau passe d'un état fluide à un état solide, la microstructure commence à se définir, et le matériau gagne en résistance mécanique et en rigidité. Les propriétés intrinsèques de la réaction d'hydratation, comme le bilan volumique négatif des produits d'hydratation, et les conséquences physiques qui en surgissent, donnent naissance aux déformations subies par la microstructure durcissante. L'étude des matériaux cimentaires permet d'aboutir vers une meilleure compréhension des phénomènes qui agissent au sein de leur microstructure fortement hétérogène, et d'un point de vue pratique, c'est un moyen d'assister le matériau pendant ses premiers jours et d'assurer une meilleure durabilité, donc une plus importante durée de vie du matériau durci. Effectivement, connaître le développement de la microstructure du matériau (de son squelette solide et de sa porosité), de ses propriétés mécaniques, suivre l'ampleur des déformations qu'il subit à jeune âge et estimer sa capacité de fluer pour relâcher les contraintes développées, nous permet de connaître le risque de fissuration auquel il sera confronté au jeune âge.

## 2. Phénomène de prise et ses implications

Connaître l'évolution des propriétés mécaniques représente une nécessité d'un point de vue pratique, pour nombre d'applications (décoffrage, mise en précontrainte, mise en service etc.). Après la prise, le développement du module d'Young est beaucoup plus rapide que celui des résistances (en compression comme en traction). Le module d'Young croît continûment de 0 à une valeur proche de sa valeur en service après quelques jours seulement (Kanstad *et al.*, 1999). Ceci implique le fait qu'au jeune âge, le matériau atteint une rigidité importante, mais sa résistance est encore loin d'avoir atteint la valeur de service. De plus, la réaction d'hydratation est gouvernée par le fait que le volume absolu d'hydrates est plus petit que le volume des constituants initiaux, ce qui implique une réduction de volume

(appelée la contraction Le Chatelier, 1900). Si la réduction de volume est empêchée par des conditions externes, le matériau est assez rigide pour s'opposer à cette réduction, mais sa résistance est encore faible, d'où la sensibilité à la fissuration au jeune âge des matériaux cimentaires.

Pour pouvoir modéliser de manière rigoureuse l'évolution des matériaux cimentaires, il faut tout d'abord comprendre le phénomène de prise, autrement dit la transition liquide – solide, conséquence directe de l'hydratation, car c'est à partir de ce moment précis que les risques de fissurations peuvent apparaître. Dans le présent travail, des études expérimentales croisées, pour déterminer l'évolution des propriétés autour du moment de prise, seront présentées. Ce programme expérimental complète une approche théorique qui utilise la notion de percolation mécanique pour modéliser le moment de transition (Stefan *et al.*, 2008).

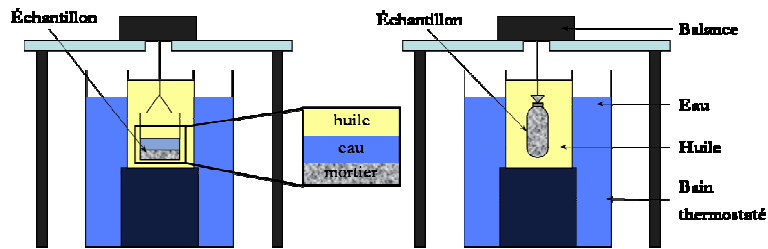
### 3. Description de la campagne expérimentale

La campagne expérimentale a été effectuée sur des mortiers à teneur en pâte fixée à 50% (pourcentage en volume), fabriqués avec du ciment Portland (dénomination canadienne, T10, proche d'un CEM I), sans ajouts cimentaires et en utilisant comme inclusions granulaires du sable fin de quartz d'Ottawa. Pour les mélanges à faible rapport eau – ciment, un superplastifiant de type naphthalène a été utilisé. Le volume de pâte est maintenu le même pour toutes les formulations, pour pouvoir étudier l'effet du rapport e/c. Tous les essais ont été réalisés en conditions endogènes.

Le dispositif de mesure de la contraction Le Chatelier est montré sur la figure 1A. Le dispositif est similaire à celui utilisé par Sant *et al.*, 2005. Une fois la fabrication du mélange terminée (tous les mélanges ont été malaxés sous vide, pour éviter les problèmes de mesure liés aux bulles d'air occlus), la pâte est soigneusement introduite dans un récipient Erlenmeyer. Les récipients sont placés sur une table vibrante pendant quelques minutes, pour assurer l'élimination de toute bulle d'air qui aurait pu être insérée pendant la mise en place du matériau. Une fine couche d'eau distillée est ensuite placée sur la surface du matériau. Seule la quantité d'eau requise pour assurer l'hydratation complète de la pâte est rajoutée, pour éviter le lessivage de la pâte. Tout l'ensemble est alors introduit dans un récipient contenant du l'huile de paraffine, et accrochée à une balance. La température du système est contrôlée à tout moment à l'aide d'un bain thermostaté.

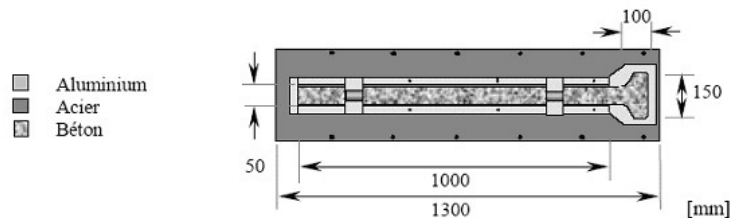
La mesure du retrait endogène doit se plier à plusieurs exigences. Par sa définition il s'agit d'une mesure qui se déroule sans échange hydrique avec le milieu environnant, et à température constante. Ainsi, la mise en place de l'essai nécessite l'étanchéité parfaite de l'échantillon et un contrôle permanent de la température. C'est aussi une mesure qui caractérise le matériau durcissant. Une condition requise devient alors le besoin de démarrer l'acquisition des données le plus tôt possible. La difficulté de la mesure consiste dans la corrélation des mesures linéiques,

considérées comme robustes, mais démarrant après la prise, avec les mesures volumiques, qui peuvent démarrer dès la mise en œuvre des échantillons.



**Figure 1.** a) Mesure de la contraction Le Chatelier (à gauche) ; b) Mesure de retrait endogène, méthode volumique (à droite)

Plusieurs méthodes ont été testées dans le cadre du présent projet, pour établir le degré de corrélation entre les différentes mesures. Le principe de la mesure volumique du retrait endogène ressemble à celui de la contraction Le Chatelier, avec la différence que le matériau est introduit dans une membrane élastique, qui offre à la fois la possibilité de suivre les déformations du matériau, et de permettre le déroulement de l'essai dans des conditions endogènes (Figure 1b). Deux types de mesures linéiques ont également été testés, pour pouvoir valider les essais volumiques. Premièrement, un essai linéique vertical, tel que décrit dans la norme ASTM C 490-07.



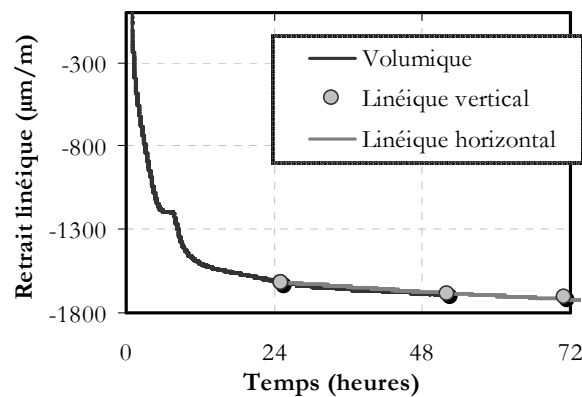
**Figure 2.** Dispositif de mesure du retrait endogène linéique horizontal (Charron et al., 2001)

Deuxièmement, un essai linéique horizontal, selon une mesure mise au point à l'université Laval (Charron et al., 2001). Le dispositif, illustré à la Figure 2, consiste en un bâti en aluminium qui permet la mise en œuvre des échantillons ayant une longueur de 1100mm et une section de 50 × 50mm. Pour mesurer les déformations endogènes, deux fourchettes métalliques sont noyées dans le mortier à une distance d'environ 725mm. Une fois l'instant de la prise atteint, le matériau entraîne les fourchettes. Le déplacement des fourchettes est suivi en utilisant des capteurs

LVDT. Des mesures de calorimétrie semiadiabatique, de prise Vicat et de suivi de l'évolution des propriétés mécaniques au jeune âge ont également été réalisées.

#### 4. Validation de la mesure de retrait endogène

Les mesures volumiques du retrait endogène des matériaux cimentaires sont mises en valeur, par rapport aux autres types de mesure, par la possibilité d'acquérir des mesures dès la fabrication des échantillons. La simplicité de la mesure (une pesée hydrostatique), la possibilité d'un contrôle continu et précis de la température (les échantillons sont facilement installés dans un bain thermostaté), et le fait que les problèmes liés à la sédimentation et aux frottements contre le moule sont écartés, offrent à ce type de mesure des avantages non négligeables. Cependant, très souvent, les résultats obtenus dans la littérature semblent surestimer les déformations mesurées, lors d'essais linéiques. Un passage obligatoire pour la validation des résultats des mesures volumiques est la comparaison avec d'autres méthodes de mesure.



**Figure 3.** Corrélation entre diverses méthodes de mesure du retrait endogène (mortier,  $e/c = 0.3$ )

Les courbes présentées sur la Figure 3 correspondent aux mesures effectuées sur un mortier à rapport eau – ciment de 0,3. Les mesures linéiques horizontales ont été réinitialisées à 24 heures, pour pouvoir les comparer avec les mesures linéiques verticales, qui commencent à ce moment. Les trois méthodes semblent présenter une bonne corrélation, pour pouvoir considérer la mesure volumique assez robuste à l'utilisation.

### 5. Intersection des différentes méthodes de mesure

En tout début d'hydratation, les grains de ciment anhydre se trouvent en suspension dans l'eau, et ils ne sont pas en contact les uns avec les autres. La mesure de la contraction Le Chatelier se superpose avec la mesure de retrait endogène, car le matériau ne s'oppose pas aux déformations subies (Boivin, 1999). Avec l'avancement de l'hydratation, la couche d'hydrates augmente de plus en plus, et des ponts entre les particules solides commencent à se former dans l'ensemble de la microstructure. La cinétique du retrait endogène commence à diminuer. Une fois le début de prise atteint, le squelette solide s'oppose aux déformations imposées et les deux courbes divergent (Figure 4). La prise initiale et finale Vicat correspondent au palier pour lequel les deux courbes commencent à se séparer. Un changement de pente peut être observé sur la courbe de retrait endogène.

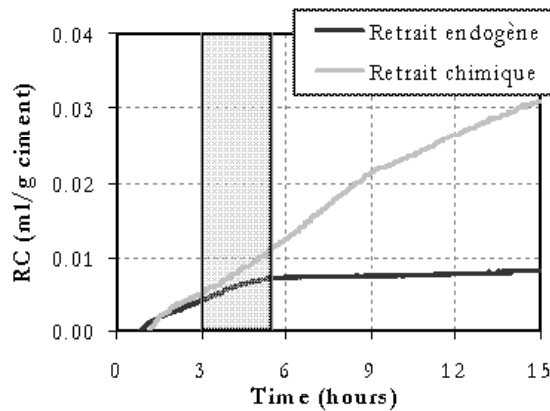


Figure 4. Retrait chimique vs. retrait endogène (mortier,  $e/c = 0.4$ )

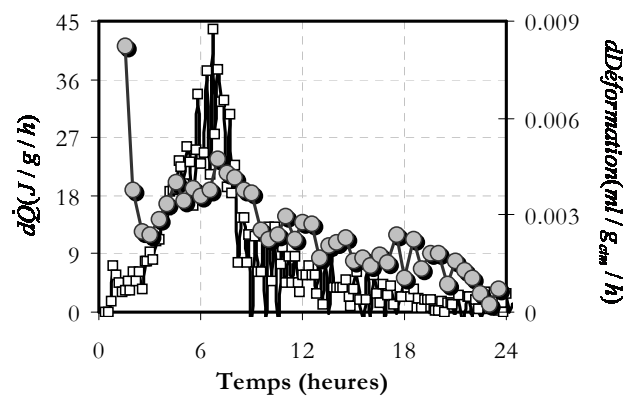
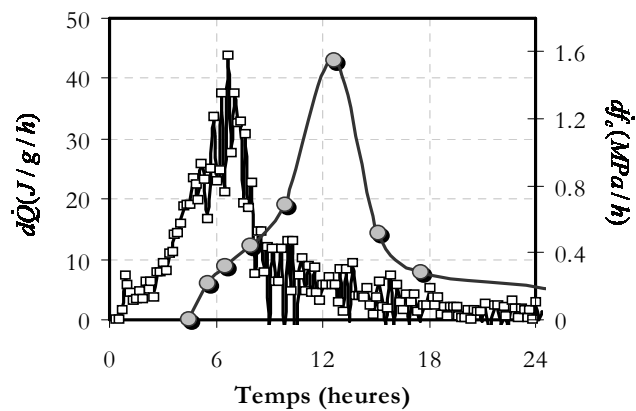
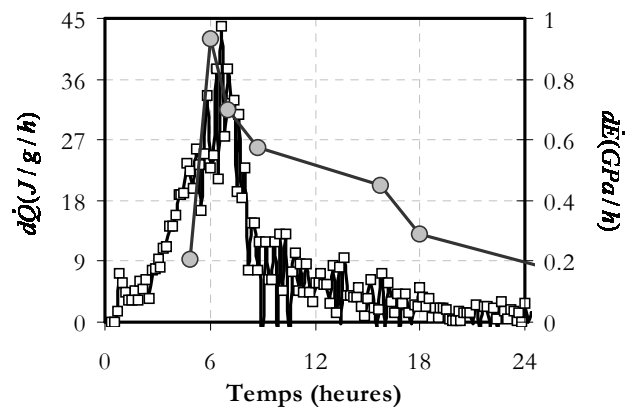


Figure 5. Taux de dégagement de chaleur vs retrait chimique (mortier,  $e/c = 0.4$ )

Si on regarde les taux maximaux de chaleur dégagée en fonction du taux de retrait chimique, un pic vers 7 heures peut être observé dans les deux cas (Figure 5). La prise Vicat survient à environ 5h30 après le contact eau – ciment. Dans le cas des essais mécaniques, la première mesure de résistance en compression est prise vers 4h30, et donne une valeur de 0,5MPa. C'est-à-dire que, même avant la prise finale selon la méthode Vicat, le matériau a développé une rigidité suffisante pour supporter les opérations de démoulage, de surfaçage et de chargement sous la presse. Cependant, le pic d'évolution des propriétés mécaniques survient une fois que le taux de dégagement de chaleur est ralenti (voir Figure 6).



**Figure 6.** Taux de dégagement de chaleur vs gain en résistance en compression (mortier,  $e/c = 0.4$ )



**Figure 7.** Taux de dégagement de chaleur vs gain en rigidité (mortier,  $e/c = 0.4$ )

L'évolution du module d'Young est beaucoup plus rapide. Le pic d'évolution du module survient un peu avant celui de la chaleur dégagée (voir Figure 7). Ceci peut expliquer les valeurs du temps de prise, très faibles par rapport aux méthodes classiques, données par les méthodes aux ultrasons, qui arrivent mieux à repérer les premiers amas de solides qui se forment dans la microstructure.

## 6. Conclusions

Plusieurs méthodes de suivi de l'évolution des propriétés mécaniques ont été testées. Une bonne corrélation entre le moment de prise Vicat finale, et l'indication d'initiation de l'évolution des autres propriétés est montrée. Un gain plus rapide en rigidité, par rapport aux résistances en compression a été observé. Le moment de prise Vicat correspond au ralentissement du dégagement de chaleur, et une bonne corrélation avec la divergence entre la contraction Le Chatelier et le retrait endogène peut être considérée.

Les résultats obtenus dans la campagne expérimentale, et présentés en partie dans le présent papier, seront utilisés pour la validation des données de sortie du modèle développé dans le cadre de la thèse. Il s'agit notamment de prendre en compte l'effet de plusieurs facteurs (comme le rapport eau – ciment ou inclusions granulaires) sur le moment de prise, mais aussi d'estimer l'évolution des propriétés mécaniques et de l'ampleur des déformations au très jeune âge.

## 7. Références

- Charron, J.P., Marchand, J., Bissonnette, B., « Early age deformations of hydrating cement systems: comparison of linear and volumetric shrinkage measurements », *Concrete Science and Engineering*, 3, 2001.
- Garcia Boivin, S., Retrait au jeune âge du béton : Développement d'une méthode expérimentale et contribution à l'analyse physique du retrait endogène, Thèse de doctorat, École Nationale des Ponts et Chaussées, 1999.
- Kanstad T., Hammer, T. A., Bjøntegård, Ø. and Sellevold, E. J., Mechanical properties of young concrete: Evaluation of test methods for tensile strength and modulus of elasticity. Determination of model parameters, NOR-IPACS report STF22 A99762, 1999.
- Le Chatelier, H., Sur les changements de volume qui accompagnent le durcissement des ciments, Bulletin de la Société pour l'Encouragement Industriel National V (5<sup>ème</sup> série), 1900.
- Sant G., Lura P., Weiss J., « Measurement of volume change in cementitious materials at early ages: review of testing protocols and interpretation of results » – Transportation Research Board, 2005.
- L. Stefan, Benboudjema F., J.M. Torrenti, B. Bissonnette, « Mechanical percolation in cement pastes at early ages », *SCGC*, Québec, Canada, 2008.