
Approche physico-chimique et mécanique de la fissuration endogène de liants binaires et ternaires au jeune âge

Nour El Houda Khalifa¹ — Marwen Bouasker^{2*} — Pierre Mounanga³ — Nabil Benkhala¹

¹Laboratoire de Systèmes et de Mécanique Appliquée – LASMAP, La Marsa 2078, Tunisie

²Centre de Recherche sur la Matière Divisée – CRMD, UMR CNRS 6619, Orléans

³LUNAM Université, Université de Nantes – IUT Saint-Nazaire, GeM, CNRS UMR 6183, Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique

* Marwen.bouasker@cnrs-orleans.fr

RÉSUMÉ. Cette étude s'intéresse au risque de fissuration endogène des matrices à base de liants binaires et ternaires, associant ciment Portland, laitier de haut fourneau et filler calcaire. L'objectif visé est de quantifier l'influence de la composition des liants sur leur évolution physico-chimique et leur risque de fissuration endogène au jeune âge. A cette fin, des essais de mesure de la cinétique de dégagement de chaleur de réaction, de retrait chimique et de fissuration à l'anneau ont été réalisés sur 12 pâtes de liants de même rapport massique Eau/Liant ($E/L = 0,32$). L'analyse des résultats montre que la mono- ou la bi-substitution du ciment par des « additions » minérales permet le plus souvent de retarder l'âge de la première fissure endogène traversante.

ABSTRACT. This study focuses on the risk of autogenous cracking of binary and ternary binder matrices, combining Portland cement, blast furnace slag and limestone filler. The main objective was to quantify the influence of the binder's composition on their physico-chemical evolution and early-age autogenous cracking risk. For this purpose, measurements of the reaction heat rate, chemical shrinkage and ring tests were performed on 12 mineral binders prepared with the same water-to-binder ratio ($W/B = 0.32$). The analysis shows that the mono- or bi-substitution of cement with mineral "additions" often enables to delay the age of the first autogenous through-crack.

MOTS-CLÉS : Laitier de haut fourneau, filler calcaire, matrice cimentaire, retrait chimique, fissuration endogène, chaleur de réaction

KEYWORDS: Blast furnace slag, limestone filler, cementitious matrix, chemical shrinkage, autogenous cracking, reaction heat

1. Introduction

L'impact de la production du ciment Portland (CP) sur les émissions industrielles de CO₂ est aujourd'hui mondialement reconnu. Pour y remédier, un nombre croissant d'études sont actuellement entreprises afin de mettre au point des liants présentant un impact environnemental réduit. L'une des voies explorées consiste à substituer une partie importante du ciment par des additions minérales issues de co-produits industriels (laitier de haut fourneau – LHF, ou cendres volantes – CV). Ces constituants supplémentaires peuvent contribuer à améliorer les performances du béton à long terme. Cependant, l'utilisation massive de ces additions minérales dans les bétons, en remplacement du ciment Portland, entraîne généralement une diminution importante de la cinétique de durcissement et des performances du matériau au jeune âge. Un moyen de contrebalancer ces phénomènes au jeune âge consiste à combiner le mélange « CP + LHF » ou « CP + CV » avec des quantités modérées de fillers calcaires. Les matrices cimentaires confectionnées avec des liants ternaires peuvent en effet présenter des performances supérieures à celles des matrices à base de liants binaires, en termes de dégagement de chaleur, de résistance mécanique au jeune âge et de durabilité (Menéndez *et al.*, 2003).

L'effet bénéfique des fillers calcaires sur la vitesse d'hydratation du ciment Portland au jeune âge a déjà été mis en évidence au cours de précédentes études (Lothenbach *et al.*, 2008 ; Bouasker *et al.*, 2008 ; Mounanga *et al.*, 2011) : le filler calcaire améliore l'agencement des hydrates au sein des matrices en cours d'hydratation et constitue également des sites de nucléation supplémentaires pour le développement des hydrates. Toutefois, les effets des fillers calcaires sur le développement des déformations au jeune âge et le risque de fissuration induit sont encore mal connus, notamment pour des systèmes ternaires. Cette étude a pour objectif d'étudier la sensibilité à la fissuration endogène au jeune âge de liants ternaires à base de ciment Portland, de laitier de haut fourneau et de filler calcaire. La méthode de l'essai à l'anneau a été utilisée et appliquée à 12 pâtes de liant de même rapport eau/liant ($E/L = 0,32$). Parallèlement à ces essais, la contraction Le Chatelier, mécanisme-moteur des déformations d'origine endogène, et le dégagement de chaleur d'hydratation, ont été mesurés pour chaque pâte.

2. Programme expérimental

2.1. Matériaux et liants composés

Les pâtes étudiées dans ce travail de recherche sont composées de ciment Portland, de laitier de haut fourneau et de filler calcaire, mélangés avec des dosages variables. Dans la suite de l'article, le terme « liant » binaire ou ternaire désigne la combinaison de ces deux ou trois constituants, respectivement.

Le ciment Portland utilisé est un CEM I 52,5 N (Usine du Havre, Lafarge). Les fractions massiques de ses principales phases, fournies par le fabricant, sont : 67,50% de C_3S ; 12,21% de C_2S ; 8,81% de C_3A ; 7,97% de C_4AF et 3,30% de gypse. Le laitier granulé de haut fourneau moulu est fourni par l'entreprise ECOCEM (usine d'Aix en Provence). Les principaux constituants du ciment et du laitier sont donnés dans le Tableau 1. Le filler calcaire utilisé (BETOCARB P2) a été produit à l'usine d'Erbray. Il contient 97,7% de $CaCO_3$ et sa densité est de 2,714.

Les pâtes sont préparées dans un malaxeur de capacité 20 L. les constituants solides sont tout d'abord mélangés durant 30 s. Puis, l'eau de gâchage est introduite et le malaxage est poursuivi pendant 90 s à vitesse lente et 90 s à vitesse rapide. La composition des différentes pâtes de liant est donnée dans le Tableau 2. Le rapport massique eau/liant (E/L) est égal à 0,32 pour l'ensemble des formulations étudiées.

Tableau 1. *Composition chimique du ciment et du laitier (% g/g massique)*

Constituants	Ciment	Laitier de haut fourneau
SiO ₂	21,39	34,49
Al ₂ O ₃	3,66	13,19
Fe ₂ O ₃	4,25	0,40
CaO	64,58	41,03
MgO	0,96	8,21
MnO	0,13	0,40
TiO ₂	0,16	0,88
K ₂ O	0,28	0,54
Na ₂ O	0,10	0,43
SO ₃	2,63	0,10
Densité (-)	3,20	2,89

Tableau 2. *Composition massique (%) des liants étudiés*

Libellés	Ciment	Laitier de haut fourneau	Filler calcaire
PC0L0F	100	0	0
PC30L0F	70	30	0
PC50L0F	50	50	0
PC80L0F	20	80	0
PC0L10F	90	0	10
PC20L10F	70	20	10
PC40L10F	50	40	10
PC70L10F	20	70	10
PC0L20F	80	0	20
PC10L20F	70	10	20
PC30L20F	50	30	20
PC60L20F	20	60	20

2.2. Méthodes expérimentales

2.2.1. Dégagement de chaleur d'hydratation

Un microcalorimètre isotherme TAM Air a été utilisé pour mesurer le flux de chaleur de réaction et ainsi la cinétique de réaction des liants au jeune âge. Pour chaque pâte de liant, deux échantillons d'environ 4 g sont prélevés dès la fin du malaxage, pesés (à 0,01 g près) et introduits dans des flacons. Les flacons scellés sont ensuite placés dans l'appareil et l'acquisition est enclenchée. Chaque essai est mené sur les 5 premiers jours d'hydratation. La première mesure de flux est réalisée environ 10 minutes après la fin du malaxage.

2.2.2. Retrait chimique

Le retrait chimique a été mesuré par la méthode de la pesée hydrostatique (Bouasker *et al.*, 2008). Dès la fin du malaxage, deux échantillons de 4 à 5 g sont introduits dans deux flacons différents. Le volume restant de ces flacons est ensuite délicatement rempli avec de l'eau désaérée, tout en évitant la perturbation des échantillons. Puis, chaque flacon est immergé dans l'eau et suspendu par un fil en nylon à une balance de $\pm 0,001$ g de précision. Le dispositif expérimental est placé dans une salle climatisée à $20 \pm 2^\circ\text{C}$. La première prise de masse est réalisée environ 15 min après le malaxage. L'acquisition se fait automatiquement pendant 140 h.

2.2.3. Essai à l'anneau de fissuration

Pour étudier le risque de fissuration des différentes pâtes, un banc d'essai d'anneau de fissuration, développé par Pertué *et al.*, a été utilisé (Pertué, 2008 ; Mounanga *et al.*, 2011). Il permet de réaliser des essais de retrait empêché à température contrôlée. Le dispositif expérimental est composé de :

- Deux anneaux concentriques. L'anneau central en laiton, qui assure l'empêchement des déformations de la matrice cimentaire, a un diamètre intérieur de 190 mm, une épaisseur de 10 mm et une hauteur de 40 mm. Un deuxième anneau extérieur en PVC est utilisé pour le coffrage externe. La section de l'échantillon testé est de $40 \times 40 \text{ mm}^2$;
- Quatre jauges extensométriques qui mesurent les déformations de l'anneau central induites par le retrait endogène partiellement empêché de la pâte, ainsi que quatre jauges supplémentaires de compensation thermique, collées sur une plaque métallique fixée à l'intérieur de l'anneau central ;
- Un système de régulation thermique, composé d'un réseau de tubes en cuivre soudés sur deux plaques en aluminium couvrant totalement les faces inférieure et supérieure de l'échantillon. Au cours de l'essai, ce réseau de tubes est alimenté en continu par un bain d'eau thermostatée.

Avant le début de l'essai, l'eau est mise en circulation dans les tubes. Lorsque la température visée est stabilisée dans le dispositif, l'échantillon frais est coulé entre l'anneau central et l'anneau extérieur en PVC et couvert par la plaque d'aluminium supérieure afin de maintenir l'éprouvette en conditions endogènes. A partir de ce moment, l'acquisition est enclenchée. Elle est arrêtée dès qu'une fissure traversante apparaît dans l'échantillon. Cela se traduit par une chute brutale des valeurs de déformations de l'anneau central.

3. Résultats et discussion

3.1. Evolution physico-chimique : chaleur de réaction et retrait chimique

Les Figures 1 et 2 présentent les évolutions du dégagement de chaleur de réaction et du retrait chimique des différentes pâtes en fonction du temps et du dosage massique en laitier de haut fourneau, respectivement.

3.1.1. Effet du laitier de haut fourneau

L'effet du laitier est directement observable sur les Figures 1.A et 1.B pour 4 taux de substitution du laitier (0%, 30%, 50% et 80%). On observe que l'augmentation du dosage en laitier entraîne une diminution de la quantité de chaleur de réaction dégagée, par effet de dilution. Le laitier possède en effet une chaleur de réaction, 461 J/g de laitier (Schindler et Folliard, 2005), sensiblement plus faible que celle du ciment (environ 500 à 550 J/g de ciment pour un ciment de type I). Par ailleurs, il réagit plus lentement que le ciment et nécessite un seuil minimal de portlandite pour réagir. Concernant le retrait chimique, on peut distinguer deux types d'évolution de courbe : pour les pâtes avec 0% et 30% de laitier, les courbes montrent une augmentation rapide pendant les 20 premières heures, liée à l'hydratation du ciment, suivie d'une phase de ralentissement des déformations. Le retrait des pâtes avec 50% et 80% connaît une évolution similaire à celle du retrait de la pâte avec 30% de laitier pendant les premières heures. Puis, on observe une pente d'évolution plus rapide du retrait chimique des pâtes avec 50% et 80% de laitier (Figure 1.B). Ceci peut s'expliquer par un démarrage des réactions du laitier qui engendrent une accélération du retrait chimique. Cette accélération se traduit par un croisement des courbes entre 80 et 120 h d'hydratation.

3.1.2. Effet du filler calcaire

La Figure 2 met en évidence l'effet du filler calcaire sur l'évolution de la chaleur de réactions et du retrait chimique des liants. Pour les liants sans laitier, l'introduction de filler, « addition » peu réactive, entraîne une diminution de la chaleur de réaction par effet de dilution. Comme pour le laitier, ce résultat est en

accord avec de précédentes études (Mounanga *et al.*, 2011). Plus le dosage en filler est élevé, plus la chaleur de réaction diminue.

La présence du filler provoque parallèlement une augmentation progressive du retrait chimique des liants, visible notamment à 120 h et au-delà (Figures 1.A à 1.B et Figure 2.F). Ceci peut être expliqué soit par une modification de la morphologie ou du type d'hydrates formés (Lothenbach *et al.*, 2008) soit par une accélération des réactions d'hydratation (causée par un effet de nucléation et une quantité d'eau disponible plus importante pour l'hydratation du ciment). L'analyse croisée des résultats de chaleur d'hydratation et de retrait chimique aboutit à privilégier plutôt la première explication.

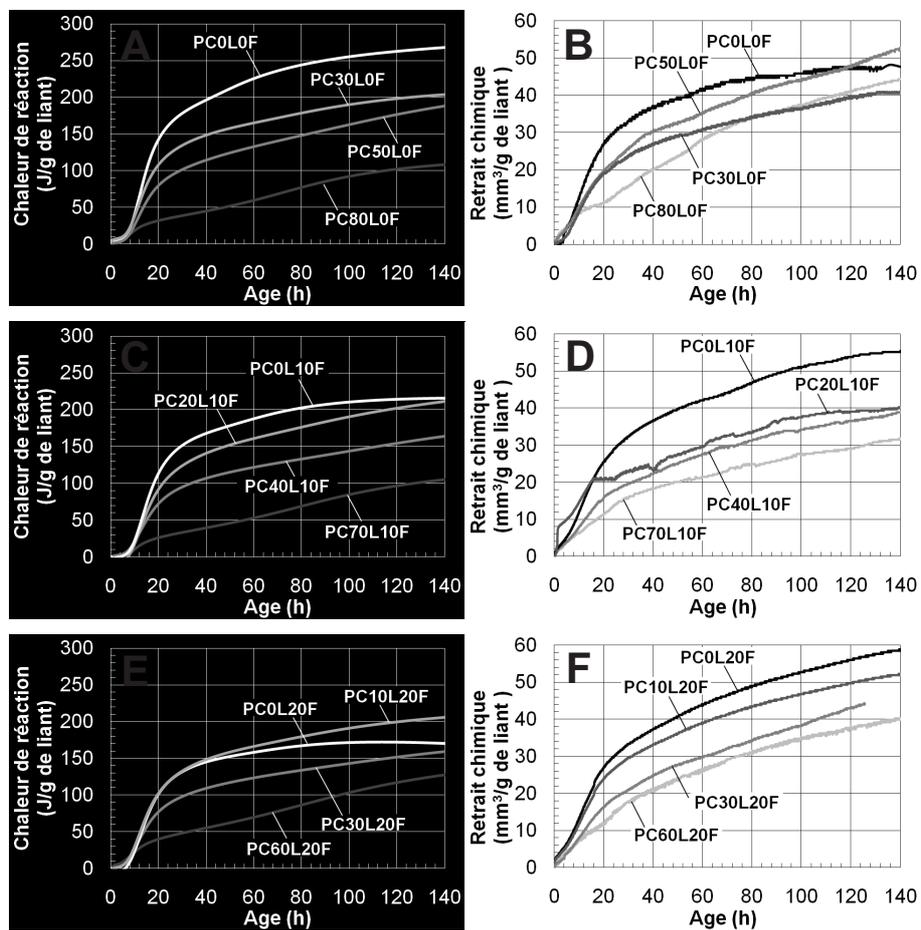


Figure 1. Evolution du dégagement de chaleur de réaction et du retrait chimique des liants étudiés en fonction du temps. A et B : liants sans filler calcaire ; C et D : liants avec 10% de filler calcaire ; E et F : liants avec 20% de filler calcaire

3.1.3. Effet combiné du laitier de haut fourneau et du filler calcaire

La substitution combinée de laitier et de filler modifie la cinétique des réactions au très jeune âge (Figures 1 et 2) : à 12 h, les pâtes avec laitier et 20% de filler dégagent davantage de chaleur que celles avec 10% de filler. A 24 h et 120 h, ce phénomène s'estompe et les quantités de chaleur dégagée par gramme de liant restent très voisines. La présence conjointe du laitier et du filler provoque une diminution du retrait chimique des pâtes par rapport aux références respectives (PC0L10F et PC0L20F). Au très jeune (12 h et 24 h), les mélanges à 10% et à 20% de filler présentent des valeurs de retrait proches. Au-delà, le retrait chimique des mélanges à 20% de filler devient plus élevé.

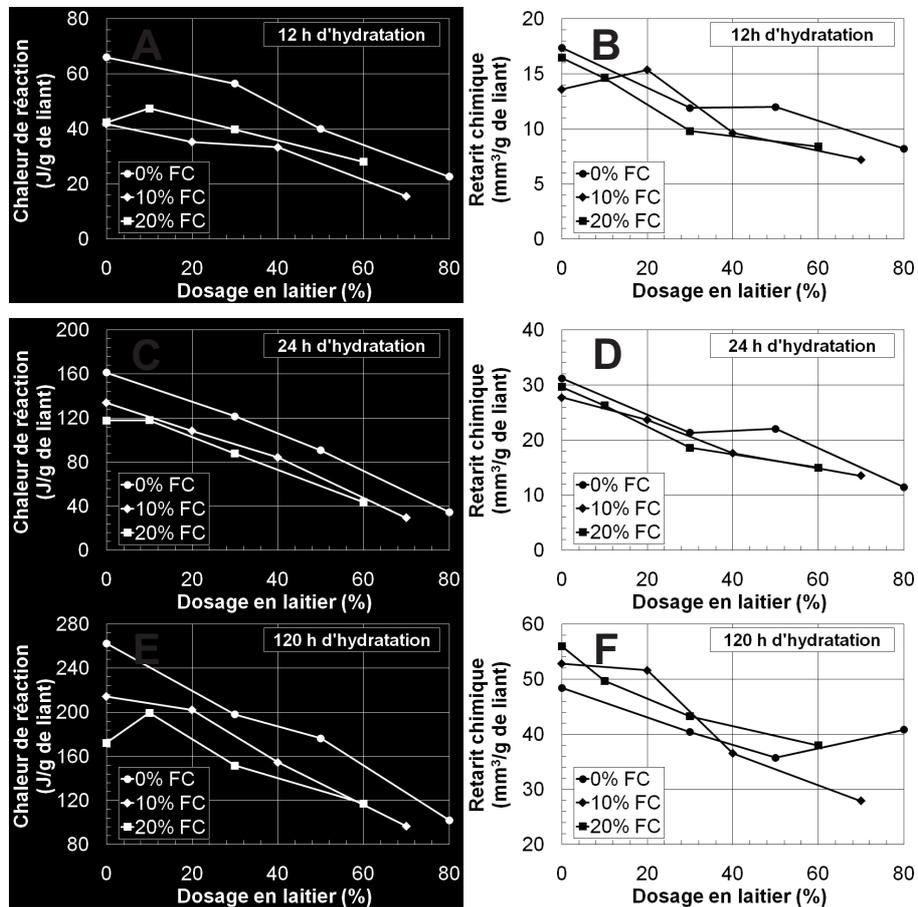


Figure 2. Evolution du dégagement de chaleur de réaction et du retrait chimique des liants étudiés en fonction du dosage en laitier de haut fourneau. A et B : liants sans filler calcaire ; C et D : liants avec 10% de filler calcaire ; E et F : liants avec 20% de filler calcaire

3.2. Risque de fissuration endogène au jeune âge

Pour chaque formulation étudiée, un essai de mesure de retrait empêché a été réalisé en conditions endogènes et quasi-isothermes ($20\pm 1^\circ\text{C}$) à l'aide du dispositif à l'anneau de fissuration. L'influence relative de la formulation des liants sur l'âge de fissuration et les contraintes de traction maximales au sein des différentes éprouvettes a ainsi été étudiée. Les contraintes sont obtenues à partir des déformations de l'anneau central en laiton, mesurées tout au long de l'essai (Pertué, 2008).

Les Figures 3 et 4 présentent les différents résultats obtenus, en fonction de l'âge d'hydratation et du dosage en laitier de haut fourneau, respectivement.

3.2.1. Effet du laitier de haut fourneau

Les Figures 3.A et 4 permettent d'analyser l'influence du laitier pour 4 taux de substitution différents. La présence de laitier en mono-substitution permet, dans tous les cas de figure, de retarder l'âge de la première fissure. Cependant, cet effet du laitier ne suit pas une progression monotone : le retard le plus important est obtenu pour les pâtes à 30% et 80% de substitution, tandis que la pâte à 50% de laitier présente un âge de fissuration plus proche de celui de la pâte de référence. En rapprochant ces résultats de ceux de retrait chimique, on peut noter que les pâtes qui présentent le retrait chimique le plus faible à la fin de la période d'investigation (Figure 1.B) fissurent également le plus tardivement. Par ailleurs, la pâte à 80% de laitier montre la plus faible contrainte à la rupture parmi les 4 pâtes sans filler, indiquant les faibles performances mécaniques de cette matrice au jeune âge.

3.2.2. Effet du filler calcaire

La substitution du ciment par du filler a tendance à retarder l'âge de la première fissure (Figure 4.A). Cet effet est particulièrement sensible pour la pâte à 20% de substitution en filler, pour laquelle on enregistre un retard de l'âge de fissuration de 65 h par rapport aux pâtes PC0L0F et PC0L10F. En effet, le filler calcaire réagissant très peu, la quantité d'eau disponible pour l'hydratation du ciment est plus importante lorsque ce dernier est partiellement remplacé par du filler. Les effets capillaires, à l'origine des déformations endogènes des matrices, sont donc moindres. Il en résulte une évolution plus lente des contraintes liées à l'empêchement partiel du retrait endogène et un âge de fissuration plus tardif. La première fissure se produit pour un niveau de contrainte assez proche pour les trois pâtes considérées (PC0L0F ; PC0L10F ; PC0L20F). Ceci indique que l'effet du filler sur le développement des contraintes est principalement un effet retardateur : aux taux de substitution considérés ici, le filler ne modifie pas significativement l'intensité des contraintes et le niveau de résistance mécanique du liant à la fissuration au jeune âge.

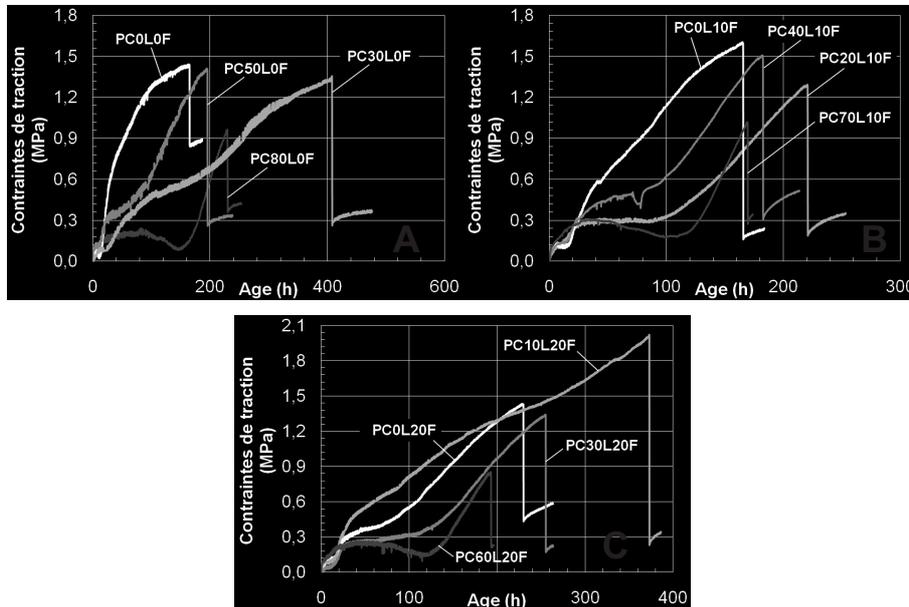


Figure 3. Courbes d'essais à l'anneau de fissuration. A : Liants sans filler calcaire ; B : Liants avec 10% de filler calcaire ; C : Liants avec 20% de filler calcaire

3.2.3. Effet combiné du laitier de haut fourneau et du filler calcaire

Pour les liants ternaires étudiés, la combinaison de ciment, de laitier et de filler permet, le plus souvent, de retarder le moment de la première fissure par rapport à la pâte de liant binaire de référence correspondante (PC0L10F pour les pâtes à 10% de filler et PC0L20F pour celles à 20% de filler). Les meilleurs résultats en termes de retard d'apparition de la première fissure sont obtenus pour les liants les plus faiblement dosés en laitier (PC30L0F ; PC20L10F et PC10L20F). Plus le taux de substitution en laitier augmente, plus l'instant de la première fissuration des liants ternaires a tendance à apparaître tôt. Par ailleurs, les liants formulés avec 10% de filler présentent systématiquement les âges de fissuration les plus précoces, pour un taux de substitution du ciment donné. L'augmentation du taux de substitution en filler de 10 à 20% permet, comme observé précédemment pour les liants binaires (paragraphe 3.2.2) de retarder l'apparition de la fissure des liants ternaires. Enfin, on peut remarquer que les liants les plus riches en « additions » minérales (PC80L0F ; PC70L10F ; PC60L20F) ont des comportements très différents vis-à-vis du risque de fissuration au jeune âge. Ils peuvent tantôt fissurer avant la pâte de référence correspondante (PC0L20F : 230,2h ; PC60L20F : 193,0h), tantôt après (PC0L0F : 164,8h ; PC80L0F : 229,3h), ou quasiment au même âge (PC0L10F : 165,7h ; PC70L10F : 169,7h) pour des niveaux de contraintes assez similaires, à 15% près.

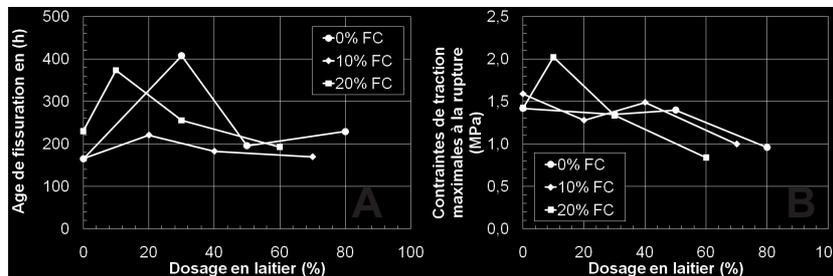


Figure 4. Age de la première fissure (A) et contraintes maximales (B) à la rupture des liants étudiés en fonction du dosage en laitier de haut fourneau

4. Conclusion

L'analyse des résultats de cette étude menée sur le comportement au jeune âge de liants binaires et ternaires, a mis en évidence que la substitution du ciment par du laitier de haut fourneau et/ou du filler calcaire engendrait une diminution de la quantité de chaleur de réaction dégagée. L'effet combiné de ces « additions » sur l'évolution du retrait chimique dépend du niveau d'avancement des réactions d'hydratation. La présence de laitier ou de filler en mono- ou en bi-substitution permet, dans la grande majorité des cas étudiés, de retarder l'âge de la première fissure endogène traversante. Les meilleurs résultats en termes de retard à la fissuration sont obtenus pour les liants les plus faiblement dosés en laitier.

5. Bibliographie

- 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*, vol. 30, n° 1, 2008, p. 13-22.
- Lothenbach B., Le Saout G., Gallucci E., Scrivener K., "Influence of limestone on the hydration of Portland cements", *Cement and Concrete Research*, vol. 38, n° 6, 2008, p. 848-860.
- Menéndez G., Bonavetti V., Irassar E. F., "Strength development of ternary blended cement with limestone filler and blast-furnace slag", *Cement and Concrete Research*, vol. 25, n° 1, 2003, p. 61-67.
- Mounanga P., Khokhar M.I.A., El Hachem R., Loukili A., "Improvement of the early-age reactivity of fly ash and blast furnace slag cementitious systems using limestone filler", *Materials and Structures*, vol. 44, n° 2, 2011, p. 437-453.
- Pertué A., « Etude expérimentale du retrait endogène, du fluage propre et de la fissuration des matrices cimentaires aux jeune et très jeune âges », Thèse de doctorat, Université de Nantes, 2008.
- Schindler A.K., Folliard K.J., "Heat of hydration models for cementitious materials", *ACI Materials Journal*, vol. 102, n° 1, 2005, p. 24-33.