
Retrait chimique des mortiers au très jeune âge : influence des inclusions granulaires

M. Bouasker, F. Grondin, P. Mounanga, A. Khelidj

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

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

RÉSUMÉ. *Cet article présente une étude de l'influence des inclusions granulaires sur le retrait chimique des matrices cimentaires au très jeune âge ($\leq 24h$). Des mesures de retrait chimique et de degré d'hydratation ont été réalisées sur des pâtes de ciment et des mortiers. Au cours de cette étude, un ciment de type CEM1 et deux rapports eau/ciment ($E/C = 0,30$ et $0,40$) ont été utilisés. L'effet des granulats sur le retrait chimique et la cinétique d'hydratation a été quantifié en faisant varier la forme des granulats (billes de verre et granulats naturels), le rapport massique granulat/ciment ($S/C = 0,5$ et 1), ainsi que la taille des grains ($d = 1$ mm et 2 mm). Les résultats obtenus montrent qu'à partir de $10h$, le retrait chimique est une fonction croissante de la surface développée par les granulats. L'augmentation de cette surface développée accélère l'hydratation et par suite le retrait chimique, mais ne modifie pas la relation quasi-linéaire observée entre le retrait chimique et le degré d'hydratation.*

ABSTRACT. *This study deals with the influence of granular inclusions on the chemical shrinkage of cementitious matrices at very early age ($\leq 24h$). Hydration degree and chemical shrinkage are measured on cement pastes and mortars. During this study, a CEM1 type cement and two water-to-cement ratios ($W/C = 0.30$ and 0.40) are used. In order to quantify the effect of granular inclusions, two types of aggregates (glass balls and natural sand), two aggregate/cement ratios ($S/C = 0.5$ and 1) and two particle sizes ($d = 1$ mm and 2 mm) are considered. The results show that, after $10h$ of hydration, the chemical shrinkage is an increasing function of the total surface area of the aggregates. The augmentation of this granular surface causes an acceleration of the hydration reactions and, therefore, of the chemical shrinkage but does not modify the quasi-linear relation obtained between chemical shrinkage and hydration degree.*

MOTS-CLÉS : *retrait chimique, hydratation, inclusions granulaires, très jeune âge.*

KEYWORDS: *chemical shrinkage, hydration, granular inclusions, very early age.*

1. Introduction

Le retrait endogène est aujourd'hui l'un des phénomènes clairement identifiés comme étant à l'origine de la (micro) fissuration des matériaux cimentaires utilisés dans la conception d'ouvrages de Génie Civil. Lorsqu'il est empêché, le retrait est responsable de la formation de micro-fissures dans la zone environnante des granulats et de fissures traversantes dans la matrice liante. Ceci entraîne une augmentation de la porosité et par conséquent une perte des caractéristiques de confinement du matériau et une augmentation de sa perméabilité. La durabilité des constructions dépend alors, entre autres, des variations dimensionnelles de la matrice cimentaire au très jeune âge.

Le retrait endogène est un phénomène physico-chimique couplé à des effets capillaires mécaniques dus à la consommation de l'eau des pores lors de l'hydratation. Pendant les premières heures de l'hydratation (depuis le contact eau-ciment jusqu'au début de prise), les effets capillaires sont considérés comme négligeables. Au cours de cette phase, le retrait endogène correspond majoritairement à du retrait chimique (également appelé « contraction Le Chatelier ») consécutif au bilan volumique négatif des réactions d'hydratation (figure 1).

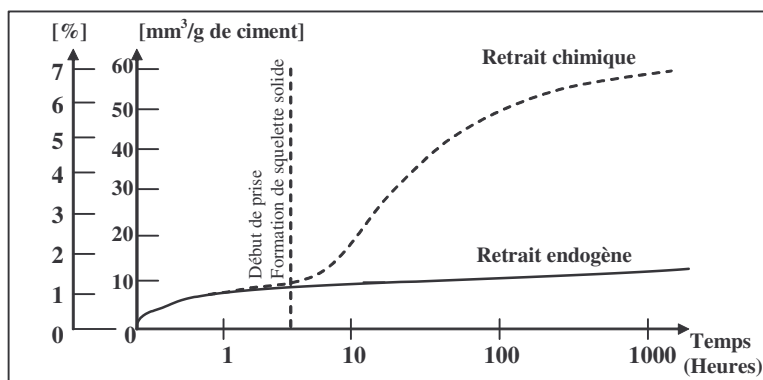


Figure 1. *Retrait chimique et retrait endogène d'une pâte de ciment (Jensen, 2005)*

Le travail présenté dans cet article s'intègre dans une étude plus large sur la modélisation du retrait endogène des matrices cimentaires durcissantes contenant des inclusions granulaires (typiquement des mortiers ou des bétons). Dans l'optique d'une modélisation du retrait endogène des mortiers à partir de celui de la pâte de ciment au très jeune âge, on souhaite déterminer d'une part le « coefficient de retrait » de la pâte de ciment et d'autre part identifier et mesurer les éventuelles interactions entre la pâte et les inclusions granulaires. Dans cette étude, le « coefficient de retrait » est défini comme le paramètre reliant le retrait au degré d'hydratation de la pâte de ciment.

L'expression du retrait en fonction du degré d'hydratation permet de comparer les amplitudes de déformation des matériaux à maturité égale et facilite ainsi l'analyse des résultats. On s'intéresse ici aux premières heures de l'hydratation lorsque le retrait endogène correspond presque entièrement à de la contraction Le Chatelier.

La contraction Le Chatelier se mesure en assurant une saturation constante en eau de l'espace poreux du matériau. Partant de ce principe, de nombreuses études expérimentales (Justnes *et al.*, 1996 ; Garcia-Boivin, 1999 ; Holt, 2001 ; Mounanga *et al.*, 2004 ; Bouasker *et al.*, 2005) ont été menées et des modèles numériques et analytiques ont été proposés (Bentz *et al.*, 2000 ; Holt, 2001 ; Mounanga *et al.*, 2004) afin de déterminer le retrait chimique des pâtes de ciment.

Contrairement aux pâtes de ciment, le retrait chimique des mortiers est peu discuté dans la littérature (Holt, 2001). Holt a notamment montré qu'au très jeune âge, le retrait chimique par gramme de ciment du mortier est plus élevé que celui de la pâte de ciment pure. Elle attribue cette différence à la destruction d'amas de grains de ciment par le sable lors du malaxage et à la formation, au cours de l'hydratation, d'une auréole de transition très poreuse autour des grains de sable. Dans cette étude, nous nous sommes intéressés plus particulièrement à l'influence des propriétés des granulats sur le retrait chimique du mortier.

La première partie rappelle la méthode et les hypothèses de la modélisation adoptée pour la détermination du retrait endogène des matrices à inclusions granulaires. Dans la seconde partie de l'article, les mesures de retrait chimique de différents mortiers sont analysées afin de déterminer les paramètres qui alimenteront le modèle numérique.

2. Modélisation micromécanique

Des modèles ont déjà été développés pour le calcul du retrait endogène des bétons (Le Roy, 1996 ; Pichler *et al.*, 2006). Le modèle de Le Roy (Le Roy, 1996) propose de déterminer le retrait du béton ou du mortier à long terme à partir de celui de la pâte de ciment par la résolution d'un problème cellulaire élastique. Le retrait endogène du mortier est obtenu après détermination de la loi de comportement mécanique équivalente par un schéma auto-cohérent. Cependant, il faut souligner que le modèle de Le Roy ne tient pas compte de la présence d'une auréole de transition pâte-granat.

Avant la prise, le mortier ne possède pas de résistance mécanique significative. L'hydratation progressive des phases du ciment aboutit à la formation d'une matrice solide : c'est le phénomène de prise. Après la prise, les éléments solides de la pâte de ciment sont connectés entre eux et on peut considérer que le mortier obéit à une loi de comportement chemo-mécanique. Une étude par éléments finis est envisagée afin de pouvoir prendre en compte les effets de fluage et/ou d'endommagement à

l'échelle des constituants. Le problème cellulaire chemo-mécanique est résolu sur un volume représentatif V :

$$\operatorname{div}(\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{y})) = 0 \quad \forall \mathbf{y} \in V \quad [1]$$

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{y}) = \alpha_r(\xi(t))\Delta\xi\mathbf{I} \quad \forall \mathbf{y} \in V, t \in [0, T] \quad [2]$$

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{y}) = \mathbf{C}(\mathbf{y}, \xi(t)) : (\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{y}) - \alpha_r(\xi(t))\Delta\xi\mathbf{I}) \quad \forall \mathbf{y} \in V, t \in [0, T] \quad [3]$$

$$\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{y}) = \frac{1}{2}(\nabla\mathbf{u}(\mathbf{y}) + {}^t\nabla\mathbf{u}(\mathbf{y})) \quad [4]$$

$$\Delta\xi = cste \quad \forall \mathbf{y} \in V \quad [5]$$

Où \mathbf{y} désigne les coordonnées dans V , $\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{y})$ le champ de contraintes solutions, $\boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{y})$ le champ de déformations solutions, $\alpha_r(\xi(t))$ le coefficient de retrait fonction du degré d'hydratation $\xi(t)$, T le temps de début de prise, \mathbf{I} le tenseur identité d'ordre 2, $\mathbf{C}(\mathbf{y}, \xi(t))$ le tenseur d'élasticité fonction du temps et $\Delta\xi$ la variation du degré d'hydratation imposée à l'ensemble du volume V .

La résolution de ce problème cellulaire nécessite la détermination du « coefficient de retrait » et des paramètres d'élasticité de la pâte de ciment (module d'Young E , module de cisaillement G et coefficient de poisson ν) après la prise. La présence d'une auréole de transition autour des granulats du mortier est également prise en compte. Celle-ci possède des propriétés différentes de la pâte de ciment pure (Maso *et al.*, 1996 ; Katz *et al.*, 1998).

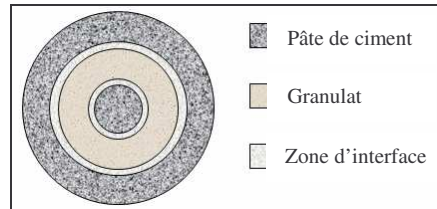


Figure 2. Modèle tri-sphère de Le Roy modifié (prise en compte de la zone d'interface)

Les propriétés mécaniques de la pâte de ciment et de l'auréole de transition sont ensuite calculées par un schéma auto-cohérent à partir des volumes de chaque phase et de leurs caractéristiques élastiques (Bernard *et al.*, 2003). Le coefficient de retrait pour la pâte de ciment est déterminé expérimentalement. Pour cela, plusieurs essais ont été réalisés sur différents types de mortiers afin de retenir les principaux paramètres influençant le retrait chimique.

3. Programme expérimental

Les paramètres de l'étude expérimentale sont récapitulés dans le tableau 1. Afin de quantifier l'influence de la concentration granulaire, deux rapports granulats/ciment ont été utilisés, avec deux diamètres d'inclusions ($d = 1$ mm et 2 mm). On a également fait varier le type d'inclusions (billes de verre et granulats naturels). Enfin, deux rapports massiques eau/ciment (E/C) ont été choisis (0,30 et 0,40).

Le retrait chimique est mesuré pendant les premières 24 heures par pesée hydrostatique (Mounanga *et al.*, 2004). Cette technique consiste à placer un échantillon, de l'ordre de 15 g et de 10 mm d'épaisseur, dans un flacon muni d'un orifice. L'ensemble est mis sous eau distillée à la température de $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ et suspendu à une balance. Parallèlement à ces mesures de retrait, le degré d'hydratation est déterminé par analyse thermo-gravimétrique (ATG) (Mounanga *et al.*, 2004) pour les pâtes de ciment et par la méthode de perte au feu pour les mortiers (Bentz, 2006).

Tableau 1. Paramètres de l'étude expérimentale

<i>Ciment</i>	<i>E/C</i>	<i>S/C</i>	<i>d (mm)</i>	<i>Nature des inclusions</i>
CEM I 52,5 N	0,30	0,5	1	➤ Billes de verre (BV)
CE PM-ES-CP2	0,40	1	2	➤ Granulats naturels siliceux (GN)

La réduction du volume de l'échantillon est exprimée en mm^3/g de ciment initial présent dans l'échantillon. Les essais sont initialisés à 1 heure après le coulage. Chaque résultat de retrait chimique et de degré d'hydratation présenté dans cette étude est une valeur moyenne calculée sur deux essais. L'erreur relative de mesure estimée est de $\pm 3\%$ pour le retrait chimique et $\pm 4\%$ pour le degré d'hydratation.

4. Résultats et discussion

4.1. Influence du type de granulats, du rapport eau/ciment et de la concentration granulaire

La figure 3 montre que la différence de retrait observée entre le mortier contenant des granulats naturels ($E/C = 0,30$; $S/C = 1$; $d = 2$ mm) et celui contenant des billes de verre est négligeable : elle est de l'ordre de l'erreur de mesure ($\pm 3\%$). Compte tenu de leur très faible teneur en eau moyenne ($= 1,27\%$), les granulats

naturels peuvent être considérés comme secs. On peut donc affirmer qu'à l'état sec, la forme des granulats a peu d'effet sur le retrait chimique.

La variation du rapport E/C de 0,30 à 0,40 des mortiers composés de granulats naturels siliceux ($S/C = 0,5$; $d = 2$ mm) ne montre aucune influence de ce paramètre sur l'amplitude du retrait chimique exprimé en mm^3/g de ciment (figure 3). Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus par Holt (Holt, 2001) qui n'a pas observé de différence significative de retrait chimique entre 0 et 48h sur des pâtes de ciment CEM1 dont le rapport E/C variait de 0,30 à 0,40.

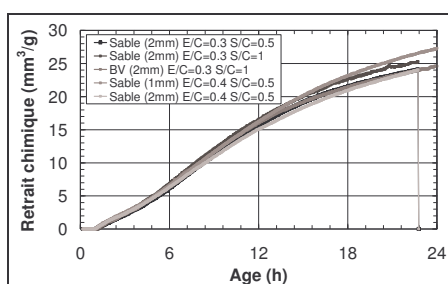


Figure 3. *Retrait chimique en fonction de l'âge pour différents mortiers*

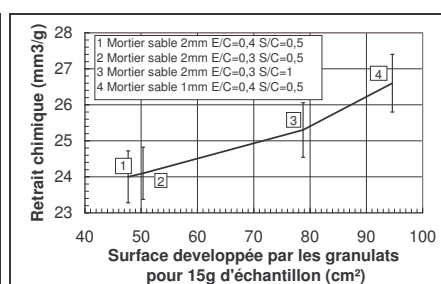


Figure 4. *Influence de la surface développée par les granulats naturels à 23h*

Il apparaît, toujours sur la figure 3, que le mortier avec des granulats de diamètre 1 mm présente un retrait plus important que celui formulé avec des granulats de diamètre 2 mm pour une même concentration $S/C = 0,5$. Il faut noter, s'il on considère des granulats de forme sphérique, que pour une même concentration granulaire, les grains les plus fins forment une surface développée plus élevée. Or, plus la surface développée est grande plus la dispersion des amas de ciment pendant le malaxage devient importante. Cela se traduit par une accélération de l'hydratation et du retrait chimique. Sur les mortiers étudiés, cet effet se manifeste dès l'âge de 10h. Il est confirmé à la figure 4, où l'on observe une tendance à l'augmentation du retrait chimique en fonction de la surface développée par les granulats.

4.2. Influence des inclusions granulaires sur l'hydratation de la matrice cimentaire

Afin de mieux comprendre l'effet des inclusions granulaires sur le retrait chimique, il est important de prendre en compte l'évolution de l'hydratation des mortiers. Les mesures de degré d'hydratation ont été réalisées sur des éprouvettes

conservées en condition endogène (sans échange de masse avec l'extérieur) à une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

On observe sur la figure 5 que, dès 12 heures, l'hydratation des mortiers à granulats naturels est légèrement supérieure à celle de la pâte de ciment pure. L'analyse de ce résultat montre que lorsque la surface développée des granulats augmente, l'hydratation est légèrement accélérée. Ceci est en accord avec les remarques du paragraphe 4.1.

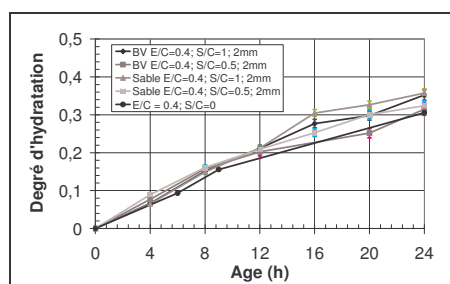


Figure 5. Degré d'hydratation en fonction de l'âge de l'échantillon pour différentes compositions

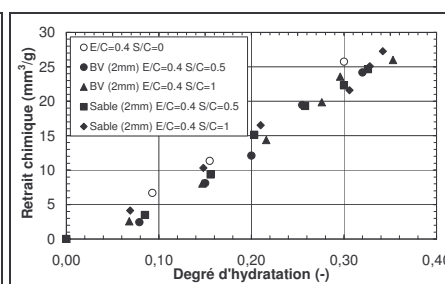


Figure 6. Retrait chimique en fonction du degré d'hydratation

La figure 6 qui représente le retrait chimique en fonction du degré d'hydratation montre que la pâte de ciment et les mortiers ont quasiment le même retrait chimique pour un degré d'hydratation donné. La relation entre le retrait chimique et le degré d'hydratation est de forme linéaire avec une pente presque constante pour tous les mortiers et pâte de ciment étudiés. On en déduit que le coefficient de retrait des mortiers au très jeune âge peut être pris égal à celui de la pâte de ciment pure.

5. Conclusions

Les résultats de cette étude montrent que le rapport eau/ciment et le type de granulat n'ont pas d'effet significatif sur le retrait chimique des mortiers. Depuis la fin du malaxage et jusqu'à quelques heures d'hydratation, la taille des granulats et la concentration granulaire n'influencent pas non plus la cinétique et l'amplitude du retrait chimique des mortiers, égal à celui de la pâte de ciment pure. Au cours de cette phase, on peut supposer l'interaction pâte-granulats comme négligeable. Au-delà, l'effet de la surface développée des grains est significatif. En effet, on remarque que le retrait chimique est une fonction croissante de la surface développée par les granulats. Ce phénomène peut s'expliquer par un meilleur malaxage et une destruction des amas de grains de ciment en présence de granulats.

Les granulats n'ont donc d'effet ni sur l'hydratation ni sur le retrait chimique pendant les premières heures. Après la prise, ils accélèrent légèrement l'hydratation (effet cinétique) mais ne modifient pas le coefficient de retrait liant l'évolution du retrait chimique à celle du degré d'hydratation.

6. Bibliographie

- Bentz D.P., "Influence of water-to-cement ratio on hydration kinetics: simple models based on spatial considerations", *Cement and Concrete Research*, vol. 36, n° 2, 2006, p.238-244.
- Bentz D.P., Garboczi E.J., Martys N.S., "Application of digital-image-based models to microstructure, transport properties and degradation of cement-based materials", in *Modelling of Microstructure and Its Potential for Studying Transport Properties and Durability*, Kluwer Academic publisher, éditeur : Jennings, H., p. 167-185, 1996.
- 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*, vol. 33, n° 9, 2003, p. 1293-1309.
- Bouasker M., Turcry Ph., Mounanga P., Loukili A., "Influence of limestone filler on chemical shrinkage and hydration of cement pastes at early age", Actes de Concreep'7, International Conference on Creep and Shrinkage France, 12-14 septembre 2005, Paris, Hermès, p. 559-564.
- 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 ENPC, 1999.
- Holt E., *Early age autogenous shrinkage of concrete*, Thèse de doctorat de l'Université de Washington (Seattle, Etats-Unis), 2001.
- Jensen O., *Autogenous phenomena in cement-based materials*, University of Denmark, Août 2005
- Justnes H., Van Gemert A., Verboven F., Sellevold E.J., "Total and external chemical shrinkage of low W/C-ratio cement pastes", *Advances in Cement Research*, vol. 31, n° 8, 1996, p. 121-126.
- Le Roy R., *Déformations instantanées et différées des bétons à hautes performances*, OA22, Série Ouvrage d'Art, 1996, LCPC.
- Mounanga P., Khelidj A., Loukili A., Baroghel-Bouny V., "Predicting $\text{Ca}(\text{OH})_2$ content and chemical shrinkage of hydrating cement pastes using analytical approach", *Cement and Concrete Research*, vol. 34, n° 2, 2004, p. 255-265.
- Nadeau J.C., "Water-cement ratio gradients in mortar and corresponding effective elastic properties", *Cement and Concrete Research*, vol. 32, n° 3, 2002, p. 481-490.
- Pichler C., Lackner R., Mang H.A., "A multiscale micromechanics model for the autogenous-shrinkage deformation of early-age cement-based materials", *Engineering Fracture Mechanics*, 2006, sous presse.