



02 460 607
2^e ta.

Doc 3720

Projet National : BETONS AUTOPLAÇANTS

Opération du Réseau Génie Civil et Urbain

RINCENT – B T P

EXAMEN DE LA CINÉTIQUE D'HYDRATATION D'UN BAP PAR ULTRA-SONS

DOCUMENTATION
Direction de la recherche et de
l'animation scientifique
et technique

— :
— :
— :

D.DUROT

R/04/BAP/2/3/16

LC/03/BAP/2.3/138

► Président : Yves MALIER - Vice-Président : Gérard PONS

● Directeur : Michel GUERINET - E.C.G.D. - Tour Morane - 3, avenue Morane Saulnier - 78140 Vélizy Villacoublay
Tél.: 01 34 65 87 96 - Fax : 01 34 65 87 07 - e-mail : mguerinet@eiffageconstruction.com

● Gestion administrative et financière :

IREX - 10, rue Washington - 75008 PARIS - Tél. : 01 44 13 32 77 - Fax : 01 43 59 68 30 - e-mail : IREX@wanadoo.fr

► 10, rue Washington - 75008 Paris - Tél. : 01 44 13 32 77 - Fax : 01 43 59 68 30 - E-mail : IREX@wanadoo.fr - Internet : www.irex.asso.fr

B@P/FICHE SIGNALÉTIQUE

TITRE : Examen de la cinétique d'hydratation d'un BAP par ultra-sons
RAPPORT N° : R/04/BAP/2.3/16
DATE D'ETABLISSEMENT : Décembre 2003
AUTEUR(S) : D. DUROT
ORGANISME(S) CHARGE(S) DE L'ACTION : RINCENT B.T.P.
THEME DE RATTACHEMENT : 2
LETTRE DE COMMANDE : LC/03/BAP/2.3/138



PN BAP- PROGRAMME MI-ECHELLE

GROUPE 2.3

**EXAMEN DE LA CINETIQUE
D'HYDRATATION D'UN BAP**

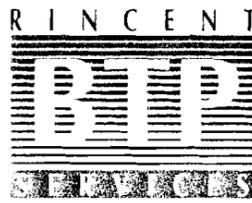
RESUME

Il a été procédé à des mesures comparatives de conductivité électrique, de température et de vitesse de propagation des ondes ultrasonores dans un moule spécifiquement conçu et dans lequel a été coulé un béton autoplaçant. Ce béton correspondait à la formulation utilisée pour le coulage du voile n°3 au site de Guerville pour les essais en vraie grandeur.

Ces essais en laboratoire ont montré une bonne corrélation de ces mesures entre elles. L'examen de la vitesse de propagation est néanmoins insuffisant pour mettre en évidence l'ensemble des phases de durcissement du BAP, une mesure de l'atténuation des ondes ultrasonores permettrait d'obtenir de plus amples informations. Les mesures de conductivité électriques sont fiables et permettent une bonne discriminations des différentes phases.

Les mesures de températures comparées à celles obtenues in situ diffèrent notablement, que ce soit en terme d'époque d'apparition de température élevé ou en terme d'amplitude.

D.DUROT
Ingénieur



PN BAP- PROGRAMME MI-ECHELLE

GROUPE 2.3

**EXAMEN DE LA CINETIQUE
D'HYDRATATION D'UN BAP**

SYNTHESE

Dans le cadre du Projet National Béton Auto-Plaçant, axe 2.3, il a été procédé à un essai en laboratoire consistant à examiner la cinétique de durcissement d'un Béton Atutoplaçant à l'aide de différents types de capteurs. Il a ainsi été mesuré durant une période de 32 heures, les variations de conductivité électrique, de température et de vitesse du son dans un BAP depuis son coulage.

La formulation du BAP est similaire à celle utilisée en voile 3 à Guerville

L'essai pratiqué en laboratoire a montré que la méthode ultrasonore permet d'obtenir certains renseignements relatifs à la cinétique d'hydratation mais que la seule mesure de la vitesse de propagation du son est insuffisante. La mesure de l'amortissement s'avérerait très utile pour mieux discerner les différentes phases de prise. Les mesures de conductivité électrique fournissent des informations suffisantes pour distinguer chacune des étapes caractérisant la cinétique de prise.

Il a été observé des différences de comportement thermique entre le BAP coulé in situ et le BAP coulé en laboratoire : les conditions aux limites n'étaient pas les mêmes ni les dimensions de la pièce coulée : il resterait à examiner si ces seuls paramètres permettent d'expliquer ces différences.

D.DUROT
Ingénieur



SOMMAIRE

1. GENERALITES.....	3
1.1 objet de la recherche	3
1.2 définition du programme d'essai.....	3
2. PRINCIPE DES MESURES EFFECTUEES	4
2.1 mesures de conductivité électrique	4
2.1.1 données générales	4
2.1.2 application au projet.....	4
2.2 mesures par ultrasons.....	5
2.2.1 données générales	5
2.2.2 application au projet.....	6
2.3 mesures de la température.....	7
3. REALISATION DES ESSAIS	7
3.1 formulation du BAP testé.....	7
3.2 mise en œuvre en laboratoire.....	7
4. résultats obtenus.....	8
4.1 mesures de température.....	8
4.2 mesure de vitesse du son.....	9
4.3 mesure de conductivité.....	10
4.4 synthèse	10
4.4.1 synthèse des essais en laboratoire - commentaires.....	10
4.4.2 comparaison avec les résultats obtenus à Guerville sur le voile 3- commentaires	12
4. CONCLUSION	13
5. BIBILOGRAPHIE	13



1. GENERALITES

1.1 objet de la recherche

Dans le cadre du PN BAP, il a été envisagé d'examiner l'aptitude des méthodes ultra-sonores pour examiner les phénomènes de cinétique d'hydratation des BAP.

Un programme initial avait été établi et consistait en mesures fluxmétriques et ultrasonores en fin de période dormante (début de durcissement) pour des BAP formulés différemment. Ce projet, intégré à l'axe 2-3, avait pour but d'apporter une partie des réponses à la liste des interrogations recensées par cet axe de recherche. Pour mémoire, la problématique retenue comportait quatre questions :

- 1 - Mise au point d'une méthode de détermination de la fin de la période « dormante », étude de l'influence des constituants sur la cinétique d'hydratation.
- 2 - Maturimétrie appliquée à ces bétons et études des énergies d'activation
- 3 - Mesure du retrait au jeune âge, influence des méthodes de cure sur celui-ci ;
- 4 - Recommandations sur les précautions à prendre vis-à-vis du béton frais, en liaison avec le groupe A du Projet National.

Le présent projet s'intégrait donc à la problématique n°1 définie ci-dessus.

Compte-tenu de l'état d'avancement des travaux du PN et plus spécifiquement de la réalisation des essais vraie grandeur sur le site de Guerville, il a été mis en œuvre en laboratoire, un BAP correspondant à la formule utilisée pour les voiles 2 et 3 pour lequel de conductivité électrique, des mesures ultrasonores et de température ont été pratiqués.

Il convient de rappeler que lors des essais à l'échelle 1 sur le site de Guerville, des mesures de poussée et de température avaient également été pratiqués. Les essais en laboratoire effectués se trouvent ainsi être complémentaires de ceux mis en œuvre in situ.

1.2 définition du programme d'essai

Le programme d'essai a comporté les étapes suivantes

- conception et réalisation des électrodes à noyer dans le béton ainsi que de l'électronique associée, couplage à un générateur électrique de courant sinusoïdal pour réduire les risques d'électrolyse ;
- utilisation d'un capteur et d'un émetteur ultrason de fréquence constante couplé à un contrôle d'affichage par caméra numérique et un contrôle des signaux par oscilloscope
- utilisation de deux sondes de température : l'une devant être noyée dans le béton et l'autre se trouvant à l'extérieur
- couplage de l'ensemble à des cartes d'acquisition de données et à des PC.
- Réalisation d'un moule spécifique, isolé intérieurement pour réduire les risques de perturbation électrique
- Réalisation d'un BAP 40 selon la formule des voiles 2 et 3, les matériaux nécessaires ayant été fournis gracieusement par CTG Italcementi et prélevés sur le site de Guerville
- Coulage et mesure sur une période de 32 heures

2. PRINCIPE DES MESURES EFFECTUEES

2.1 mesures de conductivité électrique

2.1.1 données générales

La conductivité électrique d'un béton est liée au degré d'hydratation du liant, les agrégats, en raison de leur caractéristiques électriques relativement inertes n'intervenant pas de manière significative. La charge en ions générée par l'hydratation du ciment conduit à l'obtention d'une solution électrolytique conductive : la mesure de conductivité traduit donc l'évolution de l'hydratation.

Différents essais ont été pratiqués par plusieurs organismes montrant entre autres l'influence sur les mesures de conductivité électrique, de la fréquence du courant, de la consistance du béton, du type de ciment utilisé et des agents retardateurs.[1], [2], [3], [4]. Classiquement, quelque soit le cas, les courbes de conductivité en fonction de la durée de prise présentent une rapide augmentation sitôt après le coulage suivi d'un lent accroissement, parfois très réduit, puis deux phases de décroissance.

2.1.2 application au projet

Dans le cadre du projet décrit dans le présent rapport, les mesures ont été effectuées avec une injection de courant alternatif de fréquence égale à 10 Hz. Comme indiqué dans le schéma de la figure 1, un générateur G injecte un courant alternatif sinusoïdal I dans le béton via des électrodes. Les valeurs efficaces du courant I et de la tension V sont mesurées et enregistrées sur le disque dur d'un PC via une carte d'acquisition de données toutes les 15 minutes. La conductivité étant proportionnelle au rapport I/V , les données acquises permettent de calculer ce paramètre pour chaque pas de temps.

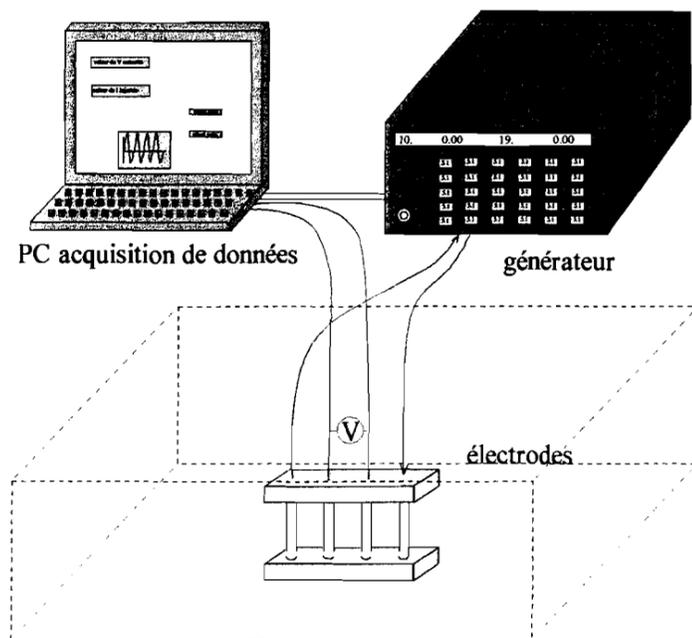


Figure 1 : schéma de principe : mesure de conductivité

Les électrodes sont constituées de barre de laiton de 4mm de diamètre (cf. figure 2 et photographie n°1) fixées et isolées dans des plats de PVC. L'ensemble est maintenue dans le moule au 1/3 de sa longueur et à mi-hauteur de bétonnage à l'aide de fils en Kevlar tendus.

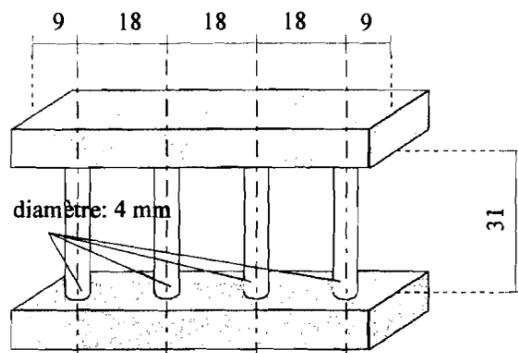
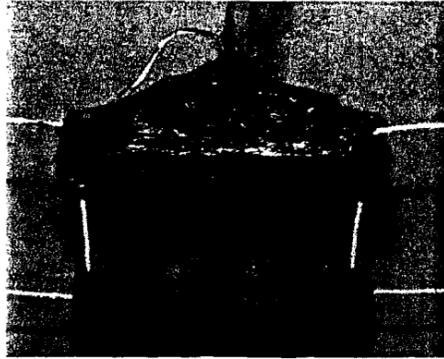


Figure 2 : dimensions des électrodes



Photographie n°1 : électrodes

2.2 mesures par ultrasons

2.2.1 données générales

L'utilisation de la propagation des ondes ultrasonores pour déterminer les différentes phase d'hydratation a été examinée sous plusieurs aspects [5]. Il s'agit essentiellement de mesure de vitesses de propagation des ondes de compression, d'énergie transmise et de spectre de fréquence [6] voire de variation d'amplitude [7].

En ce qui concerne la vitesse de propagation, pour un matériau rigide, la célérité augmente avec le module d'élasticité du matériau à masse volumique constante. Lorsque le matériau est en phase fluide puis se « gélifie » pour devenir un corps rigide, la vitesse de propagation varie également car elle dépend de l'amortissement.

Les essais décrits en [5] effectués avec un béton classique formulé avec un CEM1 32,5 R dosé à 320 kg/m³ agrégats : 0/2 mm : 635,3 kg/m³ - 2/8 mm : 610,7 kg/m³ - 8/16 mm : 531,9 kg/m³ ; eau : 176l/m³ fournissent les indications suivantes :

- les vitesses de propagation des ondes acoustiques sont du même ordre de grandeur mais obtenues plus rapidement avec des rapports E/C décroissants (2000 m/s 4heures après coulage pour E/C = 0,4 et 2000 m/s 6heures après coulage pour E/C = 0,55)
- La présence d'un agent retardateur de prise, en fonction de son dosage, conduit à une augmentation proportionnelle de l'époque à laquelle une vitesse de propagation identique atteinte (2000 m/s atteint 10 heures après coulage avec 8ml/kg de Pozzutec 50 G et 2000 m/s atteint 27heures après coulage avec 25 ml/kg de ce même produit)
- L'influence du retardateur de prise est clairement mis en évidence par la propagation des ondes ultrasonores (0 à 800m/s en 17heures après coulage avec 25 ml/kg de Pozzutec 50 G)

2.2.2 application au projet

La mesure de vitesse de propagation du son a été effectuée à l'aide de deux transducteurs de 55 kHz disposés en vis-à-vis sur les flancs du moule. Afin de s'assurer de la validité de l'affichage indiqué par l'appareil, celui-ci a été disposé sous une caméra numérique permettant la surveillance durant toute l'opération. De plus, les signaux mesurés ont également été visualisés sur un oscilloscope afin de juger de leur validité. Tout l'ensemble était relié à un système d'enregistrement des signaux, l'acquisition étant synchronisée avec les mesures de conductivité.

Nota : la mesure de vitesse du son ainsi pratiquée suppose un parfait contact entre les sondes et le matériau. Le dispositif utilisé n'a pu fonctionner durant les 32 heures de l'expérience car la rigidification du béton s'est accompagnée d'un décollement progressif des sondes, rendant ainsi invalides les mesures effectuées. Il aurait été nécessaire par exemple de mettre en place un quartz émetteur (alors perdu) en fond de moule et un autre en surface de béton sitôt après coulage pour disposer de mesures à plus long terme.

Le schéma de la figure 3 présente le principe de la chaîne de mesure propre aux mesures de vitesse du son.

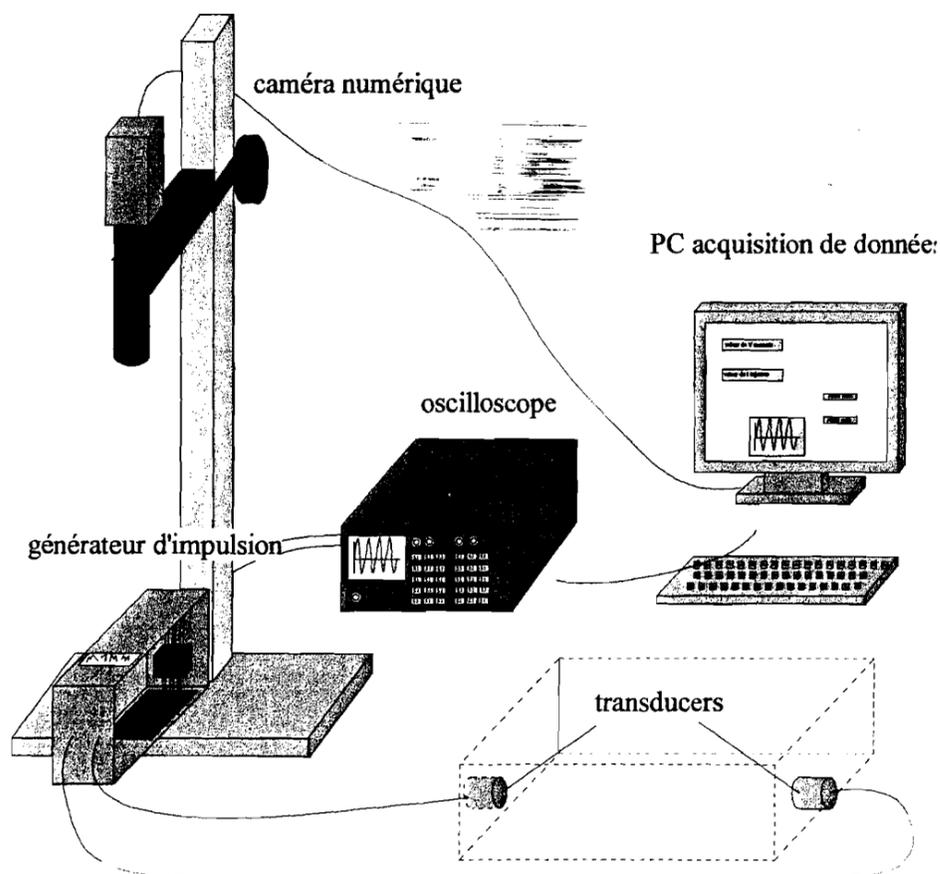
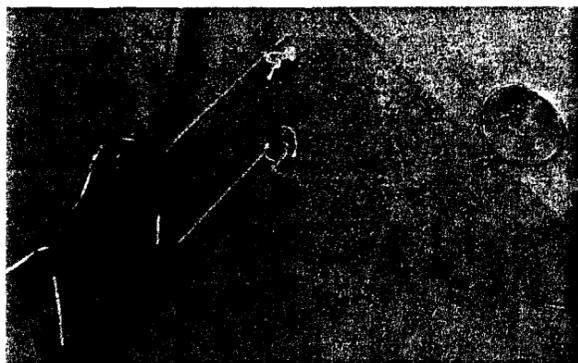


Figure 3 : chaîne de mesure « vitesse du son »

2.3 mesures de la température

La mesure de température a été effectuée à l'aide de deux sondes PT 100, l'une d'elle était ligaturée aux fils Kevlar de maintien du bloc d'électrodes : elle avait pour but de mesurer la température pendant la durée de l'expérimentation (cf photographie n°2). La seconde sonde était placée à l'extérieur.



Photographie n°2 : sonde PT100, électrodes et récepteur ultrason mis en place dans le coffrage

3. REALISATION DES ESSAIS

3.1 formulation du BAP testé

Le Béton auto plaçant testé a été formulé avec les matériaux fournis par CTG Italcementi et la composition utilisée pour le voile 3 rappelée ci-après

Type de composition	B40 0/8
Sable 0/4 SC NF Sandrancourt	670
Gravillon 3/8 R Balloy	790
CEMI 52.5 N	365
Filler bétocarb P2 Maxey	255
Adagio 2019 (dans eau de gâchage)	6
Collaxim L4 (dans eau de gâchage)	0,66
Eau d'apport	229

Tableau 1 : formulation du BAP utilisé en voiles 3 et 4

En fin de malaxage, l'étalement a été mesuré à 780 mm.

3.2 mise en œuvre en laboratoire

Il a été procédé à la fabrication d'un moule en bois recouvert intérieurement d'une feuille de polyane afin de réduire les anomalies électriques éventuelles. Les électrodes et les transducteurs ainsi que la sonde PT 100 ont

placés de telle manière à ce que leur présences conjointes ne conduise pas à des interférences de l'un sur l'autre.

Le schéma de la figure 4 ainsi que la photographie n°3 montrent les dimensions principales de ce coffrage.

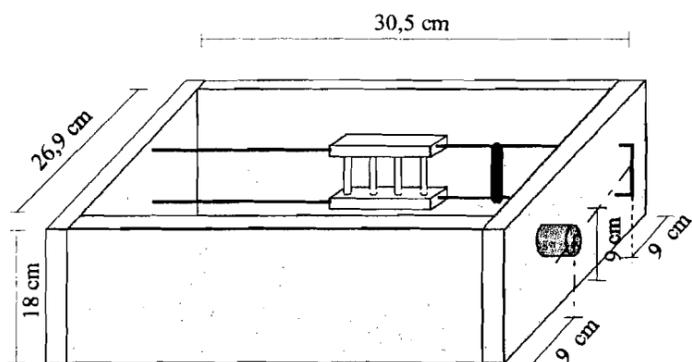
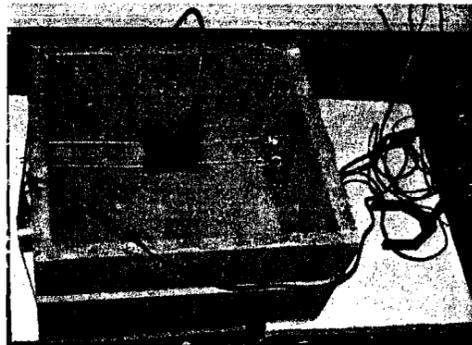
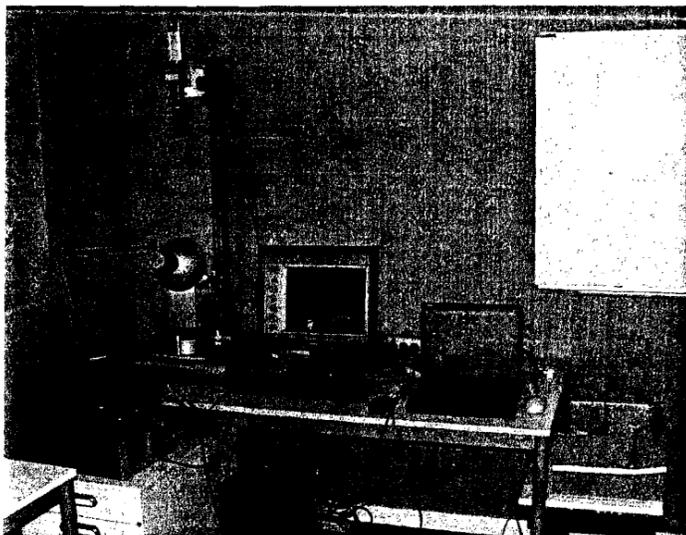


Figure 4 : dimensions principales du moule



Photographie n°3 : moule

L'essai a été réalisé les 19 et 20/12/2003 en effectuant une acquisition des données par pas de temps de 15 minutes. La photographie n°4 montre l'ensemble du dispositif.



Photographie n°4 : dispositif d'essai

4. RESULTATS OBTENUS

4.1 mesures de température

La mesure de température a été menée simultanément en dehors et à l'intérieur du béton. La courbe de la figure 5 fournit les résultats obtenus.

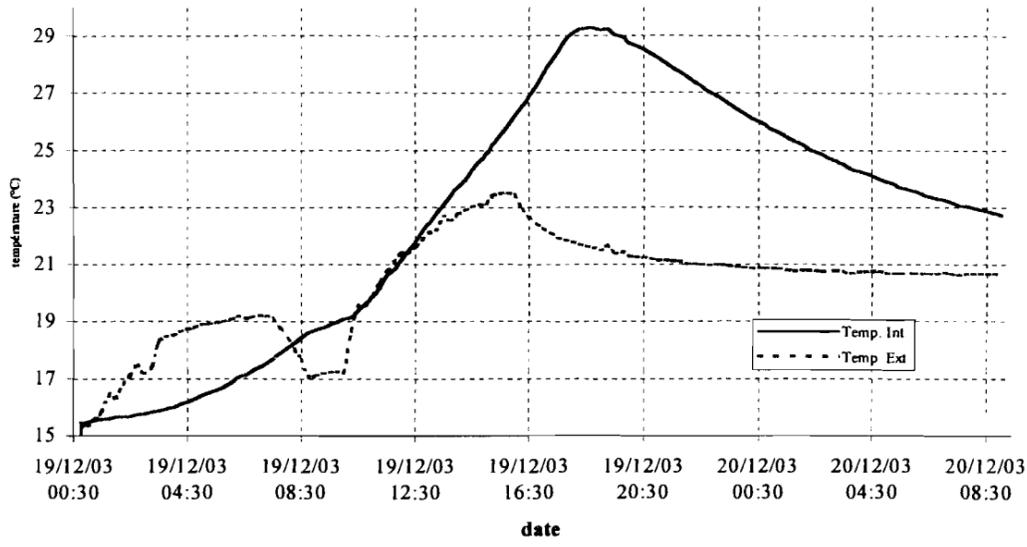
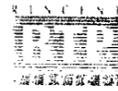


Figure 5 : évolution de la température durant l'essai

La baisse de température brutale entre 7h30 et 10h30 correspond à un refroidissement du laboratoire (ouverture de fenêtres), la température extérieure au bâtiment était à ce moment négative ou proche de zéro.

4.2 mesure de vitesse du son

Le graphe de la figure 6 montre les variations de vitesse du son pendant la durée de l'essai

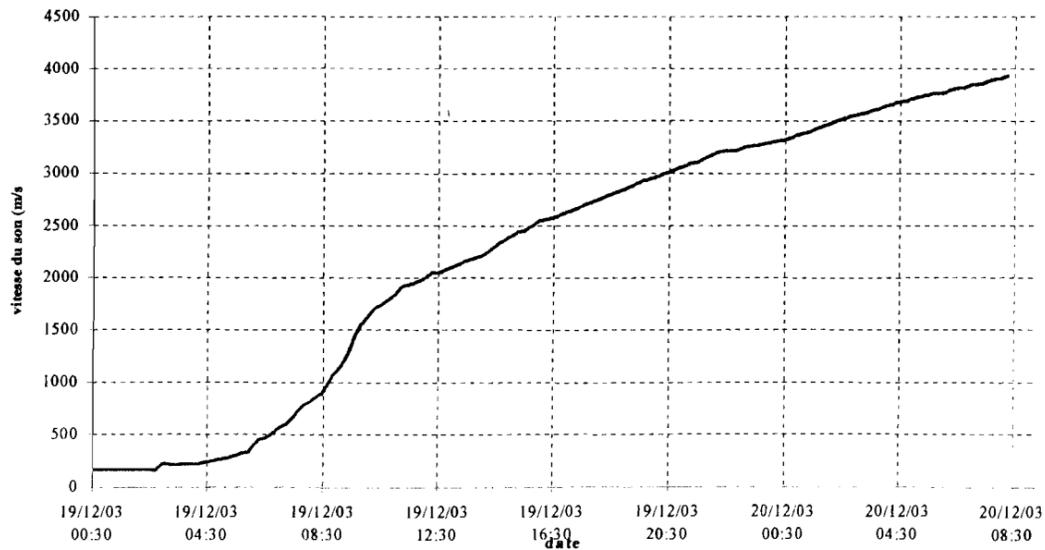


Figure 6 : évolution de la vitesse du son durant l'essai



4.3 mesure de conductivité

Les résultats de mesure de conductivité sont indiqués en figure 7

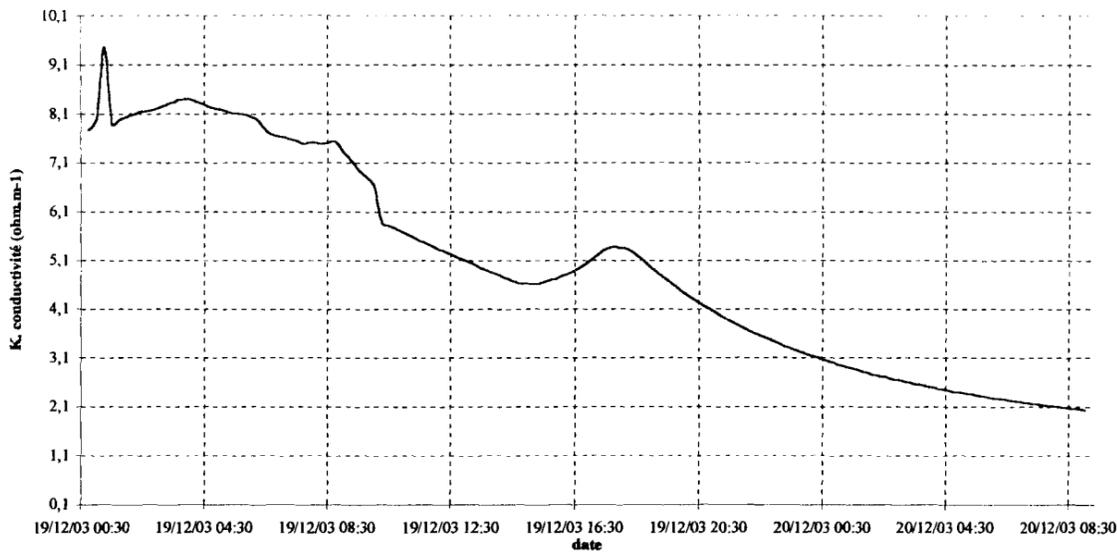


Figure 7 : évolution de la conductivité électrique durant l'essai

4.4 synthèse

4.4.1 synthèse des essais en laboratoire - commentaires

Afin de pouvoir comparer les résultats des essais, les trois graphes précédents ont été reportés sur une même représentation (cf. figure 8), les ordonnées n'ayant aucune signification.

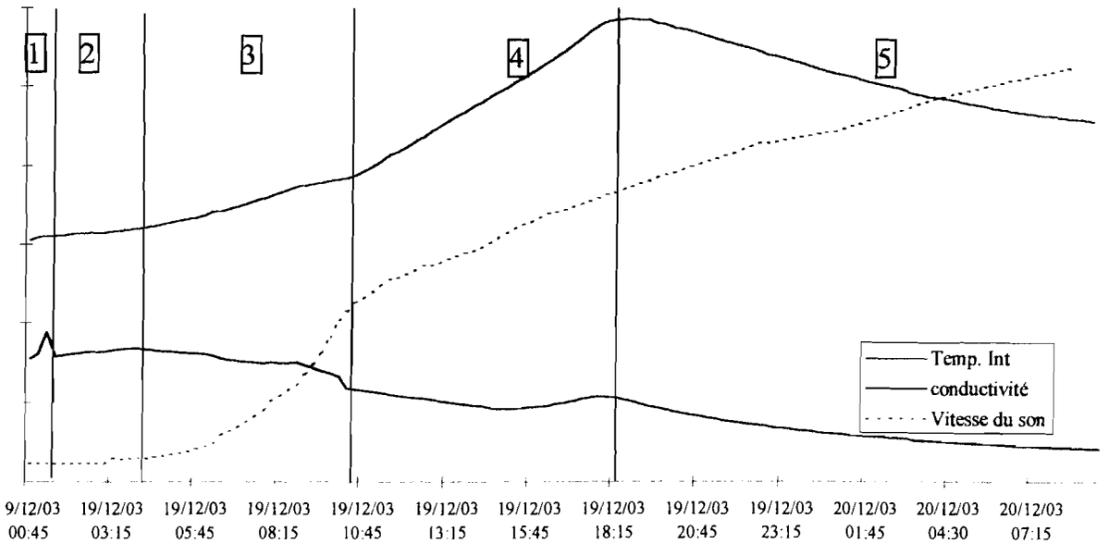


Figure 8 : report sur un même graphe des mesures effectuées en laboratoire



Les résultats obtenus lors des essais en laboratoire mettent en évidence cinq phases essentiellement visibles grâce aux mesures de conductivité. Celle-ci sont numérotés 1 à 5 en figure 8 et correspondent aux étapes suivantes :

- Phase 1 : période initiale (premier effet thermique) : la conductivité électrique croît rapidement après coulage en raison de la dissolution du ciment et formation du CSH et de l'ettringite [7]. La température augmente également rapidement. Les résultats de ces mesures sont cependant à relativiser car il y a une phase de mise en condition des sondes, raison pour laquelle les toutes premières mesures n'ont pas été reportées sur les graphiques. Cette première phase a durée environ 45 minutes. A ce moment, vis-à-vis des caractéristiques acoustiques, le béton se comporte comme un matériau absorbant.
- Phase 2 : période dormante : l'élévation du pH et de la teneur en calcium de l'eau de gâchage ralentit la dissolution des constituants [8], la formation du CSH et de l'ettringite se poursuit lentement, caractérisée par une élévation lente de la conductivité électrique jusqu'à un maximum 3h30 après le coulage. Cette mesure est corrélée par l'examen de la courbe de température qui s'accroît lentement durant cette phase.
- Phase 3 : période de prise : cette phase correspond à une baisse progressive de la conductivité et un accroissement plus rapide la température. Le maximum de la courbe de conductivité, en début de phase 3, traduit la précipitation de la Portlandite. La rapide consommation d'ions Ca^{2+} et OH^- par la formation de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ accélère la dissolution de tous les constituants du ciment.

Dans le cadre de l'expérience conduite en laboratoire, cette période se termine environ 9h30 après le début de coulage. Les trois paramètres mesurés varient à ce moment : changement de pente de la courbe de température et de conductivité électrique, fin de l'augmentation rapide de la vitesse du son

- Phase 4 : période de durcissement : la formation d'ettringite à partir de C3A, très rapide en fin de période de prise, aboutit à l'épuisement du gypse [8]. L'ettringite devient alors source d'ions sulfate pour former avec l'aluminate excédentaire, du monosulfo-aluminate de calcium hydraté, ce qui conduit au pic thermique et de conductivité constatés environ 17h à 18h après le coulage. La vitesse du son ne traduit pas la moindre évolution durant cette phase et la suivante.
- Phase 5 : période de ralentissement : les grains de ciment se recouvrent d'une couche d'hydrates plus ou moins épaisse, ce qui ralentit la diffusion de l'eau vers l'interface réactionnelle [8]. Les réactions chimiques se poursuivent tant que l'état hydrique du matériau le permet.

Les résultats obtenus montrent une bonne concordance des paramètres mesurés entre eux. Cependant, en ce qui concerne la mesure de vitesse du son, ce paramètre s'avère être d'une précision moins importante que celle obtenue par conductivité électrique. Il est pourtant intéressant de pouvoir examiner le potentiel de cette méthode car elle permet de récupérer les sondes après essai.

Les difficultés à résoudre, pour l'utilisation de cette méthode, consiste d'une part à s'assurer d'un bon contact entre les capteurs et le béton (cf. nota § 2.2.2), et d'autre part, à mesurer d'autres paramètres que la vitesse du son. Entre autres, l'amortissement pourrait être examiné par étude de la variation d'amplitude des



signaux reçus. Cette méthode est d'ailleurs normalisée pour les essais de contrôle d'intégrité de fondations profondes par carottage sonique. Cette méthode est également examinée en [7].

4.4.2 comparaison avec les résultats obtenus à Guerville sur le voile 3- commentaires

Le graphe de la figure 8 montre les résultats obtenus en terme de mesure de poussée et de température sur le site de Guerville pour le voile n°3. On constate que la température mesurée atteint un maximum environ 14 heures après coulage contre 18h en laboratoire. *Nota : la mesure de température in situ a été effectuée à l'intérieur du capteur n°1 placé en bas (courbe « rouge »)*

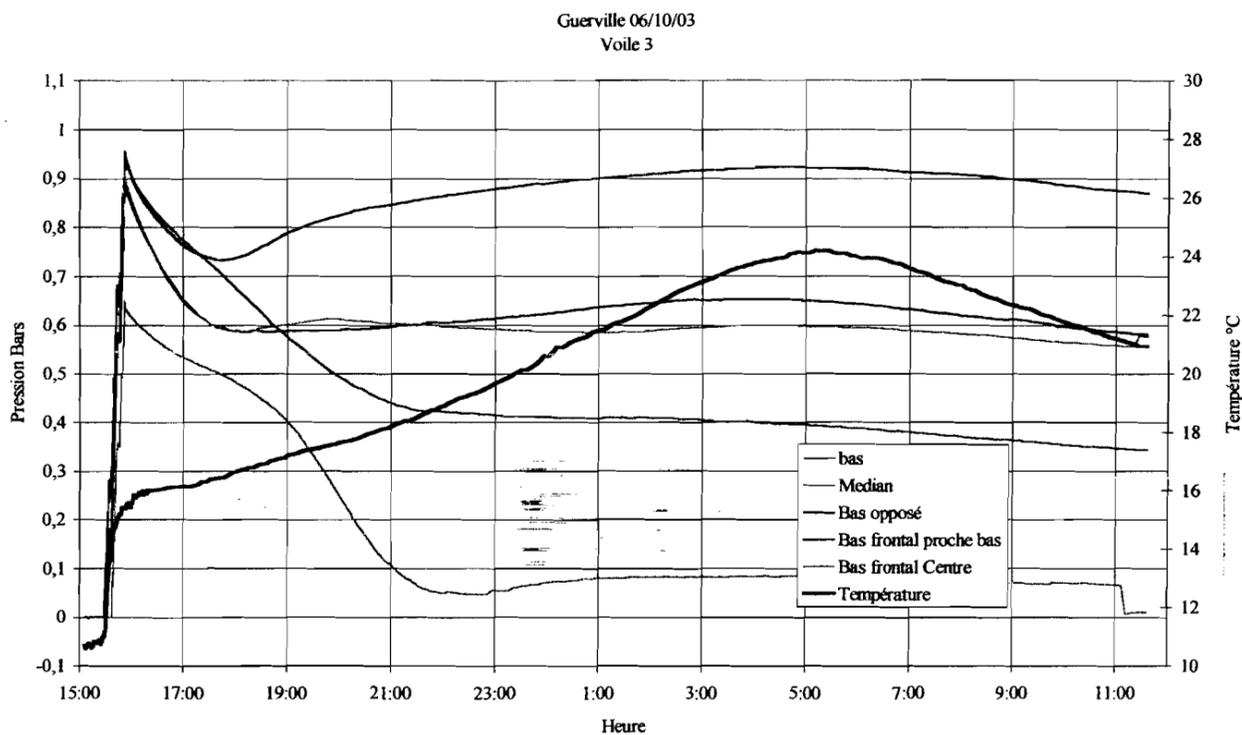


Figure 9 : résultats obtenus en voile 3- essais grandeur réelle - Guerville

La période d'apparition de l'extréma de température diffère notablement entre les deux essais : in situ et en laboratoire, de même que l'élévation de température (maxima observé vers 24°C in situ et vers 29°C en laboratoire). Les paramètres susceptibles d'interférer sont :

- la température extérieure et ses variations durant la période de mesure
- les conditions de prise de mesure (directe grâce à la sonde noyée dans le béton en laboratoire et à l'intérieur de l'enceinte étanche constituée par l'enceinte constituant le capteur de poussée)
- les dimensions de la pièce coulée.

Une étude comparative permettrait d'examiner un à un l'influence de chacun de ces paramètres



4. CONCLUSION

L'essai pratiqué en laboratoire a montré que la méthode ultrasonore permet d'obtenir certains renseignements relatifs à la cinétique d'hydratation mais que la seule mesure de la vitesse de propagation du son est insuffisante. La mesure de l'amortissement s'avérerait très utile pour mieux discerner les différentes phases de prise. Les mesures de conductivités électrique fournissent des informations suffisantes pour distinguer chacune des étapes pré-citées

Il a été observé des différences de comportement thermique entre le BAP coulé in situ et le BAP coulé en laboratoire : les conditions aux limites n'étaient pas les mêmes ni les dimensions de la pièce coulée : il resterait à examiner si ces seuls paramètres permettraient d'expliquer ces différences.

D.DUROT
Ingénieur

5. BIBLIOGRAPHIE

[1] BRAMESHUBER Wolfgang et BROCKMANN Tanja « Electrical conductivity measurements to characterize the setting and hardening of mortars » - International Symposium : Non Destructive Testing in Civil Engineering 2003

[2] LEVITA G., MARCHETTI A. et al. « Electrical properties of fluidified Portland cement mixes in the early stage of hydration » - Cement and concrete research 30 (2000) – April 2000 pp 923-930

[3] Concluding review International Symposium : Non Destructive Testing in Civil Engineering 1995 – Berlin in http://www.ndt.net/articles/civil497/gschic/gschic_2.htm

[4] Van BEEK A., Van BREUGEL K., HILHORST M.A. « Monitoring the hydration in Light Weight Agregates Concrete by dielectric measurements » – Delft University of Technology pp 1007 - 1016

[5] REINHARDT H.W. , GROSSE C.U. « Setting and hardening of concrete continuously monitored by elastic waves » in <http://www.iwb.uni-stuttgart.de/grosse/papers/Frisch/fig1a9.gif>

[6] VOIGHT Thomas, SURENDRA P. Shah « Non destructive Monitoring of setting and hardening of Portland cement mortar with sonic method » - International Symposium : Non Destructive Testing in Civil Engineering 2003

[7] VERNET C. « hydration kinetics and mechanical evolution of concrete during the first days : study of hardening mechanism » Technodes SA – centre de recherche industrielle et technique du groupe Ciments Français

[8] BAROGHEL BOUNY V. « caractérisation des pâtes de ciment – méthodes analyse, interprétations » Presse des ponts et Chaussées – 1994 – pp 74 - 76