

Rapport final

Influence de la température de cure sur la formation d'ettringite différée (DEF)

A destination de :

M. Alain Hovington

Responsable secteur béton

Service des matériaux d'infrastructures

Ministère des transports du Québec

Rédigé par :

A. Tagnit-Hamou,

Professeur titulaire

D. Harbec

Professionnel de recherche

A. Bernard

Étudiant à la maîtrise

Résumé

Une augmentation de la température à jeune âge du béton peut être causée par la chaleur d'hydratation dans le cas d'éléments massifs ou par l'application d'un traitement thermique dans l'industrie de la préfabrication. Lorsque le couple critique température maximale/durée de maintien est dépassé, il y a formation différée de l'ettringite (DEF) expansive pouvant fissurer les pièces.

Les travaux présentés dans ce mémoire ont pour but principal d'établir une limite sécuritaire pour des mélanges V-S pour béton de masse et V-P pour béton préfabriqué régulièrement utilisés par le Ministère des Transports du Québec. Ces bétons utilisent des liants binaires composés de fumée de silice de type GUb-SF et des liants ternaires composés de fumée de silice et de cendres volantes ou de laitier de haut-fourneau. La norme canadienne actuelle (CSA A23.1-14 et CSA A23.4-16) impose une limite fixe de température qui ne dépend ni de la durée de traitement ni du type de liant utilisé.

Le lien, souvent énoncé dans la littérature, entre la réponse d'un liant à un traitement thermique et sa composition chimique et minéralogique, déterminé respectivement par fluorescence X et diffraction des rayons X couplée par la méthode de calcul Rietveld, a pu être confirmé. Le rapport SO_3 solubles/ Al_2O_3 est notamment ce qui permet la meilleure estimation de la sensibilité d'un liant.

Le processus de formation différée de l'ettringite est lent et peut prendre plusieurs années. Donc, pour étudier le phénomène, des méthodes d'essais accélérés ont été testées. Des méthodes ont ainsi pu être proposées pour de futurs tests.

Une méthode d'essai rapide d'expansion de barres de mortier permet d'identifier les liants les plus sensibles à la DEF. La formation de la DEF dans les liants les moins sensibles peut être appréciée par le gain de masse de prismes de béton et leur observation microstructurale au microscope électronique à balayage (MEB). Une méthode sur bétons de masse et bétons préfabriqués permet de classer le degré de sensibilité d'un liant face à la DEF selon le gain de masse des prismes de béton. Les liants ternaires montrent une bonne résistance face à la DEF. La sensibilité des liants binaires dépend du rapport SO_3 solubles/ Al_2O_3 du liant.

Mots clés : Formation de l'ettringite différée (DEF), DEF, traitement thermique, méthodes d'accélération, dégradation, ettringite, composition chimique

Table des matières

1	Introduction	1
1.1	Objectifs	3
2	Revue de littérature	5
2.1	Généralités sur la formation d’ettringite	5
2.2	Mécanisme de la formation différée d’ettringite.....	6
2.2.1	Dégradation de l’ettringite primaire à haute température	6
2.2.2	Rôle des C-S-H dans la DEF.....	8
2.2.3	Les théories du mécanisme d’expansion.....	10
2.2.4	Dégradation des performances	12
2.2.5	Prise de masse due à la DEF	14
2.3	Échauffement du béton et norme	15
2.3.1	Échauffement du béton.....	15
2.3.2	Norme Canadienne sur la limitation de température du béton.....	16
2.4	Facteurs influençant la DEF.....	17
2.4.1	La composition du ciment.....	17
2.4.2	Influence de la qualité du béton	21
2.4.3	Influence de la température.....	22
2.4.4	Influence de l’environnement de conservation	25
2.5	Différence entre les essais sur mortier et les essais sur béton.....	27
2.6	Conclusion de la revue de littérature.....	28
3	Méthodologie	30
3.1	Description des mélanges.....	30
3.1.1	Granulat fin	30

3.1.2	Granulat grossier	30
3.2	Essais accélérés.....	32
3.2.1	Pour les bétons de masse : Méthode de l'IFSTTAR (ex-LCPC) – test sur béton (43) (20) 32	
3.2.2	Pour les bétons de masse : Méthode de l'Université de Sherbrooke - test sur béton (37) 33	
3.2.3	Pour les bétons préfabriqués : Méthode de l'IFSTTAR (ex-LCPC) test sur béton (43) (20).....	34
3.2.4	Pour les bétons préfabriqués : Méthode de l'Université de Sherbrooke avec cycles de mouillage/séchage - test sur mortier (37)	35
3.2.5	Pour les bétons préfabriqués : Méthode de l'Université de Sherbrooke avec cycles thermique – test sur mortier (37)	36
3.2.6	Pour les bétons préfabriqués : Méthode développée pour cette étude – test sur béton 36	
3.3	Détermination de la présence d'ettringite différée	37
4	Résultats	39
4.1	Caractérisation des ciments	39
4.2	Résultats de la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse.....	46
4.2.1	Mesures d'allongement et de gain de masse	46
4.2.2	Observation au MEB	50
4.2.3	Évolution des propriétés mécaniques et de la perméabilité.....	52
4.2.4	Conclusion de la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	53
4.3	Résultats de la méthode de l'UdeS pour les bétons de masse	54
4.3.1	Mesures de température et de déformation.....	55
4.3.2	Évolution des propriétés mécaniques	57
4.3.3	Conclusion de la méthode de l'UdeS pour les bétons de masse.....	58

4.4	Résultats de la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	58
4.4.1	Mesures d'allongement et de gain de masse	59
4.4.2	Observation au MEB	63
4.4.3	Évolution des propriétés mécaniques	65
4.4.4	Conclusion.....	65
4.5	Résultats de la méthode développée pour cette étude avec traitement à 75°C	66
4.5.1	Mesures d'allongement et de gain de masse	67
4.5.2	Observation au MEB.....	69
4.5.3	Conclusion.....	70
4.6	Résultats de la méthode développée pour cette étude avec traitement à 80°C	71
4.6.1	Mesures d'allongement et de masse.....	71
4.6.2	Conclusion.....	73
4.7	Résultats de la méthode de l'UdeS pour les bétons préfabriqués – Mortier avec cycles de mouillage/séchage	73
4.7.1	Mesures d'allongement et de masse.....	74
4.7.2	Observation au MEB.....	77
4.7.3	Conclusion.....	79
4.8	Résultats de la méthode de l'UdeS pour les bétons préfabriqués – Mortier avec cycles thermiques	80
4.8.1	Mesures d'allongement et de masse.....	80
4.8.2	Observation au MEB.....	83
4.8.3	Conclusion.....	85
5	Analyse et discussion	86
5.1	Mise en place de niveaux de précaution des bétons de masse V-S et préfabriqués V-P	86
5.1.1	Niveau A : Pièces présentant peu ou pas de DEF	87

5.1.2	Niveau B : Pièces assez touchées par la DEF.....	89
5.1.3	Niveau C : Pièces présentant beaucoup de DEF.....	90
5.1.4	Niveaux de précaution et gain de masse des échantillons traités	91
5.2	Relation entre la composition chimique des liants et leurs réponses aux différents traitements	92
5.2.1	Résumé des résultats des tests	92
5.2.2	Lien entre les résultats et la composition chimique des liants.....	94
5.3	Analyse des résultats sur mortiers	96
5.4	Analyse des résultats pour les bétons de masse.....	98
5.5	Analyse des résultats pour les bétons préfabriqués	99
5.6	Méthodes d'essais accélérés préconisées	101
5.6.1	Pour les bétons préfabriqués.....	101
5.6.2	Pour les bétons de masse	102
5.7	Perspectives de travaux	103
5.7.1	Tests à réaliser	103
6	Conclusion générale	105
7	Bibliographie	108
8	Annexe 1 : Résumé méthodes pour les bétons de masses et préfabriqués	113
9	Annexe 2 : Graphiques : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	115
10	Annexe 3 : Graphiques : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse	123
11	Annexe 4 : Graphiques : méthode de l'IFSTTAR pour les préfabriqués	127
12	Annexe 5 : Graphique : test à 80°C pour les préfabriqués	135
13	Annexe 6 : Graphique : test à 75°C pour les préfabriqués	143
14	Annexe 7 : Graphiques : méthode de l'UdeS sur mortier avec cycles de mouillage	151
15	Annexe 8 : Caractérisation des Liants	159

15.1	Le test de Blaine	159
15.2	Fluorescence X	159
15.3	Diffraction des rayons X	160
15.4	La méthode Rietveld	162
16	Annexe 9	164

Liste des figures

Figure 2-1: Sulfate fixé à la phase solide en fonction de la concentration en sulfates en solution (14)	7
Figure 2-2: Sulfate fixé dans la phase solide en fonction de la concentration en solution à l'équilibre (14)	8
Figure 2-3: Effet de la température sur l'absorption de sulfates par les C-S-H (15)	9
Figure 2-4: Adsorption et désorption des ions sulfates par les C-S-H (10).....	10
Figure 2-5: L'expansion due à la DEF produit des fissures (3)	13
Figure 2-6 : Fissure remplie d'ettringite observée au MEB (21)	13
Figure 2-7: Remplissage progressif d'une bulle d'air par de l'ettringite (6).....	14
Figure 2-8: Profil d'échauffement au cœur d'une pièce massive (20)	16
Figure 2-9 : Évolution de l'expansion des éprouvettes en fonction de la composition du ciment et du traitement thermique (24)	19
Figure 4-1 : Variation d'allongement Liant C méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	47
Figure 4-2 : Variation de masse Liant C méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	47
Figure 4-3 : Variation d'allongement Liant B méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	48
Figure 4-4 : Variation de masse Liant B pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	48
Figure 4-5 : Variation de masse Liant G pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	49
Figure 4-6 : Observation au MEB d'un échantillon référence du liant G	50
Figure 4-7 : Observation au MEB d'un échantillon essai du liant G méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse.....	51
Figure 4-8 : Observation au MEB d'un échantillon essai du liant H méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse.....	51
Figure 4-9 : Observation au MEB d'un échantillon essai du liant B	52

Figure 4-10 : Courbe de température Liant G méthode de l'UdeS.....	55
Figure 4-11: Courbe de température Liant HE méthode de l'UdeS	56
Figure 4-12 : Variation d'allongement Liant B	59
Figure 4-13 : Variation de masse Liant B	60
Figure 4-14: Variation de longueur pour les liants F et G	61
Figure 4-15 : Variation de masse pour les liants F et G.....	61
Figure 4-16 : Observations au MEB d'un échantillon essai ayant 0,28% de prise de masse Liant B	63
Figure 4-17 : Observations au MEB d'un échantillon traité ayant 0,47% de prise de masse Liant H.....	64
Figure 4-18 : Observations au MEB d'un échantillon traité ayant 0,87% de prise de masse Liant G.....	64
Figure 4-19 : Variation de masse pour le liant E traitement à 75°C pendant 2h, 4h, 6h.....	67
Figure 4-20 : Variation de masse pour le liant H traitement à 75°C pendant 2h, 4h, 6h	68
Figure 4-21 : Observations au MEB d'un échantillon traité pendant 2 heures à 75°C Liant F. 69	
Figure 4-22 : Observations au MEB d'un échantillon traité pendant 2 heures à 75°C Liant E. 70	
Figure 4-23 : Variation de masse pour le liant E traitement à 80°C pendant 2h, 4h, 6h.....	71
Figure 4-24 : Variation de masse pour le liant B traitement à 80°C pendant 2h, 4h, 6h	72
Figure 4-25 : Allongement des échantillons réalisés avec le liant G et E/C 0,45 avec superplastifiant	74
Figure 4-26 : Variation de masse des échantillons réalisés avec le liant G et E/C 0,45 avec superplastifiant	75
Figure 4-27 : Allongement des échantillons réalisés avec le liant F et E/C 0,45 avec superplastifiant	75
Figure 4-28: Variation de masse des échantillons réalisés avec le liant F et E/C 0,45 avec superplastifiant	76
Figure 4-29 : Analyse au MEB d'un échantillon référence liant G	77
Figure 4-30 : Analyse au MEB d'un échantillon référence liant H.....	78
Figure 4-31: Analyse au MEB d'un échantillon traité à 90°C liant A.....	79
Figure 4-32 : Allongement des échantillons réalisés avec le liant G et E/C 0,45 avec superplastifiant	81

Figure 4-33 : Allongement des échantillons réalisés avec le liant H et E/C 0,45 avec superplastifiant	82
Figure 4-34 : Allongement des échantillons réalisés avec le liant F et E/C 0,45 avec superplastifiant	82
Figure 4-35 : Observation au MEB d'un échantillon référence du liant H.....	84
Figure 4-36 : Observation au MEB d'un échantillon référence du liant E	84
Figure 5-1 : Observation au MEB d'un échantillon du liant A traité à 75°C pendant 2 heures	88
Figure 5-2 : Observation au MEB d'un échantillon du liant H traité à 80°C pendant 1 heure .	88
Figure 5-3 : Observation au MEB d'un échantillon du liant D traité à 75°C pendant 2 heures	89
Figure 5-4 : Observation au MEB d'un échantillon du liant G traité selon la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse.....	90
Figure 5-5 : Observation au MEB d'un échantillon du liant H traité à 75°C pendant 2 heures	91
Figure 9-1 : Variation de longueur Liant A : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	115
Figure 9-2 : Variation de masse Liant A : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	115
Figure 9-3 : Variation de longueur Liant B : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	116
Figure 9-4 : Variation de masse Liant B : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	116
Figure 9-5 : Variation d'allongement Liant C : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	117
Figure 9-6 : Variation de masse Liant C : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	117
Figure 9-7 : Variation de longueur Liant D : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	118
Figure 9-8: Variation de masse Liant D : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	118
Figure 9-9 : Variation de longueur Liant E : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	119
Figure 9-10 : Variation de masse Liant E : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	119
Figure 9-11 : Variation de longueur Liant F : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	120
Figure 9-12 : Variation de masse liant F : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	120

Figure 9-13 : Variation de longueur Liant G : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	121
Figure 9-14 : Variation de masse Liant G : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	121
Figure 9-15 : Variation de longueur Liant H : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	122
Figure 9-16 : Variation de masse Liant H : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	122
Figure 10-1 : Variation de température Liant A : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse	123
Figure 10-2 : Variation de température Liant B : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse	123
Figure 10-3 : Variation de température Liant C : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse	124
Figure 10-4 : Variation de température Liant D : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse	124
Figure 10-5 : Variation de température Liant E : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse	125
Figure 10-6 : Variation de température Liant F : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse	125
Figure 10-7 : Variation de température Liant G : : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse	126
Figure 10-8 : Variation de température Liant H : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse	126
Figure 11-1 : Variation de longueur Liant A pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	127
Figure 11-2 : Variation de masse Liant A pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	127
Figure 11-3 : Variation de longueur Liant B pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	128

Figure 11-4 : Variation de masse Liant B pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	128
Figure 11-5 : Variation de longueur Liant C pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	129
Figure 11-6 : Variation de mass Liant C pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	129
Figure 11-7 : Variation de longueur Liant D pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	130
Figure 11-8 : Variation de masse Liant D pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	130
Figure 11-9 : Variation de longueur Liant E pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	131
Figure 11-10 : Variation de masse Liant E pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	131
Figure 11-11 : Variation d'allongement Liant F pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	132
Figure 11-12 : Variation de masse Liant F pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	132
Figure 11-13 : Variation d'allongement Liant G pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	133
Figure 11-14 : Variation de masse Liant G pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	133
Figure 11-15 : Variation de longueur Liant H pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	134
Figure 11-16 : Variation de masse Liant H pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués	134
Figure 12-1 : Variation d'allongement Liant A pour le test à 80°C.....	135
Figure 12-2 : Variation de masse Liant A pour le test à 80°C	135
Figure 12-3 : Variation d'allongement Liant B pour le test à 80°C.....	136
Figure 12-4 : Variation de masse Liant B pour le test à 80°C.....	136
Figure 12-5 : Variation d'allongement Liant C pour le test à 80°C.....	137

Figure 12-6 : Variation de masse Liant C pour le test à 80°C	137
Figure 12-7 : Variation d'allongement Liant D pour le test à 80°C	138
Figure 12-8 : Variation de masse Liant D pour le test à 80°C	138
Figure 12-9 : Variation d'allongement Liant E pour le test à 80°C.....	139
Figure 12-10 : Variation de masse Liant E pour le test à 80°C.....	139
Figure 12-11 : Variation d'allongement Liant F pour le test à 80°C.....	140
Figure 12-12 : Variation de masse Liant F pour le test à 80°C.....	140
Figure 12-13 : Variation d'allongement Liant G pour le test à 80°C	141
Figure 12-14 : Variation de masse Liant G pour le test à 80°C	141
Figure 12-15 : Variation d'allongement Liant H pour le test à 80°C	142
Figure 12-16 : Variation de masse Liant H pour le test à 80°C	142
Figure 13-1 : Variation d'allongement Liant A pour le test à 75°C	143
Figure 13-2 : Variation de masse Liant A pour le test à 75°C	143
Figure 13-3 : Variation d'allongement Liant B pour le test à 75°C	144
Figure 13-4 : Variation de masse Liant B pour le test à 75°C	144
Figure 13-5 : Variation d'allongement Liant C pour le test à 75°C	145
Figure 13-6 : Variation de masse Liant C pour le test à 75°C	145
Figure 13-7 : Variation d'allongement Liant D pour le test à 75°C	146
Figure 13-8 : Variation de masse Liant E pour le test à 75°C.....	146
Figure 13-9 : Variation d'allongement Liant E pour le test à 75°C.....	147
Figure 13-10 : Variation de masse Liant F pour le test à 75°C.....	147
Figure 13-11 : Variation d'allongement Liant F pour le test à 75°C.....	148
Figure 13-12 : Variation de masse Liant F pour le test à 75°C.....	148
Figure 13-13 : Variation d'allongement Liant G pour le test à 75°C	149
Figure 13-14 : Variation de masse Liant F pour le test à 75°C.....	149
Figure 13-15 : Variation d'allongement Liant H pour le test à 75°C	150
Figure 13-16 : Variation de masse Liant H pour le test à 75°C	150
Figure 14-1 : Variation de longueur Liant A pour la méthode de l'UdeS sur mortier.....	151
Figure 14-2: Variation de masse Liant A pour la méthode de l'UdeS sur mortier	151
Figure 14-3: Variation d'allongement Liant B pour la méthode de l'UdeS sur mortier.....	152
Figure 14-4 : Variation de masse Liant B pour la méthode de l'UdeS sur mortier	152

Figure 14-5 : Variation d'allongement Liant C pour la méthode de l'UdeS sur mortier	153
Figure 14-6 : Variation de masse Liant C pour la méthode de l'UdeS sur mortier.....	153
Figure 14-7: Variation de longueur Liant D pour la méthode de l'UdeS sur mortier	154
Figure 14-8 : Variation de masse Liant D pour la méthode de l'UdeS sur mortier	154
Figure 14-9 : Variation d'allongement Liant E pour la méthode de l'UdeS sur mortier	155
Figure 14-10 : Variation de masse Liant E pour la méthode de l'UdeS sur mortier	155
Figure 14-11 : Variation de longueur Liant F pour la méthode de l'UdeS sur mortier.....	156
Figure 14-12 : Variation de masse Liant F pour la méthode de l'UdeS sur mortier	156
Figure 14-13 : Variation de longueur Liant G pour la méthode de l'UdeS sur mortier	157
Figure 14-14 : Variation de masse Liant G pour la méthode de l'UdeS sur mortier.....	157
Figure 14-15 : Variation de longueur Liant H pour la méthode de l'UdeS sur mortier	158
Figure 14-16 : Variation de masse Liant H	158
Figure 15-1 : Schéma explicatif pour la fluorescence X (45).....	160
Figure 15-2 : Définition des angles pour la diffraction des rayons X (45).....	161
Figure 15-3 : Exemple de diffractogramme (46).....	161

Liste des tableaux

Tableau 2-1: Évolution des échantillons en fonction de leur température d'échauffement et de la durée de palier (5).....	23
Tableau 3-1 : Formulation des bétons V-S.....	31
Tableau 3-2 : Formulation des bétons V-P.....	31
Tableau 3-3 : Formulation des mortiers pour la méthode de l'UdeS	31
Tableau 4-1: Caractérisation chimique des ciments ternaires par fluorescence aux rayons X des liants ternaires.....	39
Tableau 4-2 : Compositions minéralogiques des liants ternaires telles que déterminées par diffraction des rayons X (DRX) et par la méthode de quantification Rietveld	40
Tableau 4-3 : Caractérisation chimique par fluorescence aux rayons X (FRX) des liants binaires	42

Tableau 4-4 : Compositions minéralogiques des liants binaires telles que déterminées par diffraction des rayons X(DRX) et par la méthode de quantification Rietveld.....	43
Tableau 4-5 : Composition chimique mesurée par fluorescence aux rayons X (FRX) des ciments GU et HE.....	45
Tableau 4-6 : Compositions minéralogiques des liants I et J telles que déterminées par diffraction des rayons X (DRX) et par la méthode de quantification Rietveld.....	45
Tableau 4-7 : Résumé des résultats de la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse ...	49
Tableau 4-8 : Résumé de l'évolution des propriétés mécaniques et de la perméabilité pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse (trois échantillons testés)	53
Tableau 4-9 : Résumé des résultats de la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse ...	56
Tableau 4-10 : Résumé de l'évolution des propriétés mécaniques et de la perméabilité pour la méthode de l'UdeS pour les bétons de masse : mesures effectuées sur carottes de béton.	57
Tableau 4-11 : Résumé des résultats de l'allongement et de la masse pour la méthode de l'IFSTTAR pour les préfabriqués	62
Tableau 4-12 : Comparatif des propriétés mécaniques	65
Tableau 4-13 : Résumé des résultats de l'allongement et de la masse pour le test à 75°C pour les préfabriqués.....	68
Tableau 4-14 : Résumé des résultats de l'allongement et de la masse pour le test à 80°C pour les préfabriqués.....	72
Tableau 4-15 : Résumé des résultats pour la méthode de l'UdeS avec cycles de mouillages/séchages	76
Tableau 4-16 : Résumé des résultats d'allongement et de masse pour les mortiers avec cycles thermiques	83
Tableau 5-1 : Gain de masse des échantillons traités ayant formé peu de DEF respectant donc le Niveau A	88
Tableau 5-2 : Gain de masse des échantillons traités respectant le Niveau B	90
Tableau 5-3 : Gain de masse des échantillons traités de Niveau C.....	91
Tableau 5-4 : Résumé des résultats obtenus pour les bétons de masse.....	93
Tableau 5-5 : Résumé des résultats obtenus pour les bétons préfabriqués	93
Tableau 5-6 : Teneur en éléments chimiques qui ont une influence sur la DEF dans les liants binaires	94

Tableau 5-7 : Teneur en éléments chimiques qui ont une influence sur la DEF dans les ciments ternaires	95
Tableau 5-8 : Comparaison des résultats sur béton et des résultats sur mortiers	97
Tableau 5-9 : Résumé des résultats obtenus avec la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse	98
Tableau 5-10 : Résumé des résultats obtenus pour les bétons préfabriqués.....	100
Tableau 5-11 : Essais préconisés pour tester des traitements thermiques en préfabrication...	102
Tableau 5-12 : Essai préconisé pour les bétons de masse	103
Tableau 15-1 : Vérification de la méthode avec le ciment de référence (46).....	162

1 Introduction

Le béton est le matériau de base pour de nombreuses constructions. Parfois associé à des structures métalliques dans le cadre des bétons armés, ce matériau offre le compromis idéal entre facilité de mise en place, résistance et durabilité. Que ce soit pour des bâtiments pour des particuliers ou bien de grands ouvrages tels que les barrages ou des stades, le béton a toujours eu une place prédominante dans le domaine du génie civil. De plus, l'utilisation grandissante de superplastifiants de plus en plus efficaces permet de garder une fluidité nécessaire du béton tout en réduisant le rapport eau sur liant (E/L). Ainsi, les bétons produits de nos jours peuvent atteindre des résistances à la compression de l'ordre de 150 MPa, voire davantage. Pourtant, jusqu'à récemment les structures métalliques lui étaient préférées. Mais, les progrès réalisés dans le pompage du béton ont permis de le rendre compatible avec des structures en hauteur comme c'est le cas avec le Burj Khalifa (828 mètres de hauteur). Il existe une infinité de mélanges différents de bétons ; en jouant sur la composition du clinker, le rapport E/L, la taille des particules ou bien en utilisant des ajouts cimentaires il est possible de créer un béton adapté à chaque situation. De cette complexité émergent des possibilités d'amélioration et d'optimisation qui permettent d'affirmer que le béton est un matériau qui a de l'avenir.

Souvent utilisé pour sa bonne résistance à la compression, le béton est aujourd'hui utilisé pour sa durabilité. La durabilité est une des caractéristiques les plus importantes dans le domaine de la construction. En effet, non seulement les performances mécaniques et l'esthétisme de la structure sont dégradés, mais aussi son coût. Un ouvrage rapidement endommagé nécessitera des réparations très onéreuses ou même il sera nécessaire de le remplacer. Depuis plusieurs années, il est obligatoire de fournir des mélanges de béton peu perméables après 28 jours. Des recherches ont été effectuées pour améliorer cette caractéristique notamment sur la période de cure. Il est donc nécessaire de cibler les différentes attaques que peut subir le béton pour pouvoir adapter sa composition de manière à limiter au maximum l'impact de celles-ci.

Les attaques engendrent souvent des fissurations internes. La résistance à la compression, mais surtout la rigidité et la résistance à la traction s'en trouve donc affectée négativement. Les caractéristiques mécaniques du béton sont donc réduites et peuvent aboutir à la diminution du facteur de sécurité de l'ouvrage ou pire à sa destruction. De surcroît, c'est la facilité d'échange avec le milieu extérieur qui augmente gravement. Cela peut mener à la corrosion des aciers d'armature ou bien à l'ouverture de fissures plus grosses qui amplifieront le phénomène. Certaines attaques nécessitent seulement un apport d'eau dans le béton comme pour la réaction sulfatique interne ou autrement appelée formation d'ettringite différée (DEF). La DEF est une découverte assez récente (1) (2). Les recherches sur ce phénomène se sont intensifiées et de nombreux chercheurs ont essayé de trouver des méthodes pour accélérer sa formation afin d'étudier l'effet de certains paramètres. Cependant, la plupart des auteurs s'accordent sur la nécessité d'une température élevée, aux alentours de 70°C pour qu'il y ait formation différée d'ettringite (3) (4). La température élevée est une condition nécessaire, mais pas suffisante à l'apparition de la DEF. La présence d'eau est aussi primordiale. De plus, les différentes caractéristiques du ciment telles que sa finesse et sa composition influent sur la vulnérabilité du mélange.

La solution semble simple, limiter la température lors du mélange du béton. Cependant, c'est un paramètre qui peut être difficilement contrôlé surtout dans le cas de pièces massives. En effet, l'hydratation du béton dégage de la chaleur, qui s'évacue par les surfaces des pièces en contact avec le milieu extérieur. Lors de la construction d'éléments massifs comme les barrages, l'énorme volume de béton engendre une chaleur difficilement évacuée ce qui aboutit à une température à cœur pouvant atteindre les 75°C (5) rendant ces structures préoccupantes du point de vue de la DEF. Mais aussi, d'un point de vue économique, pour les entreprises de préfabrication de béton, un traitement thermique peut avoir l'avantage d'accélérer la prise du béton et donc d'augmenter la cadence de production.

Par ce projet de recherche, le Ministère des Transports du Québec (MTQ) cherche à définir la limite acceptable de température à ne pas dépasser pour les cas des mélanges V-S pour béton de masse et V-P pour béton préfabriqué.

L'objectif global de ce projet est de proposer des exigences techniques sécuritaires et réalistes pour les mélanges V-S et V-P confectionnés avec huit liants québécois différents couramment

utilisés par le MTQ : cinq ciments binaires de type GUb-SF et trois ciments ternaires. Nos travaux ont consisté à étudier le phénomène de formation de DEF dans les bétons. Tout d'abord, nous avons réalisé une étude sur les essais accélérés permettant d'identifier les bétons à risque de développer la DEF. Ensuite, nous avons établi une limite de température acceptable à ne pas dépasser pour des mélanges V-S et V-P du MTQ avec ces huit liants.

La première partie de ce mémoire constitue une revue bibliographique présentant les différentes études concernant la formation de DEF. Les études portant sur l'effet de la composition du mélange, la température maximale atteinte et la durée de maintien à cette température seront particulièrement analysées. La deuxième et la troisième partie présentent le cœur du travail de recherche effectué au cours de cette maîtrise. Les différents projets sont détaillés en exposant les protocoles expérimentaux qui ont été utilisés ainsi que les résultats obtenus. Enfin, les dernières parties permettent de conclure sur les résultats obtenus et de faire des suggestions pour des travaux futurs.

1.1 Objectifs

Le projet est une initiative du Ministère des Transports du Québec. Ainsi, il nous a été demandé d'étudier les mélanges V-S et V-P pour cinq liants binaires et trois liants ternaires.

Les ciments binaires sont tous des GUb-SF c'est-à-dire que ce sont des ciments d'usage général avec ajout de fumée de silice (aux alentours de 8%). Les liants proviennent de 5 compagnies. Notre étude porte aussi sur des liants ternaires :

- Deux GUb-F/SF contenant de la fumée de silice et cendres volantes Liant A et B
- Un GUb-S/SF contenant de la fumée de silice et du laitier de haut fourneau Liant C

Dans un souci de confidentialité les ciments ne seront plus identifiés par leur marque, mais par un code : liants A → C pour les ciments ternaires, liants D → H pour les ciments binaires.

Le but de cette étude est tout d'abord de réaliser une revue de la documentation sur les essais accélérés de la DEF. Ensuite, il faut établir une limite sécuritaire acceptable c'est-à-dire établir un couple température maximale/durée de palier qui n'entraîne pas la DEF.

Bien sûr, pour les bétons de masse, la seule variable qui peut être contrôlée est la température maximale. Par contre pour les bétons préfabriqués qui subissent un traitement thermique contrôlé il est possible de choisir la durée de palier et la température maximale.

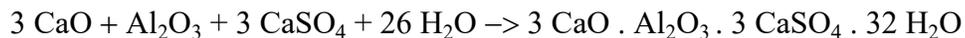
2 Revue de littérature

Le chapitre présente un état de l'art en ce qui concerne la formation d'ettringite différée (DEF) dans les bétons.

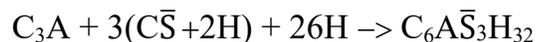
Dans un premier temps, nous présenterons rapidement des généralités sur la formation de l'ettringite primaire et sur sa dégradation, étape nécessaire à la DEF. Ensuite, nous nous concentrerons sur la formation différée de celle-ci en soulignant notamment les paramètres qui favorisent son apparition.

2.1 Généralités sur la formation d'ettringite

Lors de l'hydratation d'un ciment, le C_3A s'hydrate pour former de l'aluminate de calcium hydraté, du monosulfoaluminates ou de l'ettringite. Les produits formés dépendent de la quantité de sulfates présents dans le mélange. En effet, lorsque les sulfates sont en quantité trop faible, il y a formation d'aluminates de calcium et de monosulfoaluminates, ces derniers peuvent provoquer une prise éclair (6). Lorsque l'apport de gypse ou d'anhydrite, qui apportent des sulfates au mélange, a été suffisant, le C_3A s'hydrate pour former de l'ettringite suivant la formule (7) :



Ou en nomenclature de cimentier :



Cette ettringite appelée « primaire » se forme lorsque la pâte de ciment n'est pas encore durcie en opposition avec les ettringites secondaire et différée qui est étudiée dans ce rapport. Les différentes sortes d'ettringite ne diffèrent pas dans leur composition chimique, mais plutôt dans

leur cristallisation. Contrairement aux deux autres types, l'ettringite primaire ne présente aucun danger pour le béton (8) puisqu'elle se forme avant le durcissement de celui-ci. Au contraire, cette ettringite primaire se forme à la place de monosulfoaluminates qui sont responsables du durcissement du béton. Cela permet la conservation d'une bonne maniabilité nécessaire pour la coulée de celui-ci. L'ettringite est donc un élément de base dans un béton (9). L'ettringite secondaire se forme lors d'une attaque du béton à des sulfates. En effet, dans un milieu riche en sulfates, les ions SO_4^- peuvent pénétrer le béton et entraîner la formation d'ettringite secondaire.

Au bout de 24 heures après le début du gâchage du béton, le manque de sulfates dans le béton provoque l'instabilité de l'ettringite qui commence à se transformer en monosulfoaluminate de calcium hydraté. Le processus, qui peut durer un mois, aboutit à la disparition de l'ettringite dans la matrice cimentaire. Les sulfates relâchés par la décomposition de l'ettringite sont consommés pour former les monosulfoaluminates ou bien absorbés par les C-S-H (silicates de calcium hydratés). On verra par la suite que ce processus d'absorption est un des éléments primordiaux pour l'établissement de la formation différée de l'ettringite (10).

L'hydratation du ciment Portland expliquée précédemment n'est possible que dans des conditions thermiques particulières, pour des températures du béton frais situées entre 5 et 60°C. Dans ces conditions, la formation d'ettringite puis sa décomposition ne sont pas dangereuses pour le béton. Au-delà de cette température limite, il y a risque de DEF (11). Cependant, cette limite supérieure est très arbitraire compte tenu du fait qu'elle dépend de nombreux facteurs comme la composition du ciment.

2.2 Mécanisme de la formation différée d'ettringite

2.2.1 Dégradation de l'ettringite primaire à haute température

L'ettringite est un élément instable, la quantité de sulfates, le pH (12), ou la température sont des facteurs qui favorisent la dégradation de l'ettringite, menant à la formation différée de l'ettringite. Ainsi, il est avéré qu'une haute température est nécessaire pour provoquer la DEF (4) (13) (11).

En effet, la solubilité de l'ettringite dépend fortement de la température. Lorsque la température du béton à jeune âge dépasse la température critique, le risque de DEF est important, car la formation d'ettringite primaire est suspendue et l'ettringite déjà formée se dégrade rapidement. Des études ont été menées sur l'impact de la température sur l'équilibre chimique des éléments constituant la phase interstitielle (14) notamment sur l'équilibre entre les C-S-H et l'ettringite primaire comme on peut le voir sur la Figure 2-1.

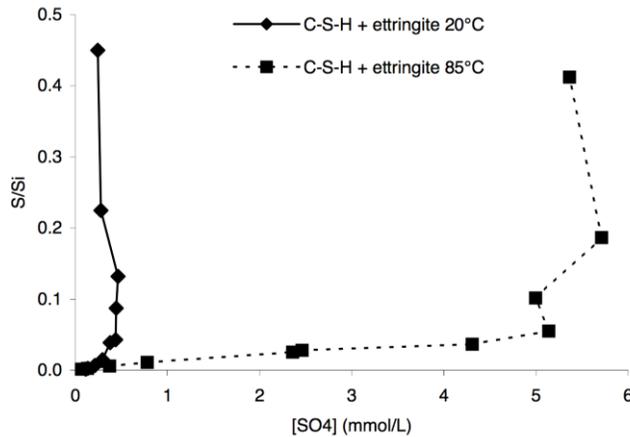


Figure 2-1: Sulfate fixé à la phase solide en fonction de la concentration en sulfates en solution (14)

Dans chacun des cas, deux phases distinctes sont visibles. La brusque montée correspond à la précipitation de l'ettringite. Ainsi, lorsque le béton est traité thermiquement à 85°C l'ettringite précipite plus difficilement. Il faut jusqu'à 10 fois plus de sulfates pour permettre la cristallisation de l'ettringite. Ainsi, avec une teneur en sulfate de 5% du poids du ciment et un traitement thermique qui dépasse la température limite, la formation d'ettringite primaire est suspendue.

Mais aussi, l'ettringite déjà formée est instable et se dissout dans la solution interstitielle. En effet, au-delà de 70°C, l'ettringite perd pratiquement toute son eau. Ensuite, le départ des dernières molécules d'eau se traduit par une amorphisation de la structure de l'ettringite, jusqu'à la désintégration du cristal (5). Ainsi, l'ettringite forme des monosulfoaluminate et des sulfates (12). Ces sulfates permettront la formation différée d'ettringite.

2.2.2 Rôle des C-S-H dans la DEF

Nous avons vu que la formation d'ettringite (différée ou pas) nécessite la présence de sulfates sinon la forme monosulfoaluminate est favorisée. Ainsi, pour qu'il y ait formation différée de l'ettringite lorsque les conditions thermiques le permettent, il faut un relâchement tardif de sulfates. Ce relâchement tardif est assuré par les C-S-H qui, lors du chauffage du béton ont absorbé les sulfates en excès.

Barbarulo et al. (2002) a aussi étudié le rôle de la température sur le système C-S-H/sulfate. Comme on peut le voir sur la figure 2-2, les sulfates sont beaucoup plus absorbés par les C-S-H lorsqu'ils sont soumis à de hautes températures.

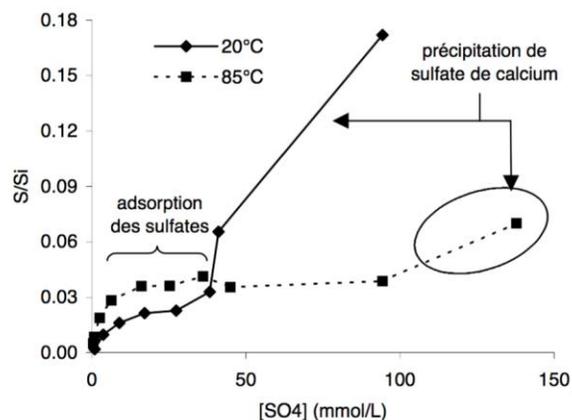


Figure 2-2: Sulfate fixé dans la phase solide en fonction de la concentration en solution à l'équilibre (14)

A 20°C, une rupture de pente est observable aux environs de 30-40 mmol/L de sulfates. Cette rupture de pente correspond à la précipitation de gypse. La concentration en sulfates nécessaire à la précipitation du gypse est donc bien plus élevée à 85°C. Pourtant la structure cristallographique des C-S-H ne semble pas être affectée par cette absorption de sulfate. Il est souvent admis que l'augmentation de l'adsorption des sulfates par les C-S-H est due à une plus grande solubilité, mais Barbarulo et al. (2002) émet l'hypothèse que la structure même des C-S-H est modifiée rendant la capacité d'absorption plus importante.

Une autre hypothèse implique que c'est la cinétique d'adsorption qui explique les différences observées (15). La figure 2-3 illustre l'impact de la température sur l'absorption de sulfates.

Cette figure montre la réduction de l'intensité du gypse cristallin mesurée par la diffraction des rayons X (DRX) en fonction du temps et de la température.

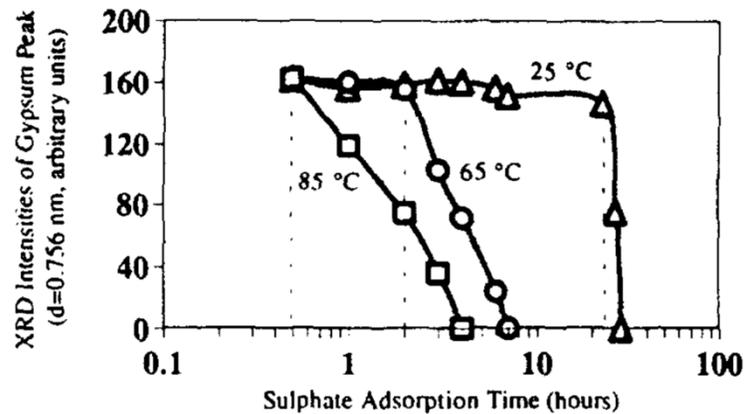


Figure 2-3: Effet de la température sur l'absorption de sulfates par les C-S-H (15)

Ainsi, à haute température les sulfates sont adsorbés par les C-S-H avant de pouvoir former de l'ettringite ou des monosulfoaluminates. Alors que pour une température de 25°C les sulfates sont d'abord consommés bien avant que les C-S-H ne les absorbent. En effet, une étude complémentaire utilisant des C₃A pour extraire les sulfates des C-S-H a été réalisée pour montrer que cette baisse de la concentration provenait principalement d'une adsorption et non pas d'une réaction chimique (15).

Bien sûr, pour que la DEF ait bien lieu, il faut que les sulfates adsorbés puissent être relâchés par les C-S-H. Sur la figure 2-4 (10), on peut constater que ce phénomène est réversible et que la source de sulfates nécessaires à la formation d'ettringite provient bien des C-S-H.

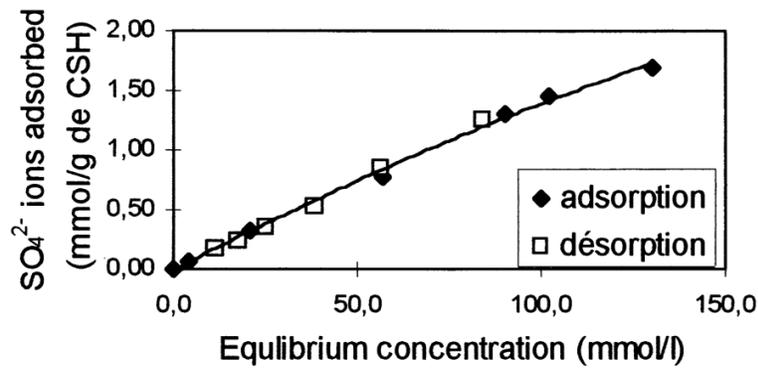


Figure 2-4: Adsorption et désorption des ions sulfates par les C-S-H (10)

De plus, le phénomène d'adsorption est rapide ce qui permet d'empêcher la formation d'ettringite primaire, mais aussi, de consommer le sulfate provenant de la décomposition d'ettringite déjà formée. Cependant, la cinétique de libération est beaucoup plus lente, ce qui explique la période d'inhibition avant la DEF.

2.2.3 Les théories du mécanisme d'expansion

2.2.3.1 Expansion uniforme de la pâte

Plusieurs théories ont été avancées pour expliquer l'expansion liée à la formation d'ettringite différée. Énoncée par Taylor (16), cette théorie connue sous le nom d'expansion uniforme de la pâte a été reprise, mais aussi critiquée par de nombreux chercheurs. Ainsi, après échauffement, le monosulfoaluminate de calcium hydraté est la seule phase sulfoaluminate présente. Grâce à leur grande surface spécifique et leur importante interaction avec les ions de la solution interstitielle, les C-S-H contiennent une grande quantité d' Al_2O_3 et de SO_3 (14). Comme on l'a vu précédemment, ce phénomène d'adsorption est favorisé par une augmentation de la température. Après retour à la température ambiante, les ions sulfates sont libérés par les C-S-H et avec un apport suffisant d'eau, il y a précipitation d'ettringite. Vu la répartition homogène des C-S-H dans la pâte de ciment, cela se traduit par une expansion homogène de la pâte (17). La croissance des petits cristaux dans les plus petits pores des C-S-H engendrerait les forces qui aboutissent à l'expansion. L'expansion homogène aboutit à une fissuration de la pâte, mais aussi dans la zone de transition à l'interface pâte/granulats. Ainsi, l'ettringite se précipiterait

préférentiellement dans ces fissures. Donc la théorie énonce que la précipitation d'ettringite serait inoffensive, mais le dommage proviendrait de la nucléation de l'ettringite à l'intérieur des cristaux de monosulfates qui se trouvent dans les C-S-H.

Cette théorie est critiquée sans pour autant être réfutée par Diamond (18) car certaines zones semblent être le siège privilégié pour la DEF. Par exemple, les fissures préexistantes sont souvent remplies d'ettringite. Plus l'expansion augmente, plus les fissures s'ouvrent ; à l'intérieur l'ettringite occupe tout l'espace. De même, les contours des grains sont remplis d'ettringite. Diamond appuie l'hypothèse de l'impact des granulats. Lors d'expérience sur le type de granulats et la DEF, Yang (9) a utilisé des granulats siliceux, des granulats calcaires, et un mélange des deux pour former des éprouvettes de mortier. Les éprouvettes qui subissent une expansion conséquente ont toujours des granulats siliceux dans leurs compositions, ce qui montre bien l'influence des granulats d'après Diamond. En effet, les propriétés de la pâte de ciment n'étant pas modifiées par le type de granulat, la théorie de Taylor ne peut expliquer ce résultat.

2.2.3.2 La théorie de la pression de cristallisation

Cette théorie plus en accord avec ce qui est proposé par Diamond, s'appuie sur le fait que l'ettringite cristallise dans les fissures et les pores grossiers du béton (>5 µm). La croissance des cristaux va ensuite générer les pressions à l'origine du gonflement. Cependant, Brunetaud (5) semble dire que l'ettringite ne peut pas développer de pressions significatives dans les plus gros pores et les fissures. Par contre dans les nano pores, les pressions de cristallisations ne sont limitées que par la sursaturation de la solution interstitielle vis-à-vis de l'ettringite :

$$p = \frac{R * T}{V} * \ln\left(\frac{Q}{K}\right)$$

- Q/K est le degré de sursaturation du cristal
- p, la pression
- R, constante des gaz parfaits 8,31 J mol⁻¹ K⁻¹
- T, la température

- V, le volume de la solution

Dans un milieu confiné, la pression de cristallisation de l'ettringite s'élève jusqu'à 350 MPa (6) bien au-delà de la résistance en traction du béton ce qui aboutit à de l'expansion et de la fissuration. Lorsque le matériau est endommagé, la pression de cristallisation requise pour générer de l'expansion est plus faible. Ainsi, l'ettringite se formerait dans les milieux les plus favorables, donc, en priorité les plus gros pores et les fissures sans engendrer une expansion suffisante pour endommager le béton. Ensuite, les petits pores et les zones poreuses telles que la zone de transition pourraient être touchés avec cette fois-ci risque d'expansion.

Cependant, tout comme l'autre théorie celle-ci subit des critiques. Ekolu part du postulat que si cette théorie est juste, un échantillon très fissuré montrera une expansion au bout d'un temps plus long, le temps de remplir les fissures d'ettringite (19). Or, les échantillons qui sont microfissurés ont tendance à subir une expansion plus rapide. Selon Ekolu, c'est la preuve que la théorie de cristallisation est erronée. Cependant, il est possible de réfuter son argument en ajoutant que les microfissures permettent la pénétration de l'eau qui est nécessaire à la formation d'ettringite. Ainsi, des observations au MEB sont nécessaires pour vérifier si les fissures se remplissent d'ettringite.

Plusieurs autres théories sont avancées, qui sont plus ou moins en lien avec les deux théories expliquées : l'expansion uniforme et la pression de cristallisation. Une théorie sur la pression osmotique a aussi été avancée, mais réfutée par Pavoine (20) .

2.2.4 Dégradation des performances

Quelle que soit la théorie privilégiée, il est admis que la DEF produit de l'expansion qui peut aller jusqu'à de la fissuration. La fissuration est forcément néfaste pour la durabilité du béton. Cette augmentation de la perméabilité est due au développement et à l'interconnexion des microfissures dans la pâte de ciment (17). En effet, une connectivité des fissures permet aux agents nocifs tels que les chlorures ou les sulfates de pénétrer facilement dans le béton. Ainsi,

la corrosion des barres d'armature est accélérée. L'impact de la formation d'ettringite est illustré par la figure 2-5 et la capture d'image de microscope électronique à balayage (figure 2-6).

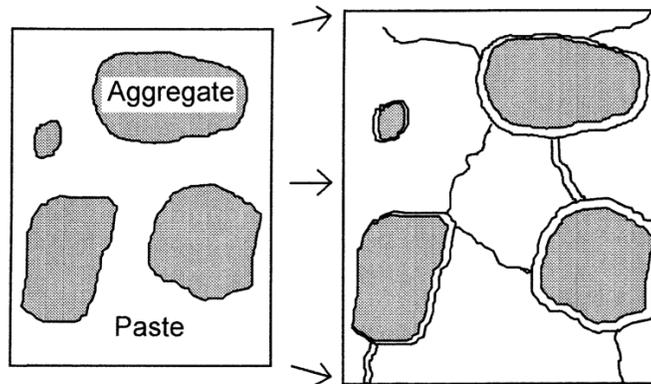


Figure 2-5: L'expansion due à la DEF produit des fissures (3)

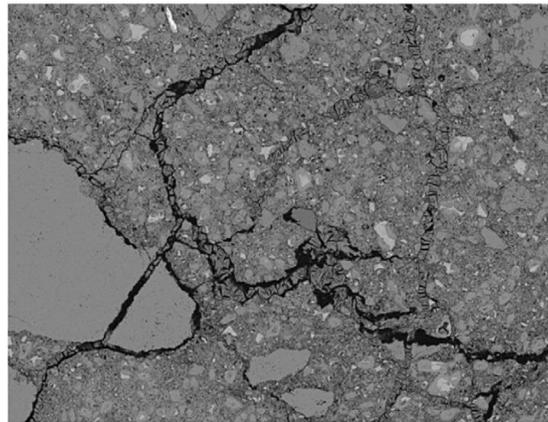


Figure 2-6 : Fissure remplie d'ettringite observée au MEB (21)

De plus, les propriétés mécaniques du béton peuvent aussi être affectées. En effet, un béton fissuré perd une partie de sa résistance mécanique (22). La résistance en compression est réduite par le développement de la DEF car, certaines éprouvettes peuvent perdre jusqu'à 75% de leur résistance initiale à la compression (20). D'autres propriétés mécaniques sont également réduites par la DEF, et ceci avant la chute de résistance en compression (1). Le module d'élasticité dynamique est par exemple touché, Brunetaud a proposé une corrélation entre la baisse du module d'élasticité dynamique de certains échantillons et une expansion conséquente ($>0,1\%$) de ceux-ci (23).

Enfin, d'autres impacts inattendus, mais non moins importants apparaissent avec la DEF. La résistance au gel/dégel peut être durement affectée par la DEF. En effet, pour combattre l'effet du gel/dégel un agent entraîneur d'air est incorporé dans le béton pour minimiser la distance moyenne entre les bulles d'air. Cependant, lors de la formation différée d'ettringite, celle-ci se cristallise préférentiellement dans les plus grandes zones de vide telles que les fissures, les gros pores et les bulles. Une fois remplies d'ettringite, les bulles d'air n'ont plus aucun pouvoir protecteur et le béton peut subir d'encore plus gros dommages (12). La figure 2-7 illustre le remplissage d'une bulle d'air par de l'ettringite différée (6).

Ainsi dans les pays soumis au froid la formation d'ettringite différée dégrade encore plus sérieusement les structures. Par contre, dans les pays chauds l'incorporation de bulles d'air peut être un moyen de limiter l'expansion et donc les dommages liés à la DEF.

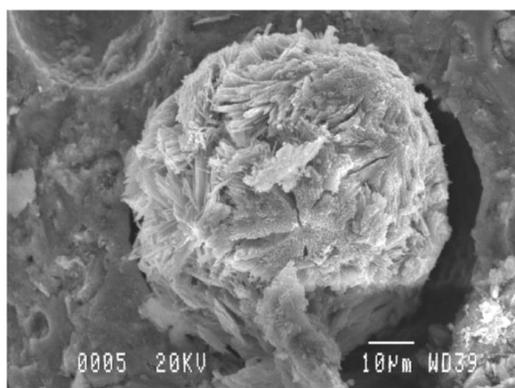


Figure 2-7: Remplissage progressif d'une bulle d'air par de l'ettringite (6)

2.2.5 Prise de masse due à la DEF

La DEF engendre de l'expansion comme nous l'avons vu et c'est l'un des moyens les plus efficaces pour déterminer si un échantillon est touché. Mais aussi, de nombreux auteurs ont observé une prise de masse sur les échantillons ayant subi un gonflement important (24) et suggèrent même de réduire la fréquence de prise de mesure d'allongement en étudiant la prise de masse. Pourtant, aucune règle particulière n'a pu être établie, car certains auteurs (25) ont trouvé une proportionnalité, mais d'autres ont contredit cette affirmation (26).

Une des hypothèses pour expliquer la prise de masse successive à la DEF suppose que c'est l'effet combiné d'une entrée d'eau dans les fissures et de la formation différée de l'ettringite qui est responsable de ce phénomène (25) (18). Mais selon certains auteurs seule la pénétration de l'eau dans les fissures est à l'origine de la prise de masse simultanée à la DEF (27).

2.3 Échauffement du béton et norme

2.3.1 Échauffement du béton

Le chauffage du béton à jeune âge est à la base du phénomène de formation différée de l'ettringite ou autrement appelé réaction sulfatique interne. Deux cas de figure se dégagent pour expliquer cet échauffement :

- Échauffement dû à la chaleur d'hydratation notamment dans les pièces massives
- Traitement thermique pour, par exemple, les pièces préfabriquées.

Dans le cas des pièces massives comme pour la construction d'un barrage, le cœur de l'ouvrage peut rapidement chauffer. En effet, l'hydratation du ciment est un processus exothermique c'est-à-dire qu'il dégage de la chaleur. Or, dans un barrage la chaleur a du mal à s'évacuer à cause de du volume de l'ouvrage. Ainsi, le cœur, la zone la plus éloignée de la surface produit de la chaleur, mais reçoit aussi par conduction la chaleur générée par les zones autour sans pouvoir évacuer cette chaleur. La figure 2-8 (28) montre un modèle pour suivre l'évolution thermique au cœur d'une pièce massive utilisé par plusieurs laboratoires.

Pour ce qui est des bétons préfabriqués, leur volume ne permet généralement pas d'expliquer un échauffement important, mais plutôt le traitement thermique qui leur est imposé.

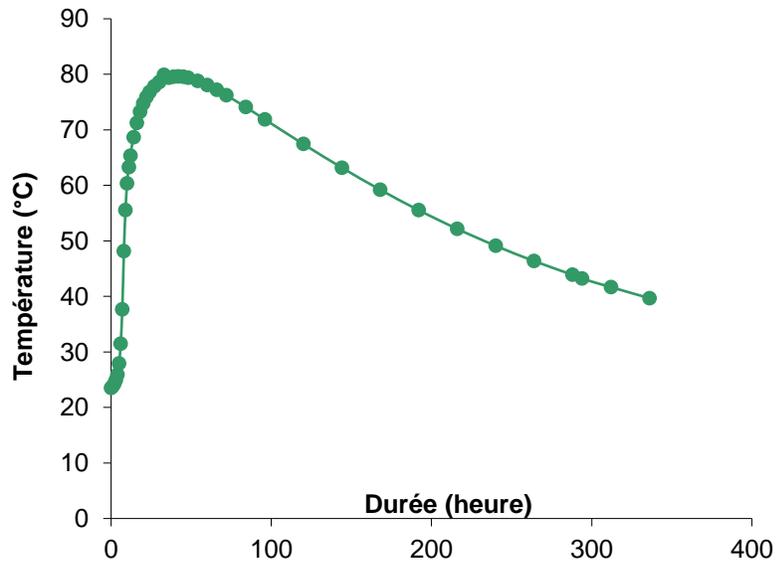


Figure 2-8: Profil d'échauffement au cœur d'une pièce massive (20)

2.3.2 Norme Canadienne sur la limitation de température du béton

La norme CSA A23.1-14 traite de la limite maximale autorisée au cœur d'un ouvrage massif. Ainsi, la norme CSA A23.1-14 fixe à 70°C la température maximale à ne pas dépasser pour les bétons à haute résistance (29).

Pour les bétons préfabriqués, il est prescrit dans la norme CSA A23.4-16 que la température maximale lors du traitement ne doit pas dépasser 70 °C. Un temps de prétraitement de 3 heures à 30°C est aussi à respecter (30).

2.4 Facteurs influençant la DEF

2.4.1 La composition du ciment

2.4.1.1 La teneur en sulfate et aluminat

Les sulfates SO_3 et les aluminates Al_2O_3 sont bien entendu très importants dans la formation de la DEF car ils entrent directement dans sa composition.

La quantité de sulfates présente dans le ciment semble directement liée au potentiel de formation d'ettringite différée. Pavoine considère même que c'est le paramètre le plus important (24). En effet, leurs résultats ont montré que les échantillons ayant un pourcentage massique de 3,6% de sulfates ont quasiment tous subi une expansion conséquente alors que les échantillons possédant 2,6% de sulfates ont, au contraire, peu ou pas montré d'expansion. Ainsi, le pourcentage massique qui favorise la DEF est annoncé autour de 4% (31).

De même, la présence en grande quantité d'aluminates et donc de C_3A a aussi une influence sur l'expansion observée. Une faible teneur en C_3A engendre peu d'expansion, car il y a peu d'ettringite formée. La teneur en C_3A a seulement une influence sur l'amplitude du gonflement sans être un facteur empêchant la DEF (27).

Plusieurs auteurs préfèrent étudier le rapport quantité de SO_3 sur quantité de Al_2O_3 (32) (33) qui leur semble prédominant pour savoir si un béton peut être sujet à la DEF. Il existerait un rapport minimum pour lequel la DEF ne se déclencherait pas. Bien sûr, d'autres conditions doivent être réunies comme notamment la cure thermique, mais aussi l'exposition à une humidité importante. Toujours est-il que le rapport minimum est estimé aux alentours de 0,7 (34). Un rapport entraînant un maximum de DEF a même été trouvé. En effet, pour un $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,1$ l'expansion mesurée semble être maximum (17).

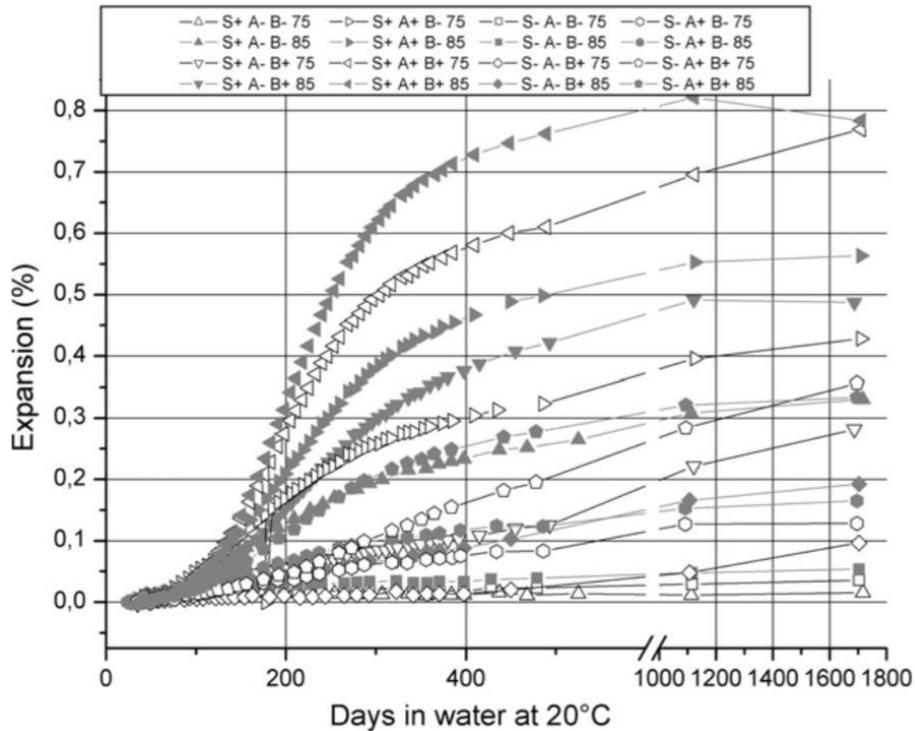
D'autres préfèrent se concentrer sur le rapport $(\text{SO}_3)^2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Le seuil critique est alors de 2. En dessous de cette valeur, les ciments ne sont pas soumis à la formation d'ettringite différée.

Cependant, il est difficile de directement relier ce rapport à l'expansion. En effet, même si le rapport $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ est idéal pour engendrer le maximum d'expansion, la proportion de chacune des deux phases dans le ciment influence beaucoup l'expansion maximale observée.

2.4.1.2 La teneur en alcalis

Le rôle des alcalis dans la DEF est moins évident à voir, pourtant, il est aussi important que les sulfates. Moins il y a d'alcalis, plus la durée de maintien et la température maximale nécessaires à la DEF doivent être élevées. Sans alcali, la DEF n'est pas envisageable. Ainsi, une des solutions pour combattre la DEF est de réduire la teneur en alcalis.

Ainsi, Pavoine a montré l'importance de la composition en alcalis dans le développement de la DEF (24). Les échantillons qui ont subi le plus expansion sont ceux qui avait les taux de sulfate et d'alcalis les plus hauts comme on peut le voir sur la figure 2-9. La majorité des échantillons qui ont une teneur forte en alcalis génèrent une expansion conséquente. Seul l'échantillon ayant un faible taux de sulfate, une surface Blaine faible, et un traitement à 75°C , c'est-à-dire des caractéristiques défavorables, ne génère pas d'expansion malgré un fort taux de sulfates. Pour les échantillons ayant un faible taux d'alcalis, seuls ceux des plusieurs caractéristiques favorables à la DEF ont développés une expansion notable. Ainsi, les alcalis ont un rôle prédominant dans le processus de formation d'ettringite différée.



Parameters	Low value	High value
Alkalis	0.50%	1.00%
Sulphates (SO ₃)	2.6%	3.6%
Blaine specific area	3330 cm ² /g	4635 cm ² /g
Temperature	75 °C	85 °C

Figure 2-9 : Évolution de l'expansion des éprouvettes en fonction de la composition du ciment et du traitement thermique (24)

On pourrait croire que la teneur en alcalis a seulement une influence sur l'amplitude du gonflement, mais c'est en fait un facteur déclenchant ; cela a été montré par une étude sur barres de mortier (26). En effet, des mortiers ayant un haut taux de sulfate ont été testés et deux éprouvettes n'ont pas eu d'expansion conséquente. La première contenait peu de C₃A et ne pouvait donc pas former beaucoup d'ettringite ; la seconde avait un faible taux d'alcali. Pourtant, un ciment identique ayant juste plus d'alcalis (0,9% contre 0,22%) a lui présenté de l'expansion.

L'influence de la teneur en alcalis sur la stabilité de l'ettringite est similaire à la température : une hausse de cette teneur augmente la solubilité de l'ettringite et donc le monosulfoaluminate devient alors la phase la plus stable aux dépens de l'ettringite (35). En effet, le domaine de stabilité de l'ettringite concernant le pH se situe en dessous de 13 certainement entre 10,5 et 12,5 (12). Ainsi, les alcalis dégradent l'ettringite car ils augmentent le pH. Donc, une forte teneur

en alcalis permet de se rapprocher du domaine d'instabilité de l'ettringite et d'aboutir à la dégradation de celle-ci.

Donc pour des températures élevées ou des milieux très alcalins, une quantité plus importante de sulfates sera nécessaire pour que l'ettringite soit la forme stable. La température et la teneur en alcalis sont des paramètres primordiaux dans le développement de l'ettringite différée et dans l'intensité du gonflement. Par contre, les teneurs critiques en alcalis, en sulfates et en aluminates ne sont pas parfaitement établies et validées.

Par conséquent, plus la teneur en alcalins est élevée et plus le domaine thermique de stabilité de l'ettringite est réduit. Il est donc possible de croire qu'une teneur élevée en alcali engendre toujours de la DEF. Pourtant, une trop forte teneur en alcalis empêche la formation d'ettringite différée comme elle a empêché la formation d'ettringite primaire.

Les alcalis qui sont utiles à la DEF à jeune âge sont aussi un élément perturbateur à la reformation de l'ettringite à un âge plus avancé. Ainsi, les bétons soumis à la DEF ont la plupart du temps consommé ou juste perdu leurs alcalis. C'est pourquoi la réaction sulfatique interne est une pathologie qui se développe après plusieurs années. Cette période sans dommage bien que le traitement thermique initial ait été appliqué correspond au temps pour que la concentration en alcalis diminue. Pour expliquer cette diminution, deux phénomènes sont avancés :

- La RAG (réaction alcalis-granulats) : cette pathologie consomme les alcalis de la phase interstitielle qui réagissent avec les granulats contenant de la silice active. D'ailleurs, ces deux attaques ont souvent été observées sur les mêmes structures. (36)
- La lixiviation des alcalins due au gradient entre la solution interstitielle et la solution de conservation permet d'expliquer cette diminution de la concentration en alcali. Les structures partiellement immergées dans l'eau sont particulièrement touchées. (18)

2.4.2 Influence de la qualité du béton

2.4.2.1 Le rapport E/C

Le rapport E/C affecte beaucoup la DEF, mais c'est plutôt un effet indirect. Le rapport E/C a une grande influence sur la résistance de la pâte de ciment et aussi sur la porosité de celle-ci. Petrov a étudié ce paramètre en analysant des mélanges de béton ayant de rapport E/C de 0,55 0,45 et 0,35 (37). Il trouve que l'expansion démarre le plus vite pour l'échantillon ayant le plus haut rapport E/C. Pour les E/C faibles, le retard de l'expansion liée à la DEF est causé par la diminution de la perméabilité, et par conséquent, de l'accès à l'eau et du transport ionique plus difficile. Pour les rapports E/C élevés, la perméabilité élevée des bétons facilite la pénétration et l'eau et des agents ioniques pour faciliter la formation de la DEF.

Cependant, l'espace disponible pour la reformation libre de l'ettringite joue également un rôle important pour déterminer la valeur ultime de l'expansion. Dans un béton très poreux l'ettringite précipite dans ces zones libres sans pour autant générer de pressions trop importantes. Alors que dans un béton à faible E/C, la DEF génère de pressions élevées. On peut aussi prendre en compte la quantité de ciment plus élevée qui peut former plus de DEF et donc générer plus d'expansion. Donc, pour un E/C élevé, la DEF se déclenche plus vite, mais l'expansion finale peut être plus faible. (38).

2.4.2.2 Présence de microfissures

Les microfissures peuvent provenir d'un traitement thermique ou bien être la conséquence du gel/dégel ou de la RAG. Parfois, ce sont des attaques chimiques qui sont à l'origine de l'apparition de fissures. Un peu comme l'augmentation de la porosité, les microfissures agissent sur la cinétique et sur l'amplitude de l'expansion. Il a été observé que l'existence de microfissures permet d'accélérer et augmenter l'amplitude du gonflement (7) (4). La présence de l'eau est nécessaire à la formation d'ettringite mais aussi un moyen de transport des espèces ioniques vers les sites de cristallisation de l'ettringite. Mais l'eau intervient aussi dans le

processus de la lixiviation des alcalins qui comme cela a été expliqué joue sur la solubilité et la précipitation de l'ettringite (17).

Les auteurs s'accordent tous pour affirmer que la présence de microfissures accélère le mécanisme de DEF. Par contre, en ce qui concerne l'amplitude, Petrov propose un résultat qui va à l'encontre des autres auteurs. La valeur ultime de l'expansion diminue, car l'ettringite précipite dans ces fissures et ne génère pas de pression qui aboutit à de l'expansion (37).

2.4.3 Influence de la température

S'il est aujourd'hui avéré qu'il faut une élévation de la température du béton pour observer de la DEF, cela n'a pas toujours été le cas (3). La température était alors perçue comme un facteur favorisant la DEF mais pas nécessairement l'ultime facteur. Il existe des cas d'ouvrages attaqués par la DEF sans avoir été soumis à une haute température (18). Mais, l'absence de données thermiques sur ces ouvrages nous permet de penser que la chaleur d'hydratation a peut-être entraîné une élévation de température suffisante.

Les études les plus récentes s'accordent à dire qu'une haute température est nécessaire à développer le phénomène. Cependant, ce n'est pas seulement le maximum atteint qui est important, le temps resté à cette température et le moment auquel la montée en température est appliquée sont aussi des facteurs importants.

2.4.3.1 T_{max} et durée du palier

Comme on l'a vu sur la courbe simulant la température au cœur d'un béton de masse (figure 2-8), la température atteint 80°C, mais ne se stabilise pas à cette température. Par contre, si l'on considère le temps passé au-dessus de 70°C alors on obtient un temps bien plus long (100

heures). Beaucoup d'auteurs ne s'attachent qu'à la température maximale atteinte alors qu'il faut surtout faire attention à la durée pendant laquelle le béton est à haute température.

Dans son étude, Brunetaud réalise des éprouvettes qui subissent des cycles thermiques à 65 ou 85°C, avec différente teneur en alcalis (5) dont les résultats sont résumés dans le tableau 2-1 :

Tableau 2-1: Évolution des échantillons en fonction de leur température d'échauffement et de la durée de palier (5)

Température d'échauffement	Teneur en alcalins [%]	Rapport E/C	Type de granulats	Codage partiel	Gonflements négligés	Gonflements linéaires (faibles)	Gonflements sigmoïdes (importants)
Plan « échauffement » : Etude de la température d'échauffement, de l'ajout d'alcalins et de la durée d'échauffement							
65°C	0,50	0,48	Siliceux	65-0,50	Tous	/	/
65°C	0,75	0,48	Siliceux	65-0,75	2H, 6H, 2J	10 J	/
65°C	1,00	0,48	Siliceux	65-1,00	2H, 6H	2J	10J
85°C	0,50	0,48	Siliceux	85-0,50	2H, 6H	10J	2J
85°C	1,00	0,48	Siliceux	85-1,00	/	2H, 6H, 10J	2J
85°C	0,75	0,48	Siliceux	85-0,75	/	2H, 6H, 10J	2J
Plan « formulation » : Etude du rapport E/C, du type de granulats et de la durée d'échauffement							
85°C	0,75	0,48	Siliceux	0,48-Si	/	2H, 6H, 10J	2J
85°C	0,75	0,35	Siliceux	0,35-Si	2H	6H	2J, 10J
85°C	0,75	0,48	Calcaires	0,48-Ca	2H, 6H, 10J	2J	/
85°C	0,75	0,35	Calcaires	0,35-Ca	/	Tous	/

Ainsi, la température et la durée du palier nécessaire à l'apparition de gonflements importants sont largement influencées par les caractéristiques du béton comme la teneur en alcali et les granulats. Ainsi, un traitement de 2h peut être suffisant si le traitement se déroule à 85°C et à une teneur en alcalis supérieure ou égale à 0,75%. On peut observer que lorsque le traitement thermique est plus faible (65°C) il doit alors être plus long.

Mais aussi, on peut voir qu'un traitement trop long (10j) ne favorise pas la DEF sauf dans les cas où la température maximale (65°C) est défavorable. Pour les échantillons traités à 85°C, 10 jours de traitement aboutissent à une diminution de l'expansion. Lorsque la teneur en alcali est faible, le traitement peut durer jusqu'à 6h sans pour autant provoquer de l'expansion. On peut aussi voir que les granulats calcaires diminuent les risques de DEF. De même, dans la suite de l'étude, Brunetaud montre qu'un traitement thermique de 2 jours génère une expansion importante lorsque la teneur en sulfate et la teneur en alcalins sont simultanément élevées. Ainsi, il est certain que la température maximale et la durée du palier qui entraînent la DEF sont différentes pour chaque composition de ciment.

Lawrence et al. (1995) ont réalisé des essais d'expansion sur plus de 50 types de ciments différents ayant subi différents traitements thermiques : allant de 60 à 100°C pour des durées de palier de 3h à 10 jours (39). Ce qui ressort c'est que les échantillons ayant subi un traitement thermique élevé (environ 100°C) pendant 3 jours ou moins sont ceux qui le plus de chance de développer de l'expansion. Certains ciments (6 ciments) ne présentent aucune expansion malgré 3h sous 100°C, mais en montrent lorsque la durée d'exposition est de 16h. Plus intéressant encore, un échantillon traité à 100°C pendant 16h ne présente pas d'expansion alors qu'un échantillon du même ciment traité à 98°C pendant 2-3 jours en présente. Pour des traitements thermiques longs 7-10 jours à une température élevée il n'y a pas d'expansion. Un traitement trop long semble inhiber la DEF.

Ainsi, plusieurs éléments causant la DEF sont reliés et il est donc très difficile d'établir une limite sécuritaire convenant à tous les types de ciment.

La norme actuelle ne préconise pas un temps de palier, mais juste une température maximale. Dans un béton de masse, la température est haute pendant un certain temps et peut donc générer de l'expansion. Mais, dans le cas des préfabriqués où le traitement thermique est parfaitement maîtrisé, la norme qui impose 70°C semble très contraignante surtout si le traitement ne dépasse pas quelques heures.

2.4.3.2 Échauffement tardif

S'il est plus courant de penser à un échauffement à jeune âge du béton, il n'est pas impossible que celui-ci soit soumis à de hautes températures par exemple dans une centrale nucléaire ou lors d'événements ponctuels comme les incendies. Dans cette section nous allons voir s'il est possible de déclencher de la DEF avec un chauffage tardif.

Un gonflement peut se produire sur des échantillons qui n'avaient pas subi de gonflement dû à la DEF. En effet, dans une étude (5), un échauffement à 85°C a été réalisé pendant deux jours sur des échantillons préalablement traités à jeune âge respectivement à 65°C et 85°C pendant deux heures. Alors qu'ils n'avaient pas subi d'expansion après le premier chauffage, ils ont tous

les deux subi une expansion significative. L'expansion arrive assez rapidement après le deuxième traitement thermique pour les échantillons à E/C élevé.

Mais aussi, un deuxième gonflement peut être observé sur des échantillons ayant déjà gonflé. En effet, dans une autre étude (14), un mortier de ciment de type 30 (proportion de C₃A de 9,1) subit une deuxième phase d'expansion bien que le premier traitement thermique ait déjà entraîné de l'expansion. L'effet est un peu plus long à observer pour un échantillon non traité préalablement à cause du temps nécessaire pour que les contraintes générées dans le matériau soient supérieures à la résistance en traction du matériau. Ainsi, un traitement thermique tardif suffisamment long peut déclencher de la DEF sur des échantillons qui avaient subi ou pas un premier gonflement.

Cependant, un traitement thermique tardif doit être plus long ou à plus haute température pour déclencher la DEF. En effet, certains traitements thermiques appliqués à jeune âge qui ont entraîné de la DEF n'en ont pas déclenché lorsqu'ils étaient appliqués tardivement (33). Il n'est donc pas possible de tester la dangerosité d'un traitement thermique en utilisant des échantillons âgés.

Il est tout de même important de contrôler les conditions d'exploitation du béton pour éviter de former de la DEF. Peu d'études sur l'impact d'un échauffement tardif sur la génération d'ettringite différée ont été réalisées. Ainsi, il pourrait être intéressant d'étudier la formation de DEF dans des bétons soumis à un échauffement tardif régulier ou accidentel comme dans le cas d'un incendie.

2.4.4 Influence de l'environnement de conservation

2.4.4.1 Humidité

32 molécules d'eau entrent dans la composition de l'ettringite ($3 \text{ CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{ CaSO}_4 \cdot 32 \text{ H}_2\text{O}$). L'eau introduite pendant le malaxage est consommée pour former, entre autres des C-S-

H et des monosulfates de calcium hydratés ; elle n'est donc plus disponible pour la DEF. L'exposition des échantillons à l'eau est nécessaire pour la formation différée de l'ettringite.

Ainsi, l'influence de l'humidité relative a été étudiée pour déterminer une valeur seuil qui bloquerait toute formation d'ettringite. Pour cela, des éprouvettes de bétons ont été fabriquées avec un ciment favorable à la DEF et exposées à un traitement thermique sévère (40). Ensuite, les éprouvettes ont été exposées à des humidités allant de 94% à l'immersion complète. Ainsi, les éprouvettes conservées à une humidité relative inférieure à 98% n'ont pas développé d'expansion. Cependant, des éprouvettes exposées à 91% d'humidité pendant 330 jours puis plongées dans l'eau déclenche de la DEF peu après leur immersion. Ce seuil de 98%HR n'est pas validé par tous les auteurs. Par exemple, Graf (41) lors de son étude sur mortier évalue ce seuil autour des 92%HR.

L'eau, en plus d'entrer dans la composition de l'ettringite, permet la mise en solution et le transport des ions. Ainsi, nous avons précédemment vu l'importance de la lixiviation des alcalis et une exposition à l'eau permet ce processus. De plus, les ions SO_4^{2-} , $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ et Ca^{2+} doivent se retrouver en solution dans les pores du ciment pour pouvoir former de l'ettringite rendant l'exposition à une humidité élevée nécessaire (7).

2.4.4.2 L'influence des cycles de mouillages/séchages et des cycles thermiques

Afin d'accélérer le processus de formation différée d'ettringite, certains auteurs ont proposé de faire subir des cycles à leurs éprouvettes. Les cycles les plus couramment utilisés sont les suivants :

- Alternance de plusieurs mouillages et de séchages avant immersion ou exposition à une haute humidité (42)
- Cycles comportant un chauffage jusqu'à une température inférieure au seuil déclenchant la DEF ($\approx 50^\circ\text{C}$) et un refroidissement jusqu'à une température assurant un gradient conséquent. Des cycles de gel/dégel sont même parfois utilisés.

Généralement, le but de ces cycles est notamment de créer des microfissures qui facilitent la pénétration d'eau et donc favorisent les échanges ioniques et la lixiviation des alcalis.

Il a été montré (20) que la cinétique d'expansion était favorisée lorsque les éprouvettes subissaient quelques cycles de mouillage/séchage pour générer des microfissures puis une immersion complète pour apporter des conditions optimales. Cette conclusion sur les cycles mouillage/séchage a aussi été confirmée par Petrov et al. (37). Ces cycles sont les plus utilisés, car ils n'endommagent pas trop les éprouvettes tout en ayant un bon impact sur la DEF.

Petrov a analysé l'impact des cycles (mouillage/séchage, gel/dégel, thermiques) précédemment cités. Il a ainsi montré que les cycles thermiques (de 10°C à 50°C) accélèrent la DEF comme les cycles de mouillage/séchage. Par contre, l'expansion finale est plus grande pour les cycles thermiques.

Toutefois il est important de prendre en compte que les microfissures et fissures formées par ces cycles peuvent, dans le cas d'une faible quantité d'ettringite créée, annuler l'expansion qui aurait dû en résulter (19). Dans ce sens, les cycles de gel/dégel sont ceux qui sont les plus dangereux, car ils peuvent créer de larges fissures. Ainsi, une analyse au MEB semble tout de même nécessaire pour les échantillons n'ayant pas développé d'expansion.

2.5 Différence entre les essais sur mortier et les essais sur béton

Les résultats sur mortiers sont souvent utilisés pour définir une température maximale sécuritaire pour les bétons. Pourtant, peu d'études ont été effectuées pour valider l'hypothèse que les résultats sur mortier peuvent s'appliquer sur les bétons.

Durant son étude (37), Petrov a étudié de nombreux échantillons que ce soit du mortier ou du béton et a ainsi pu comparer les résultats sur les deux types d'échantillons ayant subi les mêmes traitements. Dans la plupart des cas, il a observé que les échantillons sur mortiers généraient plus d'expansion et plus rapidement que les bétons correspondant. Cependant, le pourcentage d'air (entraîné ou occlus) est à prendre en compte, car il impacte la cinétique et la sévérité de

l'expansion. De plus, l'expansion finale sur béton ne peut pas être déterminée par l'étude sur mortier, car deux échantillons de bétons ayant la même expansion finale ont montré des gonflements différents sur mortiers. Mais, ces résultats ont été contestés par Leklou (27). Leklou observe de l'expansion sur des éprouvettes de béton alors que les mortiers équivalents n'en présentent pas.

Il est important de savoir si ce que Petrov annonce est applicable. Cependant, si cette théorie se confirme, il sera possible de conclure que si un mortier ne présente pas d'expansion après un certain traitement thermique, alors le béton correspondant n'en développera pas non plus. Par contre, si un traitement génère de l'expansion sur mortier il faudra effectuer des tests sur béton pour s'assurer de la dangerosité de celui-ci. On peut se servir des tests sur mortier pour avoir une réponse rapide pour savoir si un traitement est dangereux. Les résultats de Leklou contredisent cela donc nous devons analyser attentivement les résultats sur mortiers.

2.6 Conclusion de la revue de littérature

Il a été montré que l'échauffement d'un béton à jeune âge peut déclencher la DEF et donc dégrader les propriétés mécaniques et la durabilité de celui-ci. Il est donc nécessaire pour un préfabriquant de veiller à ce que la cure thermique ne soit pas trop sévère. De même, lors de la fabrication de pièces massive il est important de contrôler la température au cœur. Dans cette optique, des normes ont été créées. Mais celles-ci imposent juste une température maximale et ne prennent pas en compte le type de ciment et la durée d'exposition.

En effet, la DEF est un phénomène complexe mettant en jeu les sulfates, les aluminates, les alcalis et bien d'autres éléments. La température maximale et la durée du palier nécessaire pour déclencher le phénomène sont reliées avec tous les autres paramètres. Il est donc possible d'étudier le comportement de certains mélanges pour adapter la norme vis-à-vis de ceux-ci.

Les conditions d'utilisation du béton sont aussi particulièrement importantes à prendre en compte, car un béton qui n'est pas soumis à une humidité élevée ne développera pas de DEF même s'il a subi un traitement sévère à jeune âge.

3 Méthodologie

3.1 Description des mélanges

La description des mélanges de béton est donnée dans les tableaux 3-1 et 3-2. Les liants étudiés sont décrits dans la section 1.1 : cinq liants binaires de type GUb-SF, 2 liants ternaires de type GUb-F/SF et un de type GUb-S/SF. Le superplastifiant utilisé est de la famille des polynaphtalènes sulfonâtes (PNS). L'agent entraîneur d'air est composé d'acides gras sulfonés.

3.1.1 Granulat fin

Les granulats fins sont composés d'un sable siliceux naturel provenant de la région de l'Estrie. La densité à l'état saturé surface sèche était comprise entre 2,61 et 2,68. Le pourcentage massique d'adsorption du était compris entre 0,90 et 1,30. Le module de finesse du sable était compris entre 2,38 et 2,59.

3.1.2 Granulat grossier

Le granulat de référence utilisé était un granulat calcaire concassé. Le squelette granulaire du gros granulat utilisé est un assemblage est de deux fractions de 5/14 et 10/20. L'assemblage a été réalisé de telle sorte que la granulométrie de l'assemblage se situe dans le fuseau 5-20 mm prescrit par la norme CSA A23.1.

Tableau 3-1 : Formulation des bétons V-S

Béton V-S		Requis	Choix
Masse de liant (kg/m ³)	Binaire	340 minimum	360
	Ternaire	365 minimum	365
E/L		0,38 à 0,42	0,40
Gros granulat (mm)		5-20	5-14
			10-20
Affaissement (mm)		120 ± 30	120 ± 30
Teneur en air		5-8%	5-8%

Tableau 3-2 : Formulation des bétons V-P

Béton V-P		Requis	Choix
Masse de liant (kg/m ³)	Binaire	390 minimum	390
	Ternaire	410 minimum	410
E/L		0,45	0,45
Gros granulat (mm)		5-20	5-14
			10-20
Affaissement (mm)		150 ± 30	150 ± 30
Teneur en air		5-8%	5-8%

La description des mélanges de mortier est donnée dans le tableau 3-4 :

Tableau 3-3 : Formulation des mortiers pour la méthode de l'UdeS

Matériau	Rapports E/L		
	0,55	0,45	0,45 avec superplastifiant
S/L (Sable/Liant)	2,75	2,75	2,75
Superplastifiant (% extrait sec)	0	0	1,0%

Deux tableaux comportant les propriétés à l'état frais des bétons sont disponibles en annexe 9. Ces tableaux, l'un est un exemple pour les mélanges de type V-S et l'autre pour les mélanges

de type V-P, présentent les dosages des constituants et des adjuvants, la mesure d'affaissement et du % d'air.

3.2 Essais accélérés

La formation d'ettringite différée dans les structures est un processus qui nécessite plusieurs années d'exposition à un environnement favorable. Pour pouvoir tester la dangerosité d'un traitement thermique ou bien analyser l'impact des différents composants du béton, des essais accélérés ont été mis en place pour observer la DEF sur une année. Tous les tests possèdent la même séquence :

- Fabrication du béton ou du mortier en respectant les normes de malaxage, de temps de prétraitement, d'affaissement, de pourcentage d'air entraîné.
- Traitement thermique à la température voulue
- Application de cycle de mouillage/séchage ou de cycles thermiques
- Immersion définitive
- Prise de mesure d'allongement et de masse

3.2.1 Pour les bétons de masse : Méthode de l'IFSTTAR (ex-LCPC) – test sur béton (43) (20)

Cette méthode a été développée au Laboratoire Central des Ponts et Chaussées qui s'appelle maintenant l'IFSTTAR (43), mais elle a été adaptée pour satisfaire aux normes canadiennes notamment sur le temps de prétraitement (30).

Échantillons : 6 poutres de béton 75x75x285 mm, 3 références et 3 essais

Prétraitement : 30 minutes à 20°C, 100% d'humidité relative (RH)

Traitement : il est important de s'inspirer de courbes de température prises au cœur d'une pièce massive ou de réaliser une simulation de l'échauffement à l'aide d'un logiciel de calcul pour pouvoir imposer aux échantillons un cycle qui ressemble au profil de température rencontré lors de l'élaboration de pièces massives. Dans notre étude, nous nous sommes inspirés du profil

obtenu par simulation numérique par le LCPC (28) avec une température maximale de 80°C. Ainsi, la montée en température jusqu'à 80°C est progressive pendant 15 heures et dès que la température de 80°C est atteinte, le refroidissement débute et dure 14 jours pour atteindre 20°C (~4°C par jours). Des ciments binaires et surtout des ciments ternaires ont peu de chances d'atteindre des températures aussi élevées même au cœur d'une pièce massive sauf si la température du béton frais est élevée comme lors d'une construction en été.

Cycles de mouillage-séchage: 2 cycles complets. Lorsque le traitement thermique est fini, les échantillons sont démoulés et mis dans une étuve pour 7 jours de séchage à 38°C à RH ± 30%. Ils sont ensuite immergés pendant 7 jours dans l'eau à 20°C. Les références subissent aussi les cycles.

Entreposage : Dans l'eau après les deux cycles de mouillages séchage

Type de mesures : Mesure d'allongement et de masse

Fréquence de mesures : Premières mesures après la deuxième phase d'humidification. Pour les deux premiers mois, une mesure par semaine. Puis, une mesure toutes les deux semaines pendant 4 mois. Enfin, une mesure tous les mois pendant 5 mois.

Ainsi, l'essai s'effectue sur une durée d'un an.

3.2.2 Pour les bétons de masse : Méthode de l'Université de Sherbrooke - test sur béton (37)

Échantillons : 1 cube de béton de 0,6 mètre de côté et 3 poutres 75x75x285 mm de référence.

Prétraitement : Mise en place du béton dans les 30 minutes suivant l'ajout de l'eau

Traitement : contrairement à la méthode précédente, aucun traitement extérieur n'est appliqué. Le béton étant dans une boîte isolée thermiquement (R60), c'est la chaleur dégagée par l'hydratation du ciment qui va entraîner une augmentation de la température surtout à cœur du cube de béton. Le devis expérimental du ministère des Transports, de la Mobilité durable et l'Électrification des transports (MTMDET) exige un suivi de température sur des cubes de 1 mètre de côté dans une boîte semi-adiabatique de résistance thermique R40. Ainsi, si la

température au cœur ne s'élève pas jusqu'à 65°C le béton est apte à la construction d'éléments massifs. Les différences entre notre étude et la norme s'expliquent par le fait qu'il nous est impossible de réaliser une gâchée de 1 m³ de béton en une seule fois à l'université.

Cycles de mouillage-séchage : Le béton reste dans le coffrage pendant 7 jours pour la consolidation de celui-ci et est démoulé. Ensuite, le cube subit 4 cycles complets : 7 jours de séchage à 38°C à RH ± 30%, 7 jours de mouillages dans l'eau à 20°C. Les références subissent aussi les cycles.

Entreposage : Dans l'eau après les quatre cycles de mouillages séchage

Fréquence de mesures : Deux cordes vibrantes installées au cœur et à la paroi du cube prennent tous les quarts d'heure des données de déformation et de température.

Ainsi, l'essai d'achève lorsque l'expansion est terminée. En général, 300 jours suffisent pour avoir une idée du potentiel réactif du béton.

3.2.3 Pour les bétons préfabriqués : Méthode de l'IFSTTAR (ex-LCPC) test sur béton (43) (20)

Échantillons : 6 poutres de béton 75x75x285 mm, 3 références et 3 essais

Prétraitement : 3 heures à 30°C, 100% d'humidité relative (RH)

Traitement : cette méthode permet de vérifier qu'un certain traitement thermique ne déclenche pas la DEF. En effet, il est intéressant pour les fabricants d'éléments préfabriqués de tester la dangerosité de leur traitement pour être sûr que celui-ci ne va pas entraîner de l'expansion sur les pièces chauffées. Pour ce test, il y a d'abord un chauffage de 20°/h jusqu'à T_{max}. Ensuite, il faut maintenir l'échantillon à T_{max} pendant la durée souhaitée. Nous avons tout d'abord effectué un essai pour un palier à 80°C pendant une heure. Enfin, les échantillons sont sortis du four et mis dans l'eau pour un refroidissement rapide (70°C/h)

Cycles de mouillage-séchage: 2 cycles complets. Lorsque le traitement thermique est fini, les échantillons sont démoulés et mis dans une étuve pour 7 jours de séchage à 38°C à RH ± 30%. Ils sont ensuite immergés pendant 7 jours dans l'eau à 20°C. Les références subissent aussi les cycles.

Entreposage : Dans l'eau après les deux cycles de mouillages séchage

Fréquence de mesures : Premières mesures après la deuxième phase d'humidification. Pour les deux premiers mois, une mesure par semaine. Puis, une mesure toutes les deux semaines pendant 4 mois. Enfin, une mesure tous les mois pendant 5 mois.

Ainsi, l'essai s'effectue sur une durée d'un an

3.2.4 Pour les bétons préfabriqués : Méthode de l'Université de Sherbrooke avec cycles de mouillage/séchage - test sur mortier (37)

Les méthodes de l'Université de Sherbrooke sont différentes, car les tests sont effectués sur des éprouvettes de mortier.

Échantillons : 6 poutres 25x25x300 mm, 2 références et 2 essais qui subissent le traitement C1, 2 autres essais avec C2

Prétraitement : 3 heures à 30°C, 100% d'humidité relative (RH)

Traitement : C1 : 90°C pendant 10h et C2 70°C pendant 11h.

Cycles : 5 cycles complets. Lorsque le traitement thermique est fini, les échantillons sont démoulés et sont entreposés dans une chambre à humidité contrôlée pour 5 jours de séchage à 23°C à RH \pm 50%. Ils sont ensuite immergés pendant 7 jours dans l'eau à 20°C. Les références subissent aussi les cycles.

Entreposage : Dans l'eau de chaux après les cinq cycles de mouillages séchage

Fréquence de mesures : Premières mesures après le démoulage, puis toutes les semaines. Après 100 jours les mesures peuvent être plus espacées.

Ainsi, l'essai s'effectue sur une durée de 300 jours.

3.2.5 Pour les bétons préfabriqués : Méthode de l'Université de Sherbrooke avec cycles thermique – test sur mortier (37)

La méthode est identique à la précédente sauf que les échantillons sont directement mis dans l'eau saturée en chaux après démoulage. Ils subissent des cycles composés d'une augmentation de la température jusqu'à 50°C puis d'un refroidissement jusqu'à 10°C. Petrov (37), dans son test, effectue 6 cycles par jour en veillant à ce que le débit calorifique ne soit pas trop important ($< 20^{\circ}\text{C/h}$).

3.2.6 Pour les bétons préfabriqués : Méthode développée pour cette étude – test sur béton

Cette méthode inspirée de la méthode de l'IFSTTAR permet de tester un traitement thermique particulier. Dans notre étude, nous avons voulu tester des traitements à 75°C et à 80°C qui durent 2 heures, 4 heures ou 6 heures.

Échantillons : Des poutres 75x75x285 mm, 3 références et 3 essais par durée de palier

Prétraitement : 3 heures à 30°C, 100% d'humidité relative (RH)

Traitement : Pour ce test, il y a d'abord un chauffage de 20°/h jusqu'à T_{\max} . Ensuite, il faut maintenir l'échantillon à T_{\max} pendant la durée souhaitée. Nous avons tout d'abord effectué un essai pour un palier à 80°C pendant deux heures, 4 heures et 6 heures. Enfin, les échantillons sont refroidis lentement : 10 heures à $T_{\max} - 20^{\circ}\text{C}$, puis à 38°C jusqu'à ce que le cœur des échantillons soit à $\sim 40^{\circ}\text{C}$. En effet, le but d'un refroidissement rapide est de générer des microfissures et nous avons décidé de nous rapprocher un peu plus de ce qui se fait en préfabrication (où les microfissures sont à éviter).

Cycles : 2 cycles complets. Lorsque le traitement thermique est fini, les échantillons sont démoulés et mis dans une étuve pour 7 jours de séchage à 38°C à $\text{RH} \pm 30\%$. Ils sont ensuite

immergés pendant 7 jours dans l'eau à 20°C. Les références subissent aussi les cycles.

Entreposage : Dans l'eau après les deux cycles de mouillages séchage

Type de mesures : Mesure d'allongement et de masse

Fréquence de mesures : Premières mesures après la deuxième phase d'humidification. Pour les deux premiers mois, une mesure par semaine. Puis, une mesure toutes les deux semaines pendant 4 mois. Enfin, une mesure tous les mois pendant 5 mois.

Ainsi, l'essai s'effectue sur une durée d'un an.

3.3 Détermination de la présence d'ettringite différée

Plusieurs types de mesure sont effectués sur les échantillons pour s'assurer d'un bon suivi. En plus des tests d'allongement sur les prismes, nous avons réalisé des cylindres pour réaliser un comparatif des propriétés mécaniques des références et des essais rendant l'analyse complète :

- **Mesures d'allongement** prises à une fréquence variant avec l'âge de l'échantillon comme énoncé précédemment. Ce test est le plus couramment utilisé pour suivre l'évolution de la DEF. En effet, pour les bétons, un allongement de plus de 0,07% de la longueur initiale est préoccupant et est souvent synonyme de DEF. Pour les mortiers, le seuil critique est plutôt aux alentours de 0,1%.
- **Mesures de masse :** Un gonflement dû à la DEF est souvent accompagné d'une prise de masse. Lorsque de l'air entraîné est ajouté au béton l'ettringite différée se forme préférentiellement dans les bulles d'air. Ainsi, l'échantillon est touché par la DEF mais observe une période de latence dans l'expansion. Ce test peut nous permettre de détecter ce phénomène sans avoir à détruire l'échantillon
- **Observation au microscope électronique à balayage (MEB) :** lorsque les mesures d'allongement et de prise de masse sont terminées (1 an environ). Les échantillons sont observés au MEB pour confirmer la présence d'ettringite. Ainsi, les allongements ou prises de masse conséquentes seront confirmés ou infirmés par l'observation au MEB,

ce qui nous permettra d'ajuster le seuil critique d'allongement et peut-être d'en établir un pour la prise de masse

- **Mesures de propriétés mécaniques :** les propriétés vérifiées sont la résistance à la compression (ASTM C39), le module d'Young (ASTM C469M) et la perméabilité aux ions chlore (ASTM C1202). Les cylindres référence sont testés à 28 jours alors que les essais sont analysés à la fin de la prise de mesure. Les échantillons âgés d'un an devraient développer de meilleures propriétés mécaniques à moins d'avoir été endommagés par la DEF.

4 Résultats

Pour chaque méthode, les huit ciments ont été testés et les données d'expansion et de prise de masse ont été effectuées. Les graphiques des liants ne présentant ni expansion ni prise de masse seront mis dans les annexes.

4.1 Caractérisation des ciments

Dans le tableau 4-1, la composition chimique des liants ternaires est analysée par fluorescence des rayons X (FrX), le détail de cette méthode d'analyse est disponible à l'annexe 8. Les nombres en rouge montrent une forte proportion en éléments favorisant la DEF.

Tableau 4-1: Caractérisation chimique des ciments ternaires par fluorescence aux rayons X des liants ternaires

	Liant A		Liant B		Liant C	
	Exp	Fiche tech	Exp	Fiche tech	Exp	Fiche tech
SiO ₂ (%)	27.57	27.5	31.92	31.0	25.95	26.5
Al ₂ O ₃ (%)	6.54	6.7	8.87	9.1	5.75	5.7
Fe ₂ O ₃ (%)	3.69	3.6	3.08	5.8	2.32	2.4
CaO (%)	52.73	48.4	46.03	44.9	53.47	52.8
MgO (%)	3.58	3.3	2.16	1.0	4.84	4.7
SO ₃ (%)	2.40	2.1	2.84	3.7	3.55	4.0
K ₂ O (%)	0.93	0.89	1.27		0.86	
Na ₂ O (%)	0.30	0.30	0.36		0.24	
Na ₂ O _{eq} (%)	0.91	0.89	1.19	1.1	0.81	0.80
PAF (%)	1.48	1.1	2.78	2.4	2.02	2.0
Densité	3.13		2.96		3.13	
Blaine (m ² /kg)	479		531	510	682	569

Dans le tableau 4-2, la composition minéralogique des liants est calculée par la simulation des spectres de DRX selon la méthode de Rietveld. Pour chacun des liants, la composition minéralogique est exprimée en prenant seulement en compte la partie clinker (colonne de gauche) et dans un deuxième temps, en quantifiant la partie amorphe (colonne de droite). Cette partie est proportionnelle à la quantité d'ajouts cimentaires dans le liant. Le Tableau 4-2 comptabilise aussi la quantité totale en sulfates de calcium (gypse, hémihydrate et anhydrite) et en sulfates de calcium solubles (gypse + hémihydrate). La composition relative aux phases cristallines est présentée pour chaque liant, ainsi que la composition incluant les phases non quantifiées déterminées par la méthode du standard externe.

Tableau 4-2 : Compositions minéralogiques des liants ternaires telles que déterminées par diffraction des rayons X (DRX) et par la méthode de quantification Rietveld

	Liant A		Liant B		Liant C	
	Clinker sans phase amorphe	Clinker amorphe	Clinker sans phase amorphe	Clinker amorphe	Clinker sans phase amorphe	Clinker amorphe
Amorphe (%)	N/A	20.3	N/A	34.7	N/A	30.5
C ₃ S (%)	59.0	47.2	62.4	40.8	54.6	37.9
C ₂ S (%)	15.1	12.0	13.3	8.8	12.0	8.3
C ₃ A (%)	4.6	3.7	6.9	4.2	3.8	2.7
C ₄ AF (%)	13.8	11.0	2.5	1.6	10.5	7.3
Chaux (%)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Portlandite (%)	0.0	0.0	0.2	0.2	0.1	0.1
Périclase (%)	2.5	2.0	0.8	0.5	2.0	1.4
Gypse (%)	0.3	0.2	3.8	2.5	7.3	5.1
Hémihydrate (%)	1.6	1.3	2.5	1.6	1.2	0.8
Anhydrite (%)	0.1	0.1	1.0	0.7	0.4	0.2
Apthalite (%)	0.3	0.3	0.0	0.0	0.5	0.4
Arcanite (%)	0.2	0.2	0.0	0.0	0.3	0.2
Syngénite (%)	0.8	0.7	0.0	0.0	2.3	1.6
Calcite (%)	0.0	0.0	1.4	0.9	4.2	2.9
Quartz (%)	1.4	1.1	1.7	1.1	0.2	0.1
Dolomite (%)	0.0	0.0	0.4	0.3	0.7	0.5
Magnétite (%)	0.1	0.0	0.6	0.4	0.0	0.0
Hématite (%)	0.0	0.0	1.2	0.8	0.0	0.0
Mullite (%)	0.0	0.0	1.8	1.2	0.0	0.0
Sulfates de calcium totaux (%)	3.3	2.69	7.2	4.75	11.9	8.29
Sulfates de calcium solubles (%)	1.9	1.5	6.3	4.1	8.5	5.9
SO ₃ /C ₃ A	0.72		1.04		3.13	
SO ₃ soluble/C ₃ A	0.41		0.91		2.23	
SO ₃ /Al ₂ O ₃	0.50		0.81		2.1	
SO ₃ soluble/Al ₂ O ₃	0.29		0.71		1.48	

Les nombres en rouge montrent un facteur favorable à la DEF, les nombres en vert soulignent un facteur améliorant la résistance à la DEF. Pour la DEF, il est important d'analyser les pourcentages correspondants aux alcalis et aux sulfates. Par exemple, le liant B est celui qui présente le pourcentage le plus haut en alcalins et est donc celui qui est potentiellement le plus sensible aux traitements thermiques. Il est intéressant de noter le taux de sulfate important du liant C. Ainsi, si le traitement thermique qui lui est appliqué est trop sévère il risque de développer de l'expansion importante. La finesse Blaine peut nous donner un indice sur la réactivité du ciment et sera particulièrement importante pour les tests sur les cubes. Le liant C doit être particulièrement surveillé pour ce test. Les phases cristallines à analyser particulièrement pour la DEF sont le C_3A , car il influence la valeur de l'expansion finale si elle a lieu. Une nouvelle fois le liant B est à surveiller, car il possède de grandes quantités de C_3A . La forme majoritaire du sulfate de calcium est aussi une information importante, car leur solubilité en dépend. L'hémihydrate est la forme la plus soluble et est donc la forme la plus favorable à la DEF. De ce point de vue, le liant C est plus sensible que les autres liants. Le pourcentage de la phase amorphe est calculé à partir des pourcentages des phases cristallines et donc cumule toutes les erreurs. Ce pourcentage permet d'avoir une idée de la proportion d'ajouts cimentaires par rapport au ciment et est donc un facteur déterminant en ce qui concerne la réactivité d'un béton. Ainsi, le liant B a un pourcentage plus élevé en phase amorphe que le liant A et donc ces caractéristiques défavorables concernant les alcalins et le C_3A peuvent être nuancées par cette grande quantité d'ajout.

Le liant A contient significativement moins de phases amorphes que les liants B et C, ce qui suggère une plus faible teneur en ajouts cimentaires (cendres volantes et fumée de silice). Cette plus faible teneur en ajouts cimentaires du liant A est aussi reflétée par sa surface de Blaine moindre, la non détection des phases cristallines des cendres volantes (magnétite, hématite, mullite) et sa plus faible teneur en SiO_2 que le liant B également composé de cendres volantes de classe F et de fumée de silice. La plus faible teneur en SiO_2 du liant C est attribuée à la présence du laitier. En effet, les cendres volantes de classe F ont en général la composition chimique suivante : $\sim 54\% SiO_2 + <8\% CaO + \sim 21\% Al_2O_3 + \sim 10\% Fe_2O_3$. Le laitier de haut fourneau a une composition plus faible en SiO_2 et plus élevée en CaO : $\sim 38\% SiO_2 + <39\% CaO + \sim 8\% Al_2O_3 + \sim 0,5\% Fe_2O_3$. Il a toutefois des teneurs en C_3S , C_3A et en aluminat Al_2O_3 moyennes, et des teneurs en sulfates de calcium et en SO_3 faibles.

Le liant B contient la plus grande teneur en C_3A , en hémihydrate et en amorphe. Sa plus grande teneur en C_3A est aussi remarquable par sa plus grande teneur en Al_2O_3 dans le Tableau 4-1. Il a toutefois la teneur faible en C_3S . Sa haute teneur en amorphe est aussi reflétée par la présence de 3.6% des phases cristallines provenant des cendres volantes (Magnétite, Hématite, Mullite). Le liant C contient la plus grande teneur en gypse et en sulfates de calcium totaux et solubles, mais sa plus grande partie en aluminates se retrouve en C_4AF . Sa plus grande teneur en sulfate de calcium est aussi reflétée par la plus haute teneur en SO_3 dans le Tableau 4-1. Il a aussi la plus faible teneur en C_3S .

Les rapports SO_3/C_3A et SO_3/Al_2O_3 sont utilisés par certains auteurs (32) (33) pour détecter les liants les plus sensibles. Nous avons aussi calculé les mêmes ratios en ne prenant en compte que les sulfates solubles. Tous les ratios semblent montrer les mêmes résultats : le liant C semble ainsi le plus sensible au contraire du liant A.

Les mêmes analyses ont été faites pour les liants binaires (tableau 4-3 et 4-4).

Tableau 4-3 : Caractérisation chimique par fluorescence aux rayons X (FRX) des liants binaires

	Liant D		Liant E		Liant F		Liant G		Liant H	
	Exp	Fiche								
SiO ₂ (%)	24.94	24.8	25.33	24.6	22.31	25.2	25.83	27.0	24.11	25.1
Al ₂ O ₃ (%)	4.31	4.3	4.41	4.1	4.43	4.1	4.37	4.3	4.34	4.4
Fe ₂ O ₃ (%)	2.97	2.9	3.25	3.0	3.06	3.0	1.75	1.6	3.04	3.0
CaO (%)	55.88	54.3	58.39	55.1	60.94	56.9	57.67	57.3	57.52	57.1
MgO (%)	2.36	2.2	3.52	3.4	1.70	1.5	1.95	1.7	2.62	2.6
SO ₃ (%)	4.23	3.8	2.43	2.1	3.29	2.9	3.49	3.9	3.50	3.7
K ₂ O (%)	0.96		0.78	0.68	0.63	0.5	0.91		0.79	
Na ₂ O (%)	0.24		0.20	0.15	0.17	0.1	0.21		0.25	
Na ₂ O _{eq} (%)	0.87	0.84	0.71	0.60	0.59	0.50	0.80	0.89	0.77	0.84
PAF (%)	3.37	2.6	0.97	1.0	2.77	2.9	3.21	2.5	2.97	1.9
Densité	3.11		3.20		3.14		3.10		3.13	
Blaine (m ² /kg)	791	621	502		550	502	649	575	752	573

Les proportions de SiO₂ et de Al₂O₃ sont assez similaires entre les différents liants. Cependant, le pourcentage d'oxyde de fer du liant G implique une grande proportion en C₃A tandis que les autres liants vont former du C₄AF. Le liant D semble être le plus sensible à la DEF car c'est celui qui contient le plus de sulfates et d'alcalins. Le taux d'alcalins du liant G est aussi à noter.

Tableau 4-4 : Compositions minéralogiques des liants binaires telles que déterminées par diffraction des rayons X(DRX) et par la méthode de quantification Rietveld

	Liant D		Liant E		Liant F		Liant G		Liant H	
Amorphe (%)	N/A	20.6	N/A	18.7	N/A	19.6	N/A	22.0	N/A	19.5
C₃S (%)	48.0	38.1	60.0	48.5	64.8	52.1	65.0	50.9	54.0	43.1
C₂S (%)	21.2	16.8	14.4	11.7	8.0	6.6	15.8	12.3	19.1	15.6
C₃A (%)	4.4	3.5	5.3	4.3	3.4	2.8	6.7	5.3	4.1	3.2
C₄AF (%)	12.5	10.0	14.3	11.6	13.6	10.9	2.8	2.1	11.9	9.5
Lime (%)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
Portlandite (%)	0.1	0.0	0.0	0.0	0.5	0.4	0.2	0.1	0.0	0.0
Périclase (%)	1.3	1.1	2.8	2.3	0.3	0.2	0.7	0.5	1.4	1.1
Gypse (%)	1.3	1.0	0.4	0.3	1.7	1.3	4.3	3.3	1.1	0.9
Hémihydrate (%)	1.5	1.2	1.5	1.2	2.1	1.7	1.0	0.8	2.2	1.7
Anhydrite (%)	4.0	3.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.9	0.7	0.3	0.2
Aphthalite (%)	0.3	0.2	0.2	0.1	0.1	0.1	0.3	0.2	0.3	0.2
Arcanite (%)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Syngénite (%)	1.6	1.3	0.9	0.7	1.7	1.3	0.9	0.7	2.1	1.7
Calcite (%)	2.7	2.2	0.3	0.3	2.7	2.2	0.3	0.2	3.1	2.5
Quartz (%)	0.4	0.3	0.1	0.1	0.4	0.3	0.4	0.3	0.2	0.2
Dolomite (%)	0.7	0.6	0.0	0.0	0.5	0.4	0.6	0.4	0.4	0.3
Magnétite (%)	0.1	0.0	0.1	0.0	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
Hématite (%)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1	0.0	0.0	0.2	0.1
Mullite (%)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Sulfates de calcium totaux (%)	8.61%	6.88	2.94	2.39	3.76	4.48	6.18	5.70	3.51	4.71
Sulfates de calcium solubles (%)	2.8%	2.2	1.9	1.5	3.8	3.0	5.3	4.1	3.3	2.0
SO₃/C₃A	1.95		0.55		1.10		0.92		0.85	
SO₃ soluble/C₃A	0.63		0.36		1.12		0.79		0.8	
SO₃/Al₂O₃	2.00		0.67		0.85		1.41		0.81	
SO₃ soluble/Al₂O₃	0.65		0.43		0.86		1.21		0.76	

Selon le Tableau 4-4, les liants binaires contiennent environ la même teneur en phases amorphes. La haute teneur en phase amorphe s'explique par le fait que ce pourcentage regroupe à la fois les ajouts cimentaires mais aussi d'autres composés non cristallisés. Par le fait même, les liants

binaires ont une teneur quasi-équivalente en silice (SiO_2) dans le Tableau 4-3. Les liants F et G ont les teneurs les plus élevées en C_3S , phase qui contribue de façon importante à la chaleur d'hydratation et à l'augmentation de la température dans le béton, et en sulfates solubles. Bien que tous les liants aient une teneur similaire en oxyde d'aluminium (Al_2O_3), le liant G a la plus grande teneur en C_3A , en gypse et en alcalis ($\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$).

Le liant D a la plus grande teneur en sulfates de calcium totale et en soufre (SO_3), mais par contre il a une des plus faibles teneurs en sulfates de calcium solubles, en C_3S et en C_3A . Le liant E a une teneur élevée en C_3A , mais il a une teneur en sulfates de calcium totale et soluble réduite. Le liant H a une des teneurs des plus faibles en C_3S , C_3A et en sulfates de calcium.

En conclusion, le liant G et le liant D sont à surveiller lors de nos tests, car ils sont potentiellement les plus réactifs. En ce qui concerne les liants ternaires, c'est le liant B qui semble le plus résistant à la DEF.

L'étude des ratios $\text{SO}_3/\text{C}_3\text{A}$ et $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ et $\text{SO}_3_{\text{solubles}}/\text{C}_3\text{A}$ et $\text{SO}_3_{\text{solubles}}/\text{Al}_2\text{O}_3$ est cette fois-ci différente. En effet, si tous les sulfates sont considérés le liant D est le plus sensible. Par contre, si l'on choisit d'étudier seulement les sulfates solubles alors le liant D est un des liants les moins sensibles. Les liants F et G sont ceux qui ont les valeurs les plus élevées que l'on considère les sulfates solubles ou tous les sulfates. Le liant H est proche des liants F et G si l'on considère le rapport $\text{SO}_3/\text{C}_3\text{A}$ et $\text{SO}_3_{\text{solubles}}/\text{C}_3\text{A}$.

Par souci de comparaison, un ciment GU (usage général) et un ciment HE (haute résistance initiale) ont été analysés et sont respectivement appelés liant I et J.

Tableau 4-5 : Composition chimique mesurée par fluorescence aux rayons X (FRX) des ciments GU et HE

	Liant I		Liant J	
	Exp	Fiche tech	Exp	Fiche tech
SiO₂ (%)	19.88	20	19.88	19.9
Al₂O₃ (%)	4.37	4.3	4.56	4.9
Fe₂O₃ (%)	2.75	2.7	1.56	1.8
CaO (%)	62.63	63.5	62.74	63.3
MgO (%)	2.11	2	2.13	1.9
SO₃ (%)	3.6	3.5	3.9	3.9
K₂O (%)	0.92		0.85	
Na₂O (%)	0.24		0.23	
Na₂O_{eq} (%)	0.84	0.74	0.79	0.87
PAF (%)	2.9	2.5	3.58	2.8
Densité	2.96		3.1	
Blaine (m²/kg)	397	411	434	480

Tableau 4-6 : Compositions minéralogiques des liants I et J telles que déterminées par diffraction des rayons X (DRX) et par la méthode de quantification Rietveld

	Liant I		Liant J	
Amorphe (%)	N/A	12.4	N/A	18.6
C₃S (%)	65.1	57.0	67.0	54.7
C₂S (%)	11.0	9.6	13.5	11.0
C₃A (%)	4.2	3.7	7.3	6.0
C₄AF (%)	12.2	10.7	2.7	2.2
Lime (%)	0.0	0.0	0.0	0.0
Portlandite (%)	0.1	0.1	0.1	0.1
Périclase (%)	0.7	0.6	0.7	0.6
Gypse (%)	1.6	1.4	1.5	1.2
Hémihydrate (%)	1.6	1.4	2.7	2.2
Anhydrite (%)	0.5	0.5	0.6	0.5
Apthalite (%)	0.4	0.4	0.2	0.2
Arcanite (%)	0.0	0.0	0.0	0.0
Syngénite (%)	0.8	0.7	0.8	0.6
Calcite (%)	1.2	1.1	2.1	1.7
Quartz (%)	0.2	0.2	0.1	0.1
Dolomite (%)	0.4	0.4	0.4	0.3
Magnétite (%)	0.0	0.0	0.0	0.0
Hématite (%)	0.0	0.0	0.0	0.0
Mullite (%)	0.0	0.0	0.0	0.0
Sulfates de calcium totaux (%)	3.69	4.28	4.80	4.71
Sulfates de calcium solubles (%)	3.2	2.8	3.2	3.4

Il est à noter que le liant I a une teneur plus faible en phases amorphes que les liants composés, dû à son absence d'ajout cimentaire. La teneur plus élevée en phases amorphes dans le liant J peut être causé par une présence plus importante de phases fondues d'aluminates dû à un débalancement de la phase interstitielle du clinker en diminuant la quantité de Fe_2O_3 dans le cru. Le liant J a en effet une teneur plus élevée en Al_2O_3 , mais aussi une plus élevée en C_3A (la plus élevée de tous les liants étudiés) pour obtenir de hautes résistances initiales.

4.2 Résultats de la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

Cette méthode utilise un traitement thermique qui simule l'allure de la courbe d'échauffement dans le cœur d'une pièce massive de béton (Annexe 1). La température maximale est $80^{\circ}C$ mais surtout le béton reste 59 heures à une température comprise entre $75^{\circ}C$ et $80^{\circ}C$ et environ 90 heures à une température comprise entre $70^{\circ}C$ et $80^{\circ}C$. Cet essai nous permet donc d'évaluer la réaction du liant lorsqu'il est utilisé pour fabriquer une pièce massive dans des conditions défavorables par exemple pour une coulée en été sans que des précautions aient été prises.

4.2.1 Mesures d'allongement et de gain de masse

Pour tous les liants testés, on observe peu de différences entre les résultats d'allongement des échantillons essais et des références. Rappelons que les échantillons référence proviennent de la même gâchée que les échantillons essais mais ne sont pas traités thermiquement. Ce sont plutôt les graphiques de masse qui vont permettre de détecter les échantillons touchés.

La figure 4-1 présente les résultats d'allongement du liant C et la figure 4-2 les résultats de prise de masse.

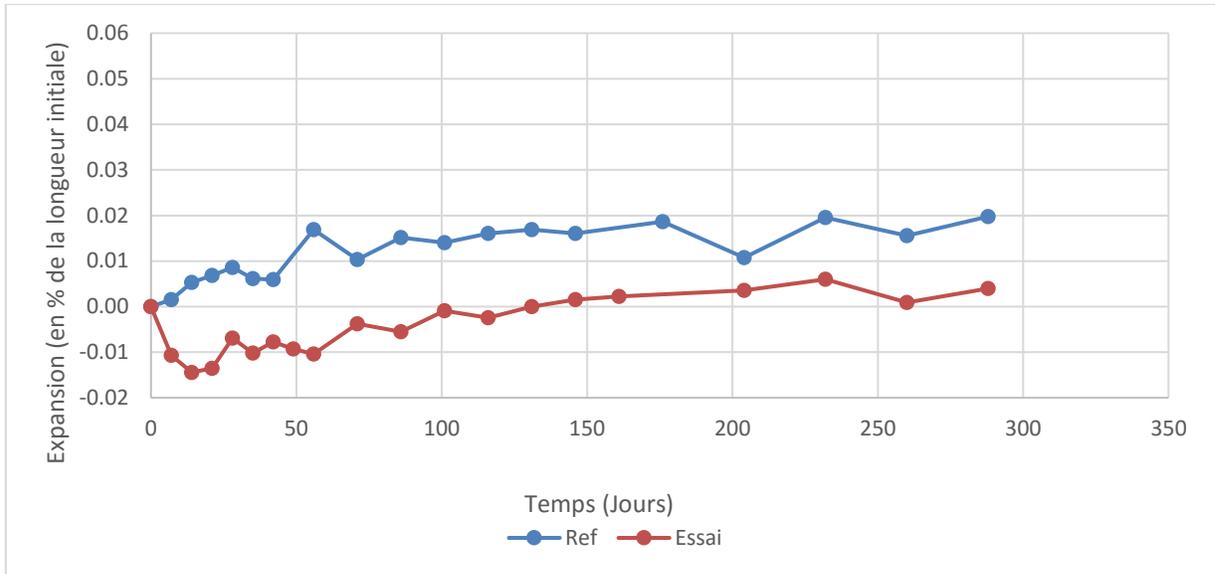


Figure 4-1 : Variation d'allongement Liant C méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

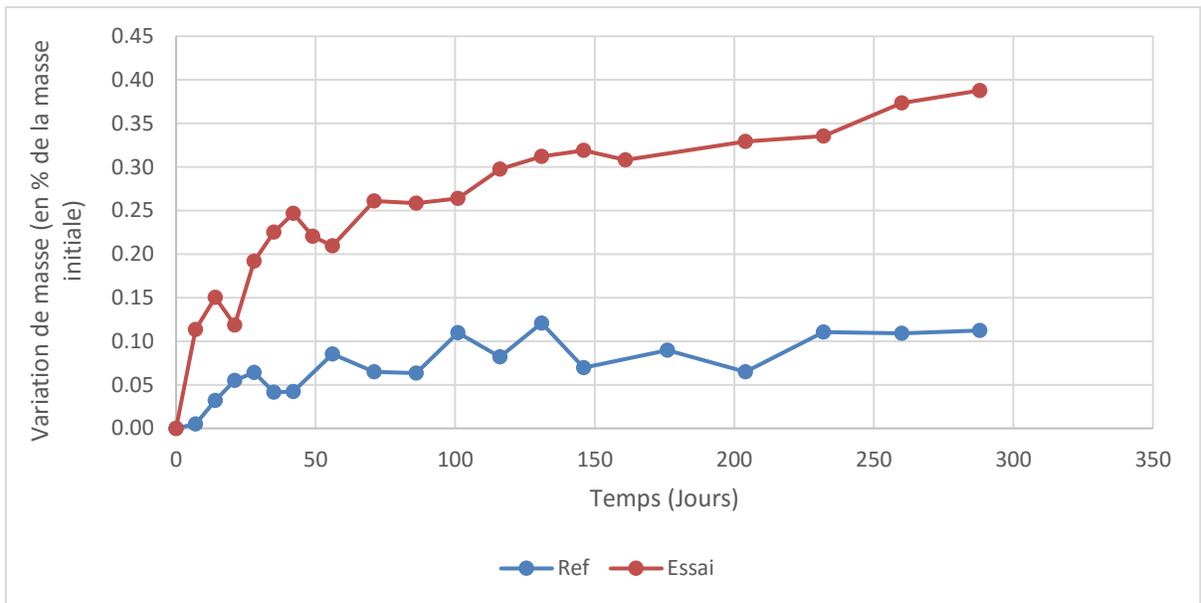


Figure 4-2 : Variation de masse Liant C méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

La courbe de variation de masse montre une différence entre les échantillons traités thermiquement et les échantillons références. Par contre, pour les résultats d'allongement les deux courbes sont assez similaires. Sur la figure 4-2, la variation de masse du liant C semble continuer au-delà de trois cents jours. La faible valeur de prise de masse est donc à nuancer, car elle semble tendre vers une valeur proche de 0,45%.

Le liant B est celui qui possède le plus d'ajouts cimentaires et est celui qui a la prise de masse la plus faible. En effet, la prise de masse des échantillons traités thermiquement stagne autour

des 0,3% ce qui est le résultat le plus faible en comparaison avec les autres liants (figure 4-4). La baisse de la variation de masse des échantillons essais au 204^e jour peut s'expliquer par un manque d'eau dans le bac de conservation. Cela est dû à de l'évaporation. Une nouvelle fois, la courbe d'allongement nous donne peu d'information sur la DEF car les expansions finales sont assez proches (figure 4-3).

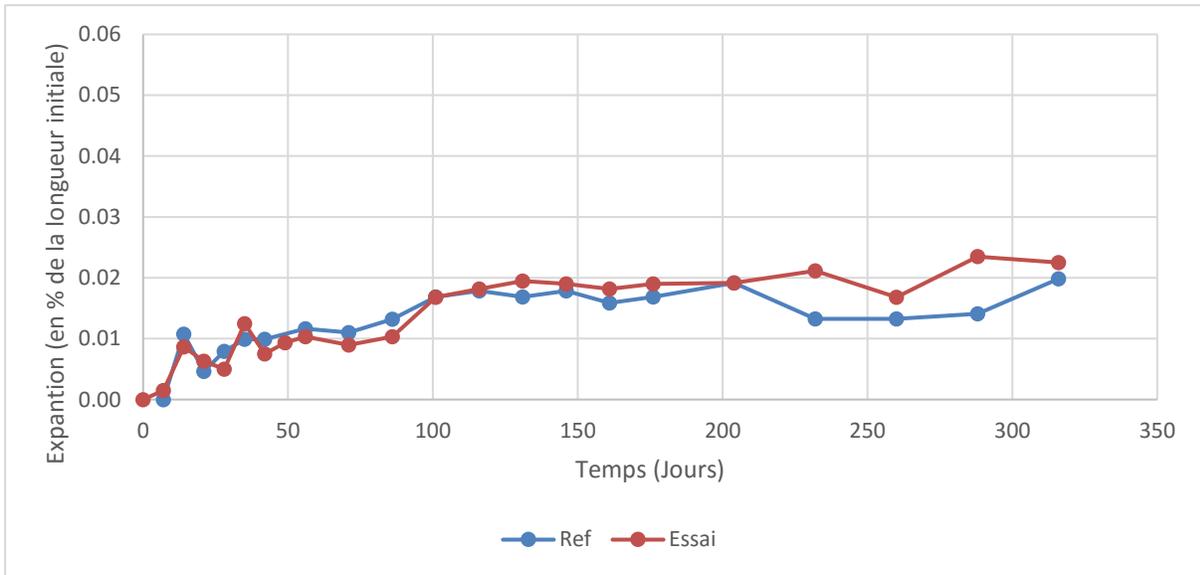


Figure 4-3 : Variation d'allongement Liant B méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

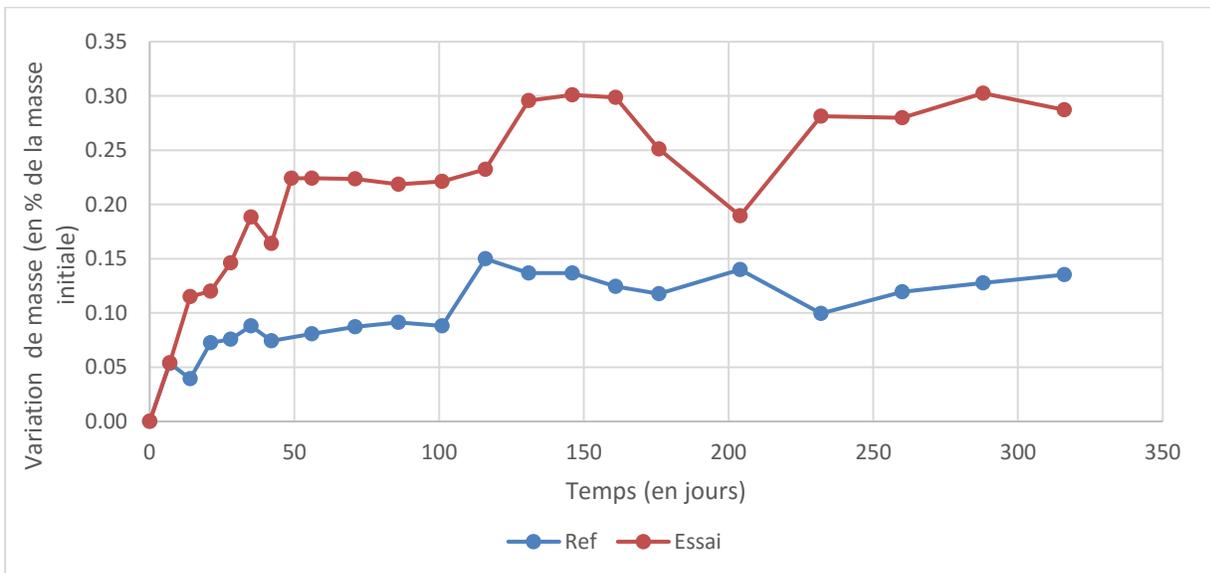


Figure 4-4 : Variation de masse Liant B pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

Les courbes d'allongement des autres liants sont assez similaires que celles des figures 4-1 et 4-2 et sont en annexe (Annexe 2) avec toutes les courbes des autres liants. Les valeurs d'allongement et de prise de masse des bétons essais et références de tous les liants testés sont résumées dans le tableau 4-7. Au niveau des prises de masse, il est important de noter que certains liants présentent des prises de masse supérieures à 0,70%. Par exemple, le liant G a une prise de masse supérieure à 1% (figure 4-5).

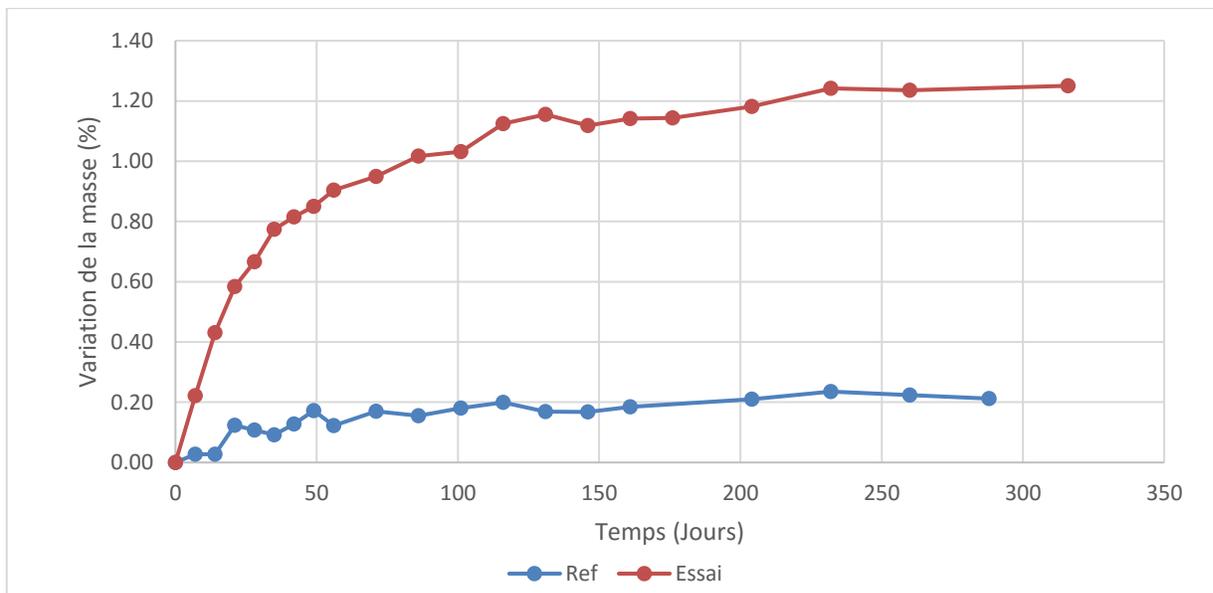


Figure 4-5 : Variation de masse Liant G pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

Tableau 4-7 : Résumé des résultats de la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

Liant	A	B	C	D	E	F	G	H
Allongement en % REF	-0,020	0,016	0,020	0,014	0,028	0,025	0,021	0,035
Variation de masse REF	0,26	0,14	0,11	0,11	0,18	0,3	0,21	0,19
Allongement en % ESSAI	0,026	0,023	0,004	-0,016	0,030	0,022	0,021	0,024
Variation de masse en % ESSAI	0,49	0,29	0,39	0,49	0,72	0,74	1,25	0,54

La plupart des échantillons soumis à un traitement thermique réagissent au traitement en subissant une prise de masse. Cependant il est nécessaire de vérifier au MEB que cette prise de

masse est bien causée par la DEF. Certains liants engendrent une prise de masse plus faible même après un traitement thermique ; c'est notamment le cas des bétons ternaire.

4.2.2 Observation au MEB

Les échantillons références n'ont pas montrés de DEF. Cela semble logique puisque toutes les études récentes s'accordent à dire qu'il faut une élévation de la température pour déclencher la DEF. Ainsi, la figure 4-6 montre un échantillon référence du liant G sur lequel il n'y a pas d'ettringite différée facilement repérable par sa disposition en aiguilles.

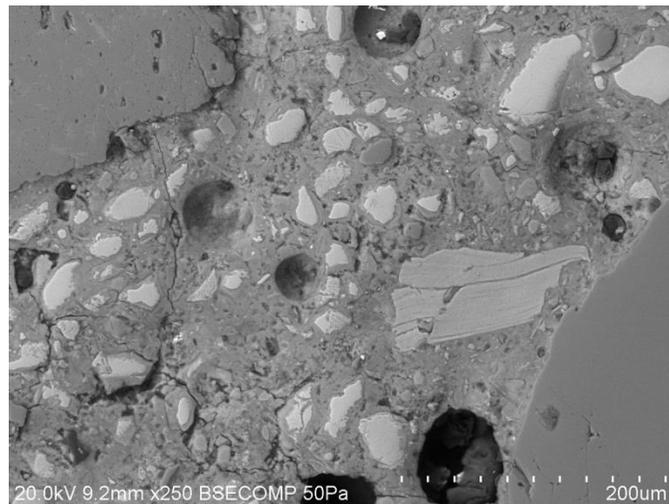


Figure 4-6 : Observation au MEB d'un échantillon référence du liant G

Par contre, tous les échantillons essais (traités thermiquement) sont touchés, ils présentent tous de la DEF. Cependant, certains sont plus touchés que d'autres, et ce phénomène semble suivre les prises de masse. En effet, les échantillons ayant une prise de masse supérieure à 0,70% ont présenté de la DEF dans la plupart des bulles d'air et des vides comme le montre la figure 4-7.

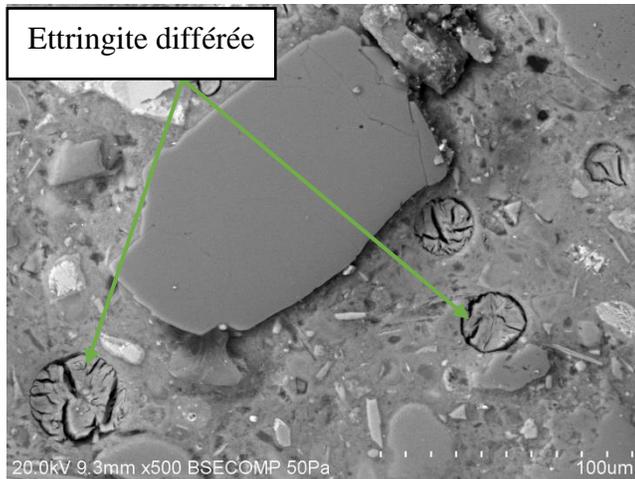


Figure 4-7 : Observation au MEB d'un échantillon essai du liant G méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

Les échantillons ayant une prise de masse entre 0,5% et 0,7% ont quant à eux moins de DEF (figure 4-8). Enfin, les échantillons avec une prise de masse inférieure à 0,5 sont assez peu attaqués (figure 4-9)

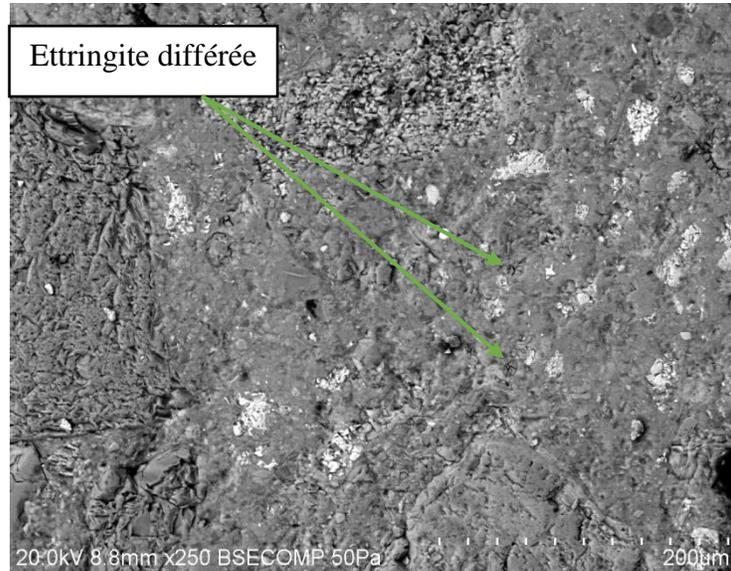


Figure 4-8 : Observation au MEB d'un échantillon essai du liant H méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

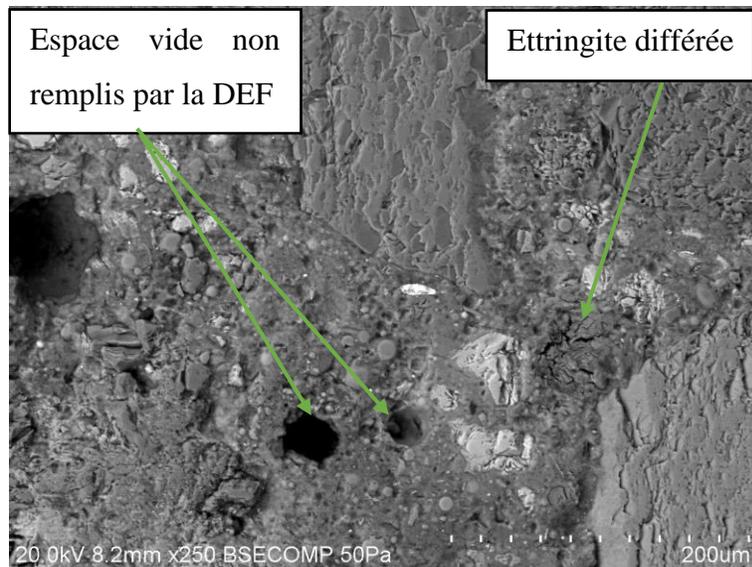


Figure 4-9 : Observation au MEB d'un échantillon essai du liant B

4.2.3 Évolution des propriétés mécaniques et de la perméabilité

Pour suivre l'évolution des propriétés mécaniques et de la perméabilité, des cylindres traités thermiquement ont subi le même traitement thermique que les prismes, ce qui a permis de suivre l'évolution de l'allongement et de la masse. Ceux-ci ont été analysés à la fin des tests, c'est à dire un an après le début des mesures. Les cylindres à 28 jours sont des cylindres références qui permettent de vérifier que les liants respectent bien les normes de résistance à la compression et de perméabilité à 28 jours. La comparaison des valeurs à des échantillons chauffés à un an et des échantillons référence à 28 jours permet d'appréhender les dommages liés à la DEF. Il est tout de même important de souligner que faire subir une cure chauffée à un béton dégrade en partie ses propriétés mécaniques ce qui peut expliquer la légère baisse générale.

Le tableau 4-8 présente les résultats de résistance à la compression, de module d'élasticité et de perméabilité aux ions chlorures.

Tableau 4-8 : Résumé de l'évolution des propriétés mécaniques et de la perméabilité pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse (trois échantillons testés)

	Liant A	Liant B	Liant C	Liant D	Liant E	Liant F	Liant G	Liant H
F'C (28 jours) (MPa)	44,2	40	54	52,2	50,8	37,9	41	55,3
F'C (1 an) (MPa)	43,5	36,6	42,1	48,4	43,6	37,4	39,9	55,3
Ec (28 jours) (GPa)	35,1	39,1	39,1	48,4	34,9	34,3	35,6	35,4
Ec (1 an) (GPa)	37,9	37,2	37,1	40,2	34,5	30,6	34,1	32,9
Kcl (28 jours) (C)	800	231	432	440	773	1075	470	474
Kcl (1 an) (C)	267	58	270,5	488	867	8662	2259	840

Avec F'C est la résistance à la compression (en MPa), Ec est le module d'élasticité (en GPa), Kcl la perméabilité aux ions chlore (en Coulomb)

La plupart des liants ont leurs propriétés mécaniques faiblement dégradées. Ceci est sûrement dû au traitement thermique qui a tendance à dégrader les propriétés, car le temps de prise est plus faible. Cependant, la perméabilité aux ions chlore des échantillons essai des liants F et G a été fortement augmentée. Le béton est dégradé et cela est sûrement dû à la forte quantité de DEF observée dans ces échantillons. Pour les autres liants, il y a peu ou pas de dégradation notamment au niveau de la perméabilité selon la norme ASTM C1202 (négligeable : 0-100 C, très faible : 100-1000 C, faible : 1000-2000 C, modéré : 2000-4000 C, élevé : 4000 C-∞)

4.2.4 Conclusion de la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

Il semble avoir une corrélation entre la prise de masse et la quantité de DEF formée dans le béton. La plupart des courbes de prise de masse atteignent un palier au bout de 300 jours de mesures. Il est donc possible que la formation différée d'ettringite se termine avant d'avoir rempli tous les vides et les bulles d'air, ce qui aboutit à une prise de masse et pas à une expansion. Petrov (37) a montré qu'à 3,5% d'air entraîné une diminution de 60% de l'expansion finie était observée. Or le pourcentage d'air entraîné dans le béton frais de nos mélanges était de 5 à 8%. Ainsi, pour observer de l'expansion il est peut-être nécessaire de fabriquer des éprouvettes sans air entraîné. Sinon, il faut suivre avec attention la courbe de prise de masse.

La DEF précipite favorablement dans les fissures et les bulles d'airs, ce qui ne génère pas d'expansion, mais qui endommage quand même sa durabilité notamment face au gel/dégel.

Les observations au MEB nous permettent de confirmer la présence d'ettringite différée dans les échantillons essais. Les échantillons réalisés avec les liants F et G sont massivement touchés par la DEF. Tous les échantillons traités thermiquement présentent des traces d'ettringite différée au microscope. Ainsi, un pic à 80°C est trop sévère car il déclenche un phénomène de DEF sur les 8 liants testés. Aucune expansion conséquente n'a cependant été notée. Les essais actuels qui s'appuient principalement sur la valeur de l'expansion pour déterminer la présence de DEF sont donc peu révélateurs.

La comparaison des analyses des propriétés mécaniques entre les références et les essais montrent bien une dégradation de certains échantillons, ceux qui ont eu la prise de masse la plus importante. Il y a bien une certaine corrélation entre la prise de masse et la dégradation des caractéristiques mécaniques. La prise de masse est le signe d'une formation d'ettringite différée importante. Or, la formation d'ettringite différée entraîne la formation de fissures et donc une diminution des caractéristiques mécaniques.

Les échantillons qui ont une prise de masse inférieure à 0,5 % semblent un peu moins dégradés et conservent des caractéristiques mécaniques satisfaisantes. Ceux qui ont une prise de masse supérieure à 0,7 % montrent énormément d'ettringite au MEB notamment dans les bulles d'air, il est certain que la durabilité au gel/dégel est fortement dégradée.

4.3 Résultats de la méthode de l'UdeS pour les bétons de masse

Ce test, effectué sur béton, simule une pièce massive (Annexe 1). En effet, un cube de 0,6 m de côté est coulé en une fois dans une boîte semi-adiabatique de résistance thermique R60. La température et la déformation sont prises au cœur et à la paroi du cube. Le cube s'échauffe alors par la chaleur dégagée par l'hydratation.

4.3.1 Mesures de température et de déformation

La figure 4-10 montre la courbe d'échauffement d'un cube réalisé avec le liant G, à son cœur et à la paroi. La température à l'état frais était de 24,4°C. Il y a eu une élévation de température de 37,3 °C.

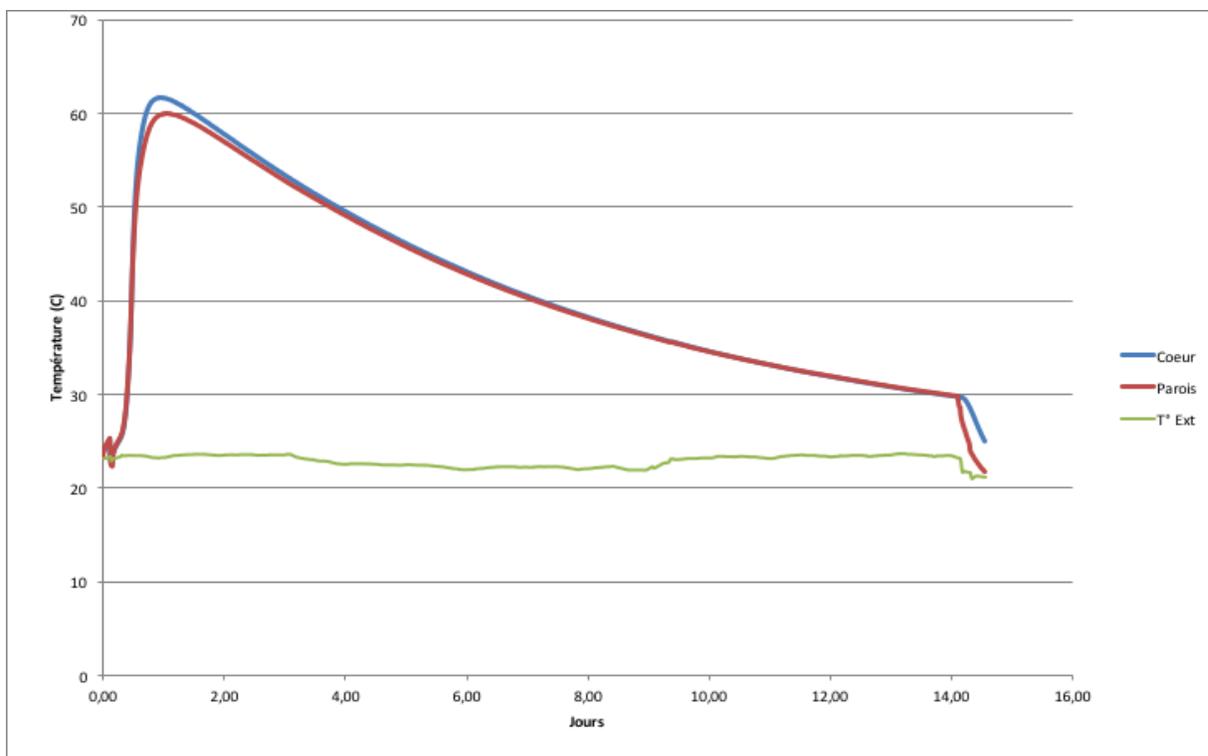


Figure 4-10 : Courbe de température Liant G méthode de l'UdeS

En comparaison, des cubes ont été réalisés avec des ciments GU et HE qui sont plus réactifs que les ciments binaires et bien plus que les ciments ternaires. Le ciment HE qui est un ciment à haute résistance initiale dégage plus de chaleur d'hydratation (figure 4-11).



Figure 4-11: Courbe de température Liant HE méthode de l'UdeS

Comme prévu, le liant HE atteint une température plus haute au cœur du cube. Cependant, le maximum atteint est à 65°C, il s'approche sans dépasser les 70°C prescrits dans la norme CSA concernant les bétons de masse.

Le tableau 4-9 résume tous les résultats de température au cœur et à la paroi, mais aussi la température à l'état frais de tous les liants.

Tableau 4-9 : Résumé des résultats de la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

Liants	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
Température à l'état frais (°C)	27,5	26,1	25,1	24,8	22,4	27,4	24,4	25,5	20,9	22,5
Température maximale au cœur (°C)	60,6	56,9	62,1	59,5	61,8	62,6	61,7	62,0	59,5	63,6
Température maximale à la paroi (°C)	58,2	54,6	59,6	57,8	59,5	60,6	59,9	59,1	56,9	60,7
Différence de température entre l'état frais et Tmax au cœur (°C)	33,1	30,8	37	34,7	39,4	35,2	37,3	36,5	38,6	41,1

Les températures atteintes au cœur des cubes sont proches les unes des autres. Il faut cependant prendre en compte la température à l'état frais pour bien comparer les résultats. Le liant HE dégage logiquement plus de chaleur d'hydratation, car c'est un liant à forte résistance initiale (41°C entre la température initiale et la température maximale atteinte). Les liants ternaires à base de cendres volantes génèrent moins de chaleur que les autres. Le liant B est celui qui a le plus d'ajouts cimentaires ; il dégage ainsi moins de chaleur (seulement 30,8°C).

Il est cependant important de noter qu'aucun des huit liants étudiés ne dépasse 63°C au cœur (les courbes sont en annexe 3). La température maximale de béton à l'état frais imposée dans la norme CSA A23.1 Tableau 14 est de 20°C. Pourtant la température initiale des différents mélanges dépasse cette valeur pour tous les liants. Il est nécessaire de vérifier que ce test apporte des résultats équivalents à ceux mesurés sur des pièces massives en chantier.

4.3.2 Évolution des propriétés mécaniques

Les échantillons qui servent de références sont des cylindres qui ont été fabriqués en même temps que le cube. Par contre, pour avoir des échantillons ayant subi la montée en température, il a été nécessaire d'effectuer des carottes sur les cubes. Les résultats des tests de résistance à la compression, de module, et de perméabilité des ions chlore sont présentés dans le tableau 4-10.

Tableau 4-10 : Résumé de l'évolution des propriétés mécaniques et de la perméabilité pour la méthode de l'UdeS pour les bétons de masse : mesures effectuées sur carottes de béton.

	Liant A	Liant B	Liant C	Liant D	Liant E	Liant F	Liant G	Liant H
F'C (28 jours) (MPa)	43,9	39,1	50,1	63,4	63,5	59,2	43,4	52,5
F'C (1 an) (MPa)	47	45,5	44,1	51,7	48	49,6	43,4	44,1
Ec (28 jours) (GPa)	38,3	37,4	40,7	40,1	42,2	40,3	40,3	40,4
Ec (1 an) (GPa)	39,3	41,9	34,1	34,3	37,5	36,1	37,5	36,3
Kcl (28 jours) (C)	784	325	893	422	532	769	524	608
Kcl (1 an) (C)	156	164	254	364	493	1409	529	794

Avec F^C est la résistance à la compression (en MPa), E_c est le module d'élasticité (en GPa), K_{cl} la perméabilité aux ions chlore (en Coulomb)

Il y a quelques différences entre les références à 28 jours et les carottes. Cela peut être expliqué par la méthode de fabrication de l'échantillon. Pour les références, le béton est mis en place dans des cylindres et pilonné. Les conditions de mûrissement sont plus favorables pour les références que pour les échantillons carottés car ils ont une plus grande surface en contact avec l'eau, ce qui peut expliquer les écarts.

La température au cœur des cubes n'ayant pas atteint de température « dangereuse » il est normal d'observer peu de différences. Cependant, le liant F a une perméabilité dégradée. Vu la température atteinte à son cœur ($62,6^{\circ}\text{C}$) il est peu probable que la DEF soit à l'origine de cette dégradation. Il est possible que la fabrication de l'échantillon ait créé des fissures.

4.3.3 Conclusion de la méthode de l'UdeS pour les bétons de masse

La température atteinte au cœur des cubes fabriqués avec les huit liants ne dépasse pas 63°C . Aucune DEF n'est formée, les bétons ne sont pas dégradés.

Cependant, on peut se demander si un cube de 0,6 mètre de côté dans une boîte semi adiabatique de résistance thermique R60 simule parfaitement ce qui se passe au cœur d'une pièce massive. Il est nécessaire de confronter les résultats obtenus avec cette méthode avec des relevés de température sur chantier avec ces mêmes liants.

4.4 Résultats de la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

Pour rappel, cet essai est constitué d'un traitement thermique d'une heure à 80°C (Annexe 1). Ensuite, les échantillons subissent deux cycles de mouillage/séchage.

4.4.1 Mesures d'allongement et de gain de masse

Le Tableau 4-11 résume les mesures d'allongement et de gain de masse pour les échantillons des essais de préfabrication (essai) et de référence pour tous les liants testés. Les résultats sont organisés par ordre croissant de gain de masse des échantillons essai. La plupart des bétons ne présentent pas de différences entre les échantillons référence et les essais surtout au niveau des courbes d'allongement. En effet, aucun des échantillons conçus avec le liant B ne montre d'expansion (figure 4-12 et 4-13), tout comme les liants A, C, D, E, H dont les graphes sont en annexe 4.

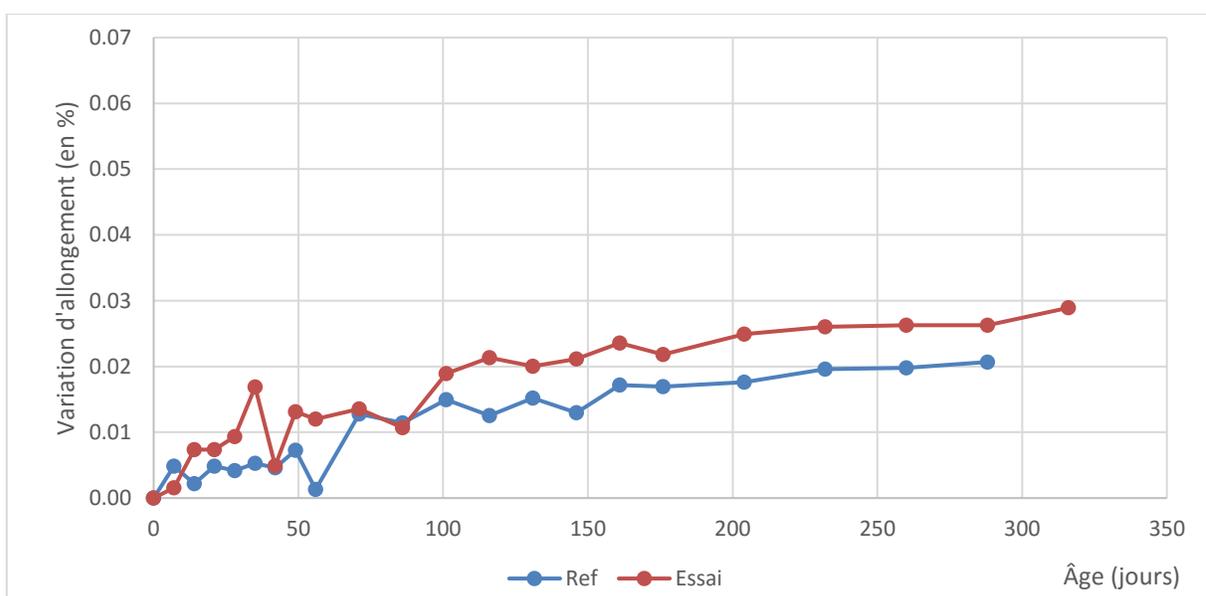


Figure 4-12 : Variation d'allongement Liant B

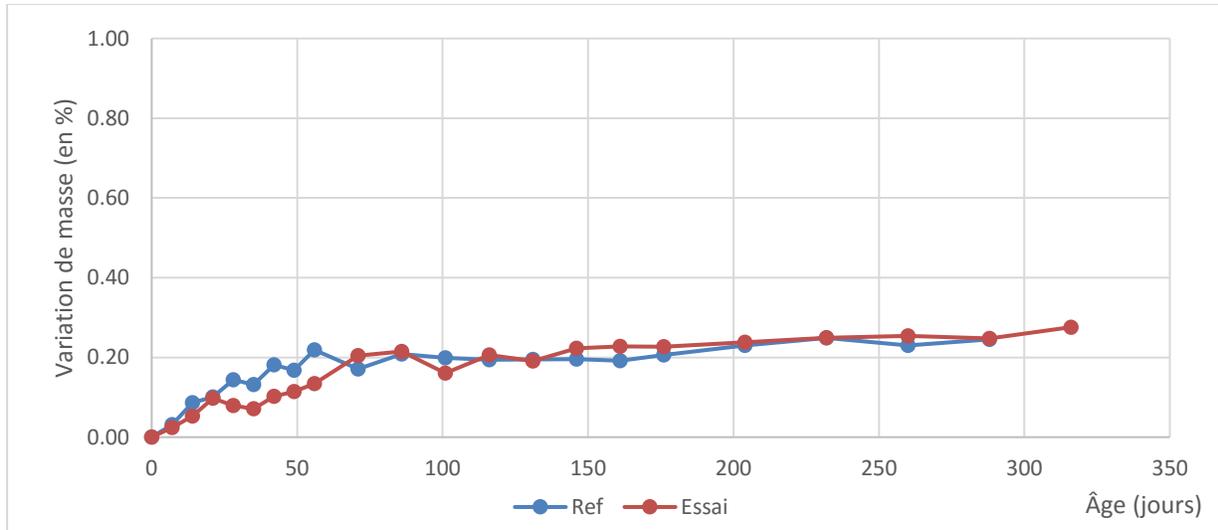


Figure 4-13 : Variation de masse Liant B

Tous ces liants ne semblent pas subir de DEF car les courbes des références et des essais sont vraiment similaires comme sur les figures 4-12 et 4-13. Cependant, tous les échantillons vont être analysés au MEB pour confirmer ces hypothèses. Par contre, les liants F et G présentent des résultats différents. Il y a une différence notable entre les courbes de prise de masse des références et celles des prises de masse (figure 4-15). En effet, les échantillons référence des liants F et G ont une prise de masse de 0,4% alors que les échantillons traités thermiquement ont une prise de masse supérieure à 0,8%. Brunetaud [5] évalue à 0,6% le gain de masse des échantillons touchés par la DEF. Par contre, les courbes d'expansion sont similaires (figure 4-14)

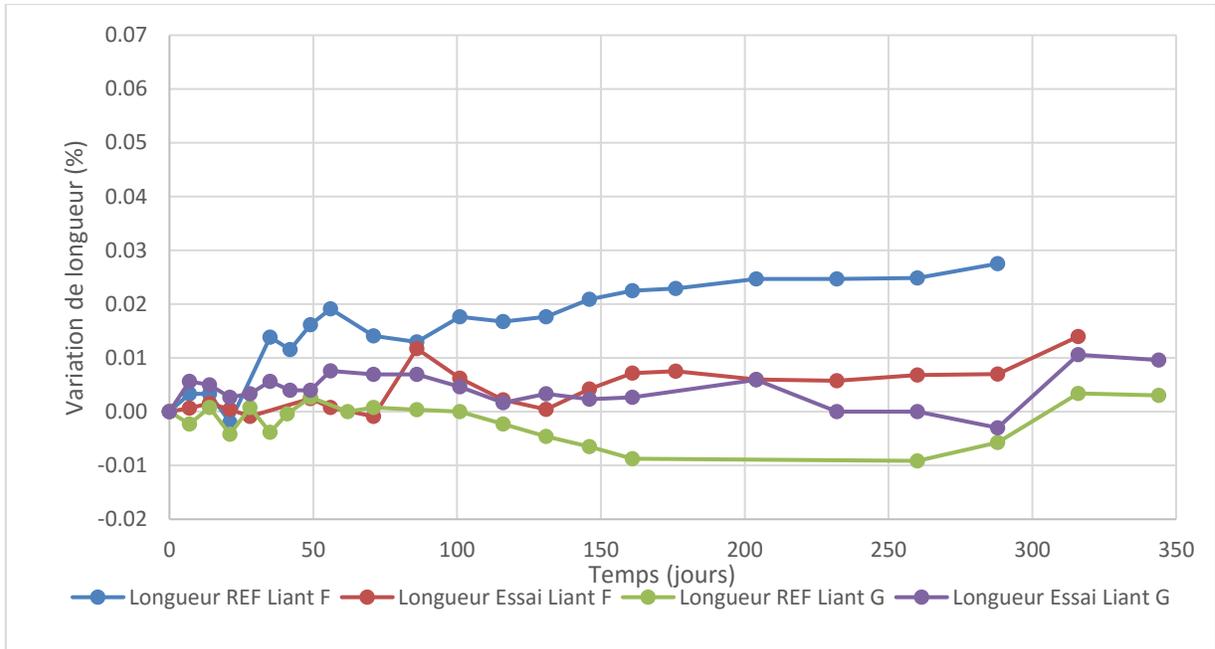


Figure 4-14: Variation de longueur pour les liants F et G

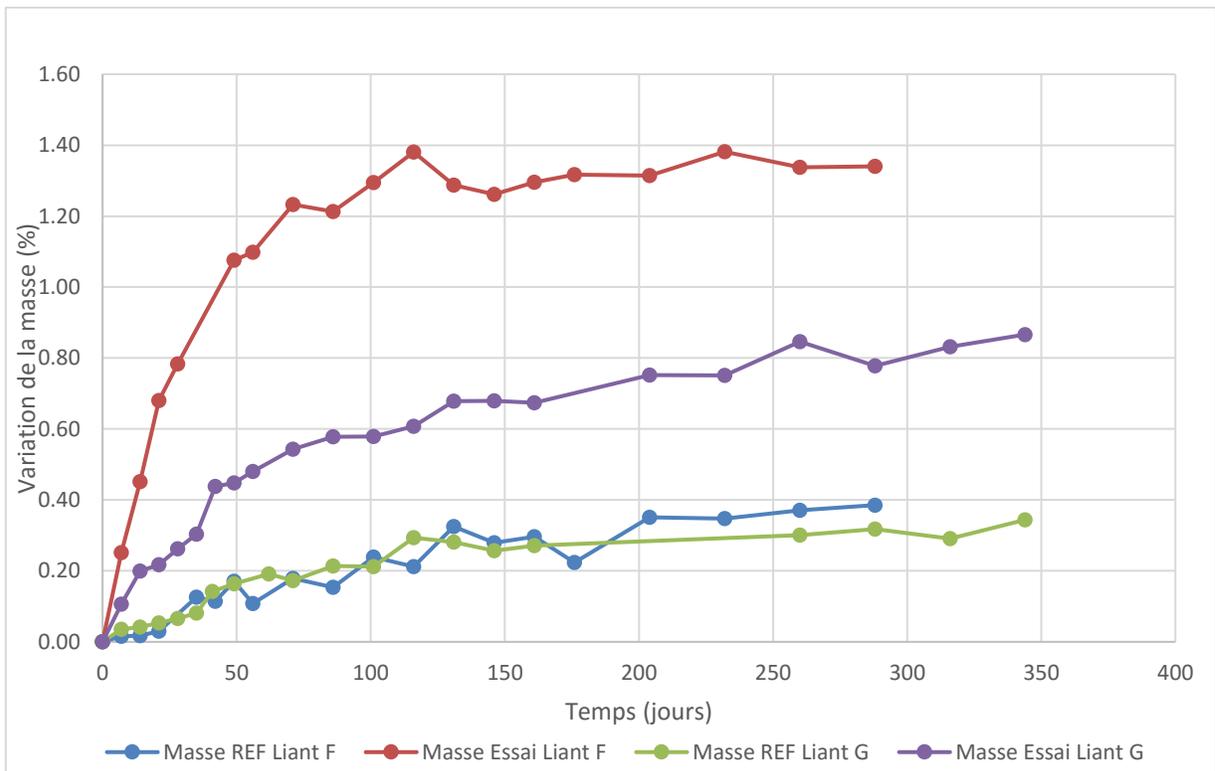


Figure 4-15 : Variation de masse pour les liants F et G

Comme on peut le voir sur ces graphiques, la formation possible d'ettringite différée n'est pas détectable par l'analyse des courbes d'expansion, car aucun des ciments ne subit d'expansion

notable. Le haut pourcentage d'air dans les bétons, recommandé pour la résistance au gel/dégel, semble aussi jouer un rôle protecteur contre la DEF. Au lieu de précipiter dans les pores et fissures, l'ettringite différée se forme dans les bulles d'air évitant ainsi une expansion notable.

Cependant, la courbe de prise de masse montre une différence notable entre les échantillons essais des ciments F et G et les échantillons références. Aucun des autres liants n'a montré de prise de masse supérieure à 0,5 %. Il est nécessaire d'observer les échantillons au MEB afin de savoir si la DEF est à l'origine de cette prise de masse. Si le MEB confirme la corrélation entre une prise de masse supérieure à 0,5% et de la DEF, nous pourrions établir un seuil limite à ne pas dépasser. Cette observation a été réalisée et est présentée dans la partie suivante (page 64).

Dans tous les cas, on peut observer que la prise de masse s'effectue surtout sur les 100 premiers jours et ralentit beaucoup par la suite. Si la prise de masse est liée à l'ettringite alors la DEF s'est formée sur les 128 premiers jours après le démoulage (28 jours de cycles et 100 jours de mesures). Les valeurs en rouge sont celles au-dessus de 0,5% de prise de masse et qui soulignent une formation de DEF plus importante.

Tableau 4-11 : Résumé des résultats de l'allongement et de la masse pour la méthode de l'IFSTTAR pour les préfabriqués

Liant	B	A	D	E	C	H	G	F
Allongement en % REF	0,021	0,013	0,021	0,004	0,021	0,004	0,003	0,028
Variation de masse REF	0,25	0,17	0,41	0,38	0,23	0,4	0,34	0,39
Allongement en % ESSAI	0,029	0,009	0,015	0,008	0,021	0,008	0,009	0,014
Variation de masse en % ESSAI	0,28	0,33	0,39	0,39	0,4	0,47	0,87	1,35

Les liants F et G sont une nouvelle fois ceux qui réagissent le plus en provoquant une prise de masse importante sur les échantillons essai alors que le liant B est celui qui a la prise de masse la plus faible.

4.4.2 Observation au MEB

Les échantillons traités ont tous montré des traces de DEF, même le liant B qui a montré une prise de masse assez faible 0,28% (figure 4-16). Cependant, la quantité d'ettringite dans les échantillons essais des liants F et G est nettement plus grande que dans les autres échantillons essais. Les échantillons les plus sévèrement touchés sont ceux qui ont montré la prise de masse la plus grande.

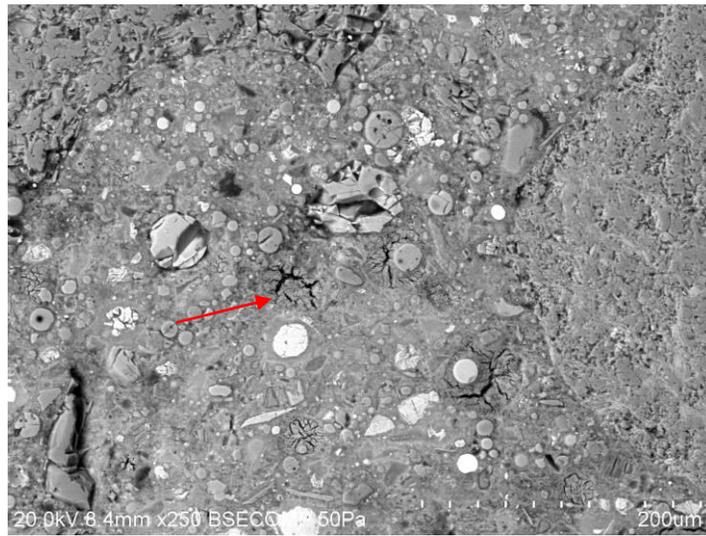


Figure 4-16 : Observations au MEB d'un échantillon essai ayant 0,28% de prise de masse Liant B

Les échantillons traités qui ont une prise de masse inférieure à 0,50% montrent de la DEF mais pas en quantité assez importante pour que cela soit problématique (figure 4-17). En effet, de la DEF est présente dans ces échantillons, mais les bulles d'air sont en grande partie vides. C'est notamment le cas du liant H qui a une prise de masse assez proche de cette limite (0,47% de prise de masse).

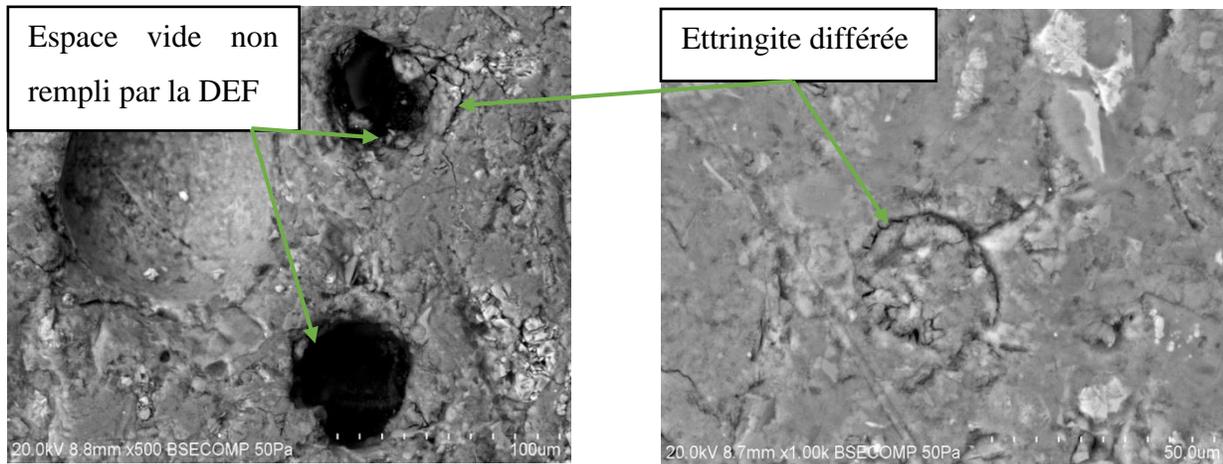


Figure 4-17 : Observations au MEB d'un échantillon traité ayant 0,47% de prise de masse Liant H

Une nouvelle fois on peut observer au MEB une différence notable entre les échantillons qui ont une prise de masse supérieure à 0,70% et ceux qui ne dépassent pas 0,5%. Dans le premier cas, les échantillons sont fortement attaqués (figure 4-18) alors que dans le deuxième cas, seules des traces de DEF sont observables (figure 4-17).

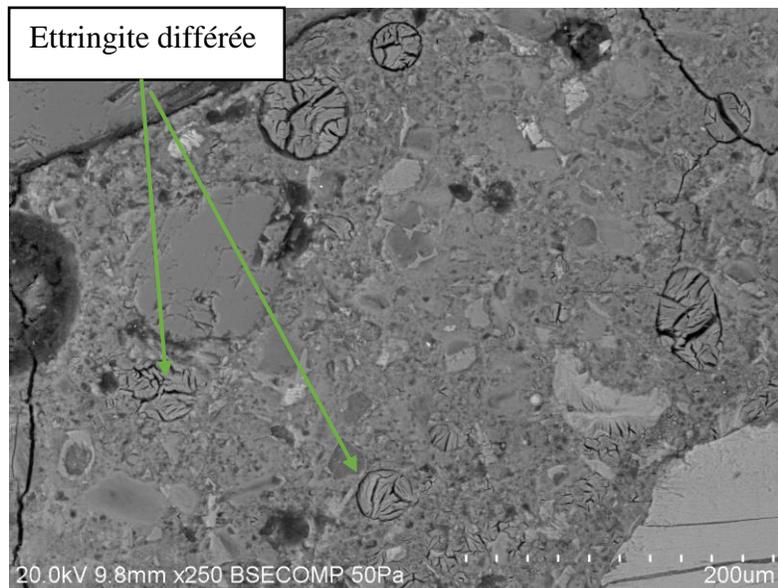


Figure 4-18 : Observations au MEB d'un échantillon traité ayant 0,87% de prise de masse Liant G

4.4.3 Évolution des propriétés mécaniques

Tableau 4-12 : Comparatif des propriétés mécaniques

	Liant A	Liant B	Liant C	Liant D	Liant E	Liant F	Liant G	Liant H
F'C (28 jours) (MPa)	37,3	32,8	39,5	41,8	39,7	37,1	42	43,6
F'C (1 an) (MPa)	27,8	32,2	33,4	34,4	32,5	24,5	42,7	32,2
Ec (28 jours) (GPa)	37	32,3	37	34,8	34	29,5	37,2	36,1
Ec (1 an) (GPa)	34,4	18,4	33,3	20,9	15,9	24,9	30,5	28,1
Kcl (28 jours) (C)	1388	646	648	491	875	1205	700	607
Kcl (1 an) (C)	651	205,5	876	758	972	8662	1978	986

Avec F'C est la résistance à la compression (en MPa), Ec est le module d'élasticité (en GPa), Kcl la perméabilité aux ions chlore (en Coulomb)

Les propriétés mécaniques des liants ternaires ne sont pas dégradées. Le liant B est le moins dégradé. De la DEF avait été observée sur les échantillons essais du liant B mais la prise de masse était assez faible. Les liants F et G sont ceux qui sont le plus touchés notamment au niveau de la perméabilité ce qui est cohérent avec leur prise de masse conséquente. L'ordre des échantillons les plus dégradés est le même que celui de la prise de masse.

4.4.4 Conclusion

Les observations au MEB nous permettent de confirmer la présence d'ettringite différée dans les échantillons traités thermiquement. Les échantillons réalisés avec les liants F et G sont massivement touchés par la DEF. Tous les échantillons traités à 80°C ont développé de la DEF. Aucune expansion conséquente n'a cependant été notée comme cela a été le cas avec les échantillons des bétons de masse. La présence de bulles d'air protège les échantillons des dommages liés à la DEF (jusqu'à un certain stade) mais empêche la mesure d'allongement d'être révélatrice de ce phénomène. La prise de masse permet cependant le bon suivi du phénomène. En effet, l'ettringite précipite favorablement dans les fissures et les bulles d'airs, ce qui ne

génère pas d'expansion, mais qui affecte la distribution du réseau de bulles d'air et potentiellement sa durabilité au gel-dégel. Il est aussi possible que cette phase sans expansion soit juste une phase transitoire. En effet, après avoir rempli toutes les bulles d'air et les fissures, la DEF générerait d'expansion. Pour ce test, la prise de masse ralentit après 100 jours sans pour autant générer d'expansion. On peut donc conclure que le processus de DEF s'est terminé avant de remplir toutes les bulles d'air.

La comparaison des analyses des propriétés mécaniques entre les références et les essais montrent bien une dégradation de la plupart des échantillons mais certains sont plus touchés que d'autres. Il y a bien une certaine corrélation entre la prise de masse et la dégradation des propriétés mécaniques.

Le traitement thermique à 80°C pendant une heure a donc déclenché de la DEF pour tous les liants. Cependant, ceux qui ont une prise de masse inférieure à 0,5 % semblent peu dégradés et conservent des propriétés mécaniques satisfaisantes.

4.5 Résultats de la méthode développée pour cette étude avec traitement à 75°C

Lors de ce test, les échantillons ont subi des traitements à 75°C pendant 2 heures, 4 heures et 6 heures. Le refroidissement se fait en deux étapes pour se rapprocher du refroidissement que l'on peut trouver dans l'industrie de la préfabrication : 10 heures à $T_{\max} - 20^{\circ}\text{C}$, puis à 38°C jusqu'à ce que le cœur des échantillons soit à $\sim 40^{\circ}\text{C}$. Enfin, deux cycles de mouillage/séchages permettent d'accélérer le processus de formation d'ettringite différée.

4.5.1 Mesures d'allongement et de gain de masse

Comme observé dans les essais précédents, les bétons n'ont pas démontré d'allongement significatif. Une nouvelle fois les mesures de masse montrent certains liants plus touchés que d'autres.

Le liant E est un des liants qui réagit le mieux à ce traitement, la prise des échantillons traités est inférieure à 0,5% (figure 4-19). Les échantillons traités pendant 2 heures, 4 heures et 6 heures réagissent de la même façon, la prise de masse est la même. Le même phénomène est observable sur les échantillons qui ont plus réagi comme le montre la figure 4-20. Une prise de masse de près de 1% est observable sur les échantillons fabriqués à partir du liant H. Les graphiques des autres liants sont dans l'annexe 6. Le tableau 4-13 résume les résultats obtenus pour ce test.

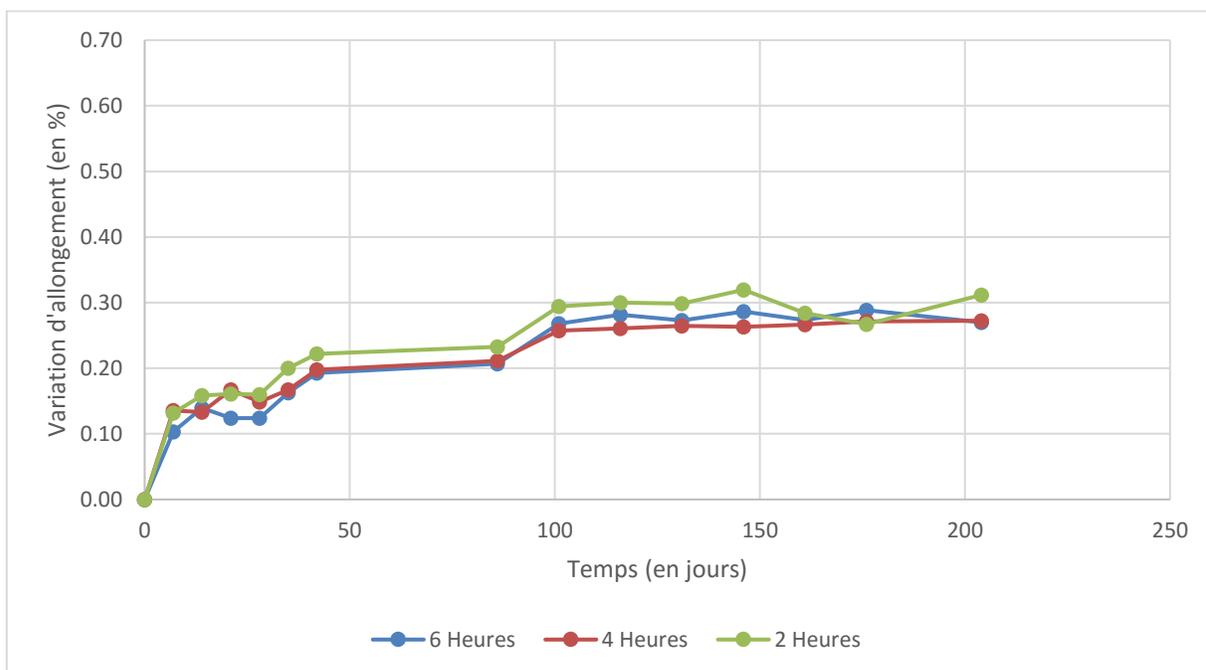


Figure 4-19 : Variation de masse pour le liant E traitement à 75°C pendant 2h, 4h, 6h

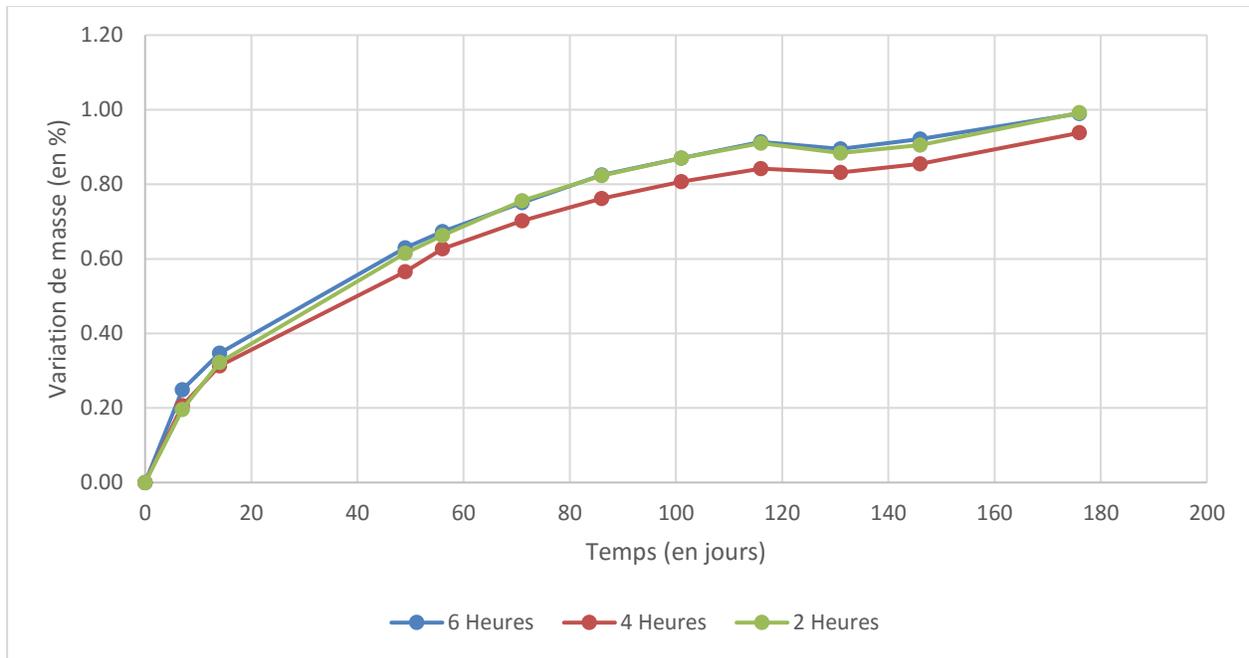


Figure 4-20 : Variation de masse pour le liant H traitement à 75°C pendant 2h, 4h, 6h

Tableau 4-13 : Résumé des résultats de l'allongement et de la masse pour le test à 75°C pour les préfabriqués

Liant	A	B	C	D	E	F	G	H
Allongement 2h (%)	0,015	0,002	0,011	0,022	0,011	0,015	0,020	0,011
Variation de masse 2h (%)	0,35	0,36	0,33	0,56	0,31	0,69	0,94	0,99
Allongement 4h (%)	0,012	0,005	0,010	0,022	0,012	0,013	0,020	0,016
Variation de masse 4h	0,33	0,35	0,38	0,55	0,27	0,69	0,99	0,94
Allongement 6h (%)	0,012	0,011	0,008	0,023	0,014	0,009	0,009	0,138
Variation de masse 6h (%)	0,34	0,32	0,34	0,62	0,27	0,76	0,99	0,99

Les résultats en rouge indiquent une prise de masse supérieure à 0,5%. Pour tous les liants, les résultats obtenus entre 2 et 6 heures sont équivalents. Certains liants ont une prise de masse supérieure à 0,7% : les liants F, G, H. Ces liants sont ceux qui ont donné les moins bons résultats sur les autres traitements thermiques. Une tendance semble se dégager. Les liants ternaires ainsi que le liant E sont ceux qui ont la prise de masse la plus faible et sont donc en théorie ceux qui

ont formé le moins d'ettringite. L'observation au MEB des échantillons nous permettra de confirmer cette hypothèse.

4.5.2 Observation au MEB

Une nouvelle fois les échantillons ayant une prise de masse supérieure à 0,7 ont développé beaucoup de DEF. Par exemple, le liant F a une prise de masse juste au-dessus de 0,7%. La présence importante de DEF dans ce béton traité pendant 2 heures à 75°C est notable par MEB (figure 4-21)

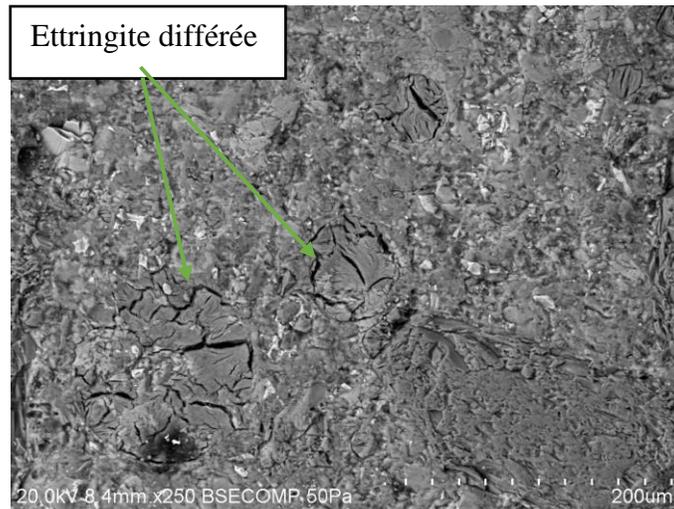


Figure 4-21 : Observations au MEB d'un échantillon traité pendant 2 heures à 75°C Liant F

Au contraire, les échantillons qui ont une prise de masse inférieure à 0,5% sont moins touchés par la formation différée d'ettringite. La figure 4-22 montre la présence rarissime de DEF dans le béton fabriqué avec le liant E avec un traitement de 2 heures à 75°C.

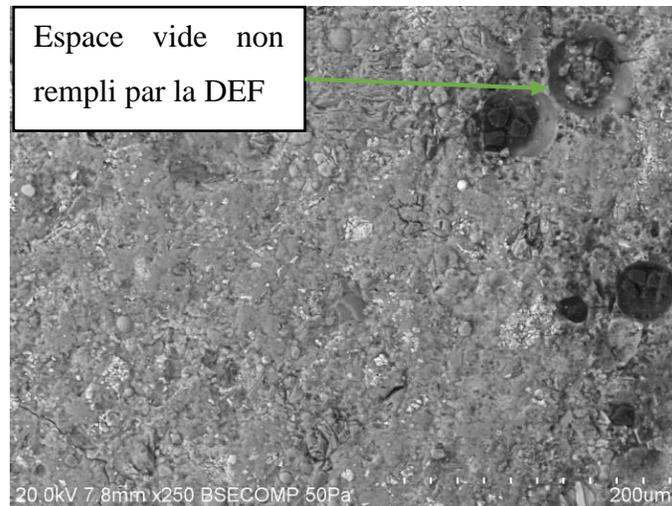


Figure 4-22 : Observations au MEB d'un échantillon traité pendant 2 heures à 75°C Liant E

4.5.3 Conclusion

Tous les liants n'ont pas réagi de la même manière. Une nouvelle fois les liants F et G ont produit beaucoup de DEF. La DEF est détectable par l'important gain de masse supérieur à 0,7% et par observation au MEB. Le liant H a lui aussi montré une importante dégradation. Les liants ternaires quant à eux ont formé peu de DEF, ce qui confirme leur propension à résister aux traitements thermiques. Par contre, les échantillons ont réagi de la même façon qu'ils soient traités pendant 2, 4 ou 6 heures, c'est-à-dire que si un liant ne réagit pas après deux heures, il ne réagit pas non plus même après un traitement de 6 heures.

Ce test a aussi permis de confirmer les résultats entrevus précédemment concernant les paliers de prise de masse. En effet, les échantillons ayant une prise de masse inférieure à 0,5% montrent peu d'ettringite différée au MEB. Par contre, ceux qui ont une prise de masse supérieure à 0,7% ont quant à eux la majorité des bulles d'air et des vides remplis.

4.6 Résultats de la méthode développée pour cette étude avec traitement à 80°C

À 80°C, les essais ont été réalisés selon les mêmes procédures et durées de palier utilisées à 75°C.

4.6.1 Mesures d'allongement et de masse

Le traitement étant plus sévère, plusieurs liants qui n'avaient pas pris une masse importante lors du test précédent ont, cette fois-ci, développé beaucoup de DEF. Le liant E est notamment dans ce cas. Comme le montre la figure 4-23, son traitement à 80°C pendant 2, 4 et 6 heures produit un gain de masse supérieur à 0,70%.

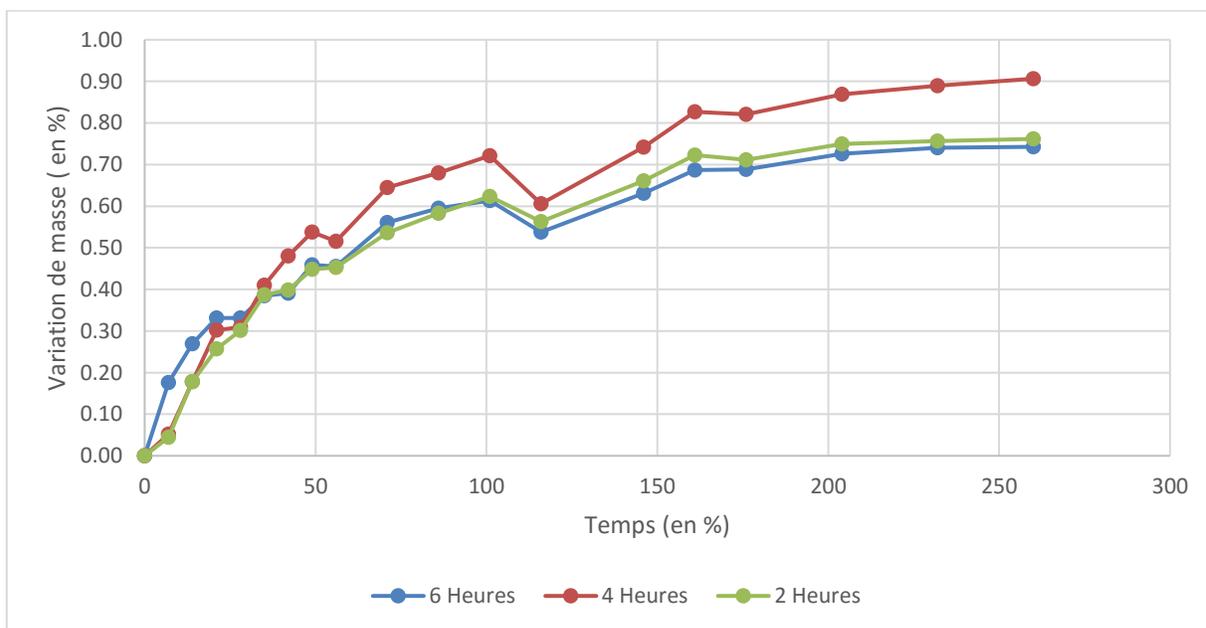


Figure 4-23 : Variation de masse pour le liant E traitement à 80°C pendant 2h, 4h, 6h

Même les liants ternaires qui, pour les autres tests, ont une prise de masse faible, dépassent 0,5%. Le liant B est celui qui réagit le mieux aux traitements thermiques, mais dans le cas de cette cure, il développe 0,5% (Figure 4-24). Les autres courbes sont présentées à l'annexe 5.

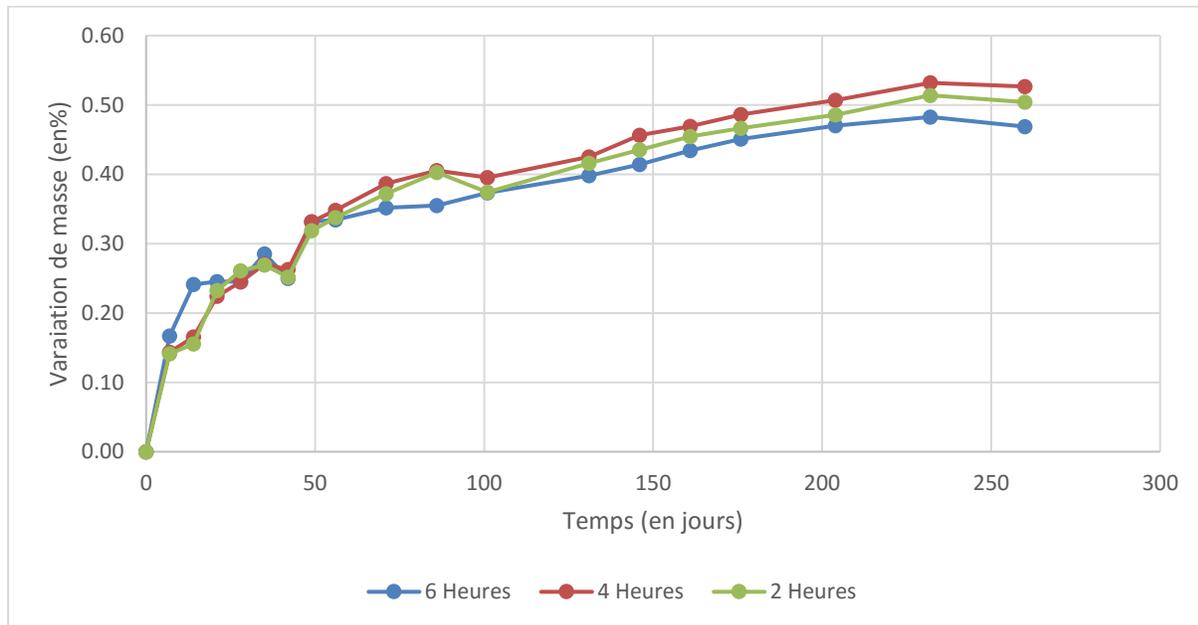


Figure 4-24 : Variation de masse pour le liant B traitement à 80°C pendant 2h, 4h, 6h

Le tableau 4-14 montre bien que tous les liants ont une prise de masse plus importante avec ce traitement. Seuls les liants A et B ont une prise de masse inférieure à 0,7%.

Tableau 4-14 : Résumé des résultats de l'allongement et de la masse pour le test à 80°C pour les préfabriqués

Liant	A	B	C	D	E	F	G	H
Allongement 2h (%)	0,094	0,025	0,017	0,022	0,013	0,026	0,195	0,024
Variation de masse 2h (%)	0,53	0,5	0,78	0,93	0,76	0,71	0,83	0,84
Allongement 4h (%)	0,012	0,021	0,017	0,021	0,012	0,159	0,024	0,016
Variation de masse 4h (%)	0,54	0,53	0,76	0,84	0,91	0,73	0,79	0,87
Allongement 6h (%)	0,010	0,022	0,017	0,017	0,015	0,014	0,027	0,024
Variation de masse 6h (%)	0,46	0,47	0,75	0,86	0,74	0,81	0,73	0,91

4.6.2 Conclusion

Tous les liants ont une prise de masse supérieure à 0,5%. Seuls les liants A et B n'atteignent pas 0,7%. Cela confirme que les liants ternaires réagissent mieux que les binaires même si le liant A comporte moins d'ajouts cimentaires.

Ce traitement est trop sévère pour la majorité des liants. Il n'est pas recommandé pour la préfabrication car il engendrerait des dommages pour les pièces ayant subi ce traitement.

En le comparant avec les autres essais, ce traitement est celui qui a donné le plus de liants réactifs c'est-à-dire qui ont un gain de masse supérieur à 0,70%. Ceci est assez logique car c'est le traitement ayant la température de cure la plus haute. En effet, lors du test pour les bétons de masse les échantillons sont chauffés sans jamais dépasser 80°C. La température ne reste que peu de temps au-dessus de 78°C. Dans le cas de ce test, la température de palier se situait au-dessus de 80°C, entre 80°C et 82°C.

4.7 Résultats de la méthode de l'UdeS pour les bétons préfabriqués – Mortier avec cycles de mouillage/séchage

Pour déterminer la réponse d'un liant à un traitement thermique, l'utilisation de mortier est courante mais comme le précise Amine (44) peu d'études ont été réalisées pour vérifier la corrélation entre les résultats sur mortier et ceux sur béton. Cependant, il est souvent énoncé que les tests sur mortier sont plus sévères car ils ne possèdent pas d'air entrainé et de zone de transition créée par les gros granulats. Cependant, Amine, dans son étude, constate que l'expansion finale est plus faible sur mortier. Il est donc nécessaire d'analyser attentivement les résultats liés aux études sur mortier. Les mortiers sont sans air entrainés.

4.7.1 Mesures d'allongement et de masse

Encore une fois tous les liants ne réagissent pas de la même façon aux traitements thermiques. Certains échantillons ont subi un échauffement à 70°C pendant 11h, d'autres ont été chauffés à 90°C pendant 10h. Les liants qui ont le plus réagi sont les mêmes que précédemment c'est à dire les liants F et G. Les graphes des liants qui ne présentent pas d'expansion sont présentés à l'annexe 7. Les figures 4-25 et 4-26 présentent les résultats d'allongement et de prise de masse du liant G.

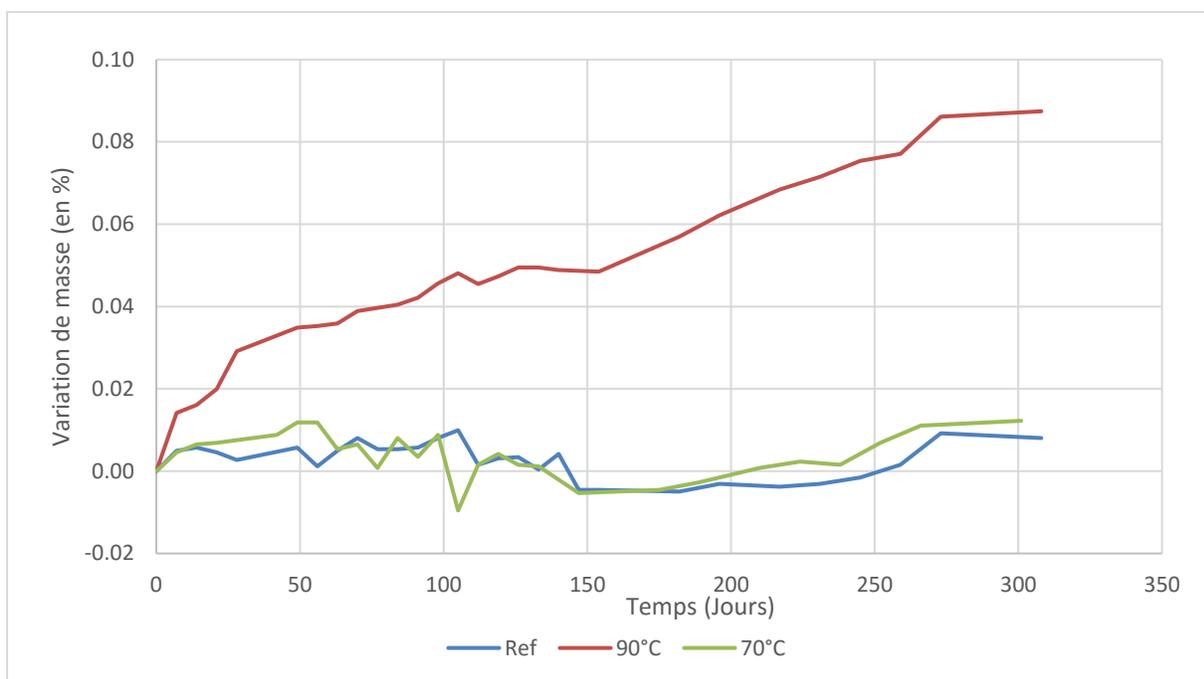


Figure 4-25 : Allongement des échantillons réalisés avec le liant G et E/C 0,45 avec superplastifiant

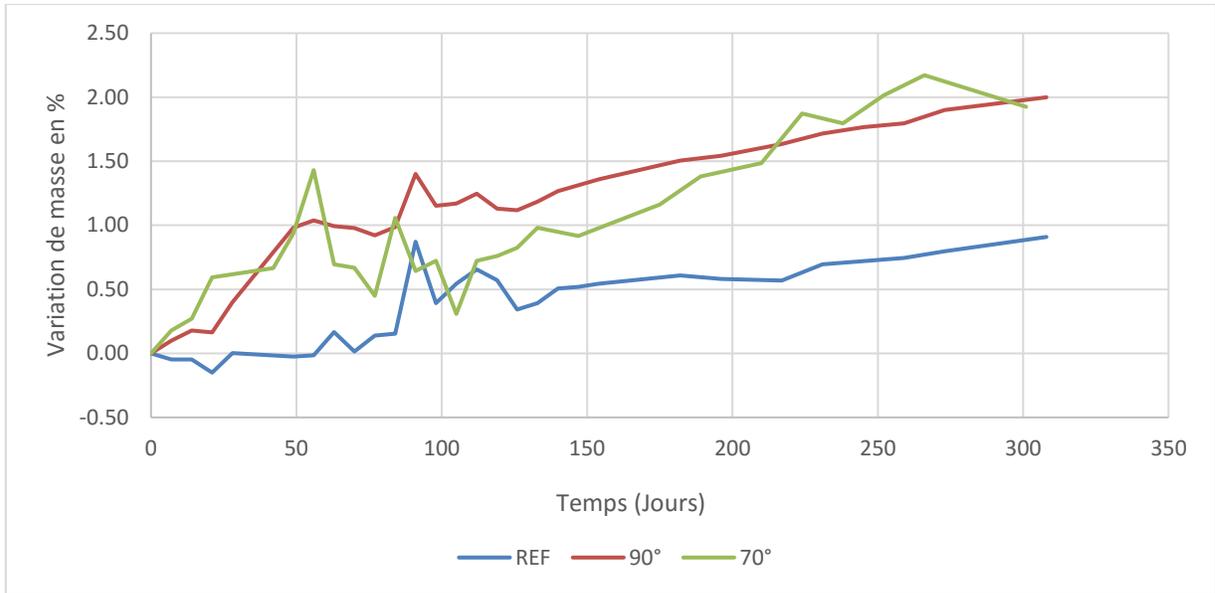


Figure 4-26 : Variation de masse des échantillons réalisés avec le liant G et E/C 0,45 avec superplastifiant

Les figures 4-27 et 4-28 présentent quant à elles les résultats d'allongement et de prise de masse du liant F.

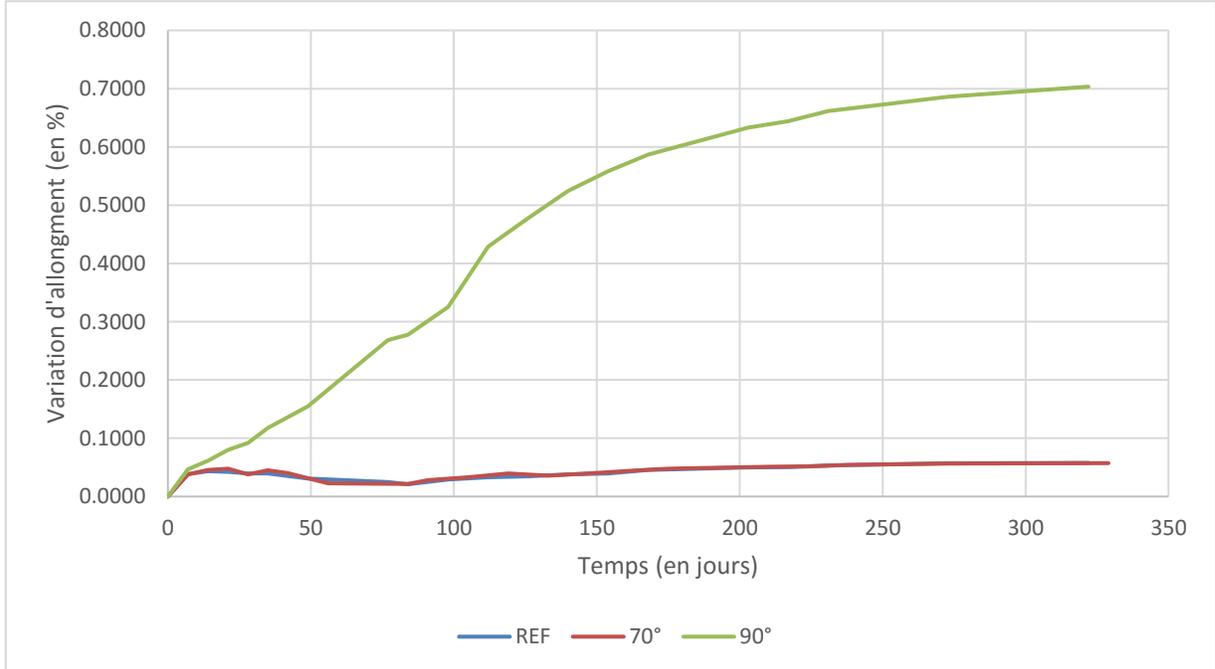


Figure 4-27 : Allongement des échantillons réalisés avec le liant F et E/C 0,45 avec superplastifiant

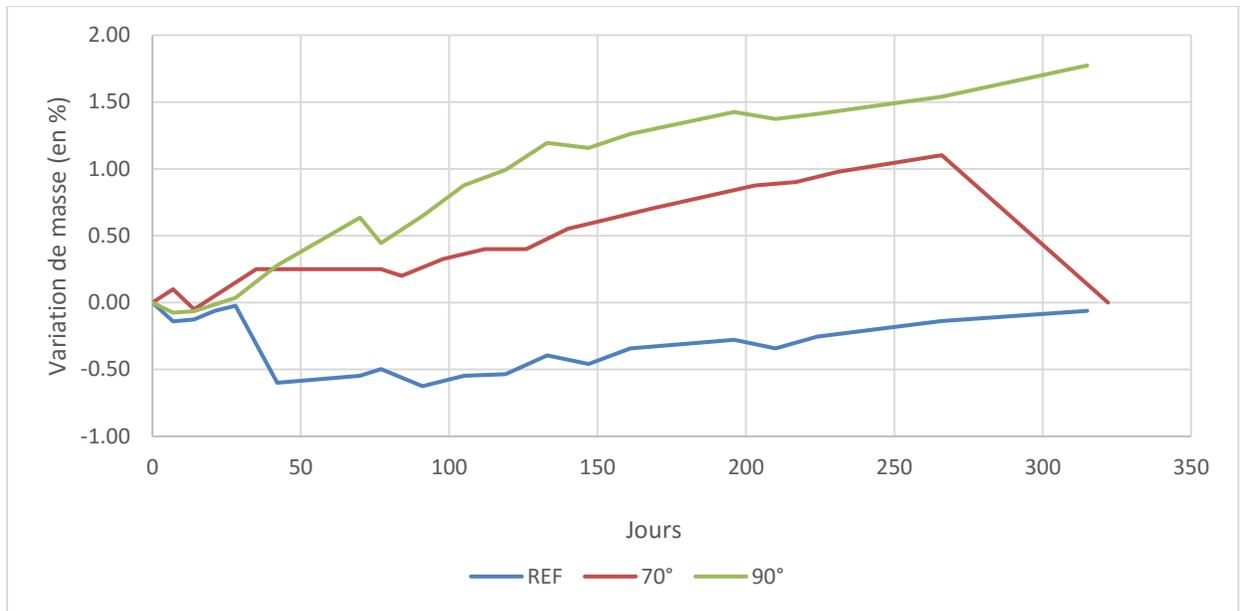


Figure 4-28: Variation de masse des échantillons réalisés avec le liant F et E/C 0,45 avec superplastifiant

Pour les essais sur béton, ce sont les courbes de gain de masse qui nous ont permis de détecter les échantillons les plus touchés. Pour les essais sur mortier, ce sont les courbes d’allongement qui ont permis de révéler la présence de DEF, les courbes de gain de masse ne sont pas révélatrices. Le tableau 4-15 résume les résultats d’allongement et de prise de masse pour tous les liants. Il est possible que l’absence d’air entrainé dans les mortiers soit à l’origine du phénomène.

Tableau 4-15 : Résumé des résultats pour la méthode de l’UdeS avec cycles de mouillages/séchages

Liant	A	B	C	D	E	F	G	H
Variation d’allongement (REF) (%)	0,015	0,021	0,009	-0,020	0,012	0,019	0,008	0,009
Variation de la masse (%) REF	-0,111	0,720	-1,483	1,737	-0,623	-0,061	0,910	0,078
Variation d’allongement (70°C) (%)	0,019	0,022	0,016	-0,012	0,012	0,019	0,012	0,021
Variation de la masse à 70°C (%)	0,209	1,059	-0,687	2,367	-0,780	1,103	1,92	1,080
Variation d’allongement (90°C) (%)	0,014	0,037	0,035	0,035	0,026	0,657	0,087	0,029
Variation de la masse à 90°C (%)	1,711	1,226	1,057	2,125	0,319	1,773	2	0,584

Les résultats semblent tout de même cohérents par rapport au test précédent sur béton car ce sont les mêmes liants qui se sont montrés très réactifs. Le traitement à 90°C pendant 10 heures étant plus sévère, il est assez logique de trouver de l'expansion pour les liants F et G. Cependant, les résultats obtenus sur les autres liants soulèvent plus de questions car même pour le traitement à 90°C l'expansion mesurée est assez en deçà de la limite à 0,1% prescrites par certains auteurs (20). L'observation au MEB doit nous permettre de valider ou non cette limite.

4.7.2 Observation au MEB

Les analyses au MEB de tous les échantillons de référence sont identiques. Ces échantillons ne montrent aucun signe DEF comme on peut le voir sur les figures 4-29 et 4-30.

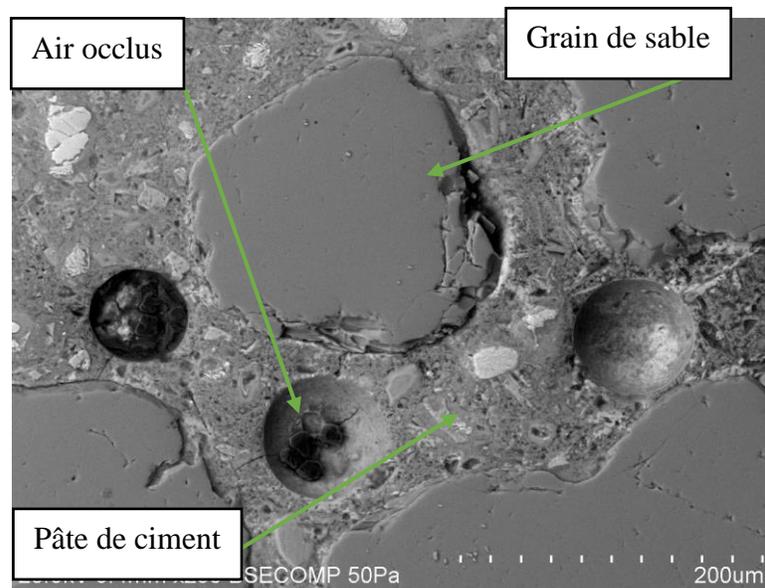


Figure 4-29 : Analyse au MEB d'un échantillon référence liant G

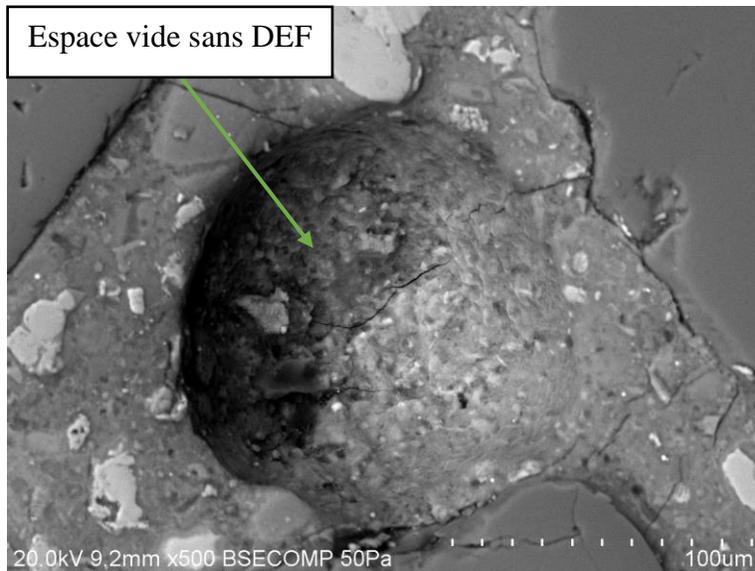


Figure 4-30 : Analyse au MEB d'un échantillon référence liant H

Par contre, tous les échantillons traités à 90°C montrent de la DEF. Évidemment les liants F et G sont plus remplis, mais contrairement à ce qu'on pouvait penser en analysant les courbes d'allongement, les autres liants génèrent de l'ettringite différée lorsqu'ils sont traités à 90°C. Ce résultat semble tout de même logique vu la sévérité du traitement. On peut donc d'ores et déjà affirmer que la limite de 0,1% à partir de laquelle un échantillon de mortier peut être considéré à risques n'est pas représentative dans notre cas. Par exemple, les échantillons réalisés avec le liant A traités à 90°C ont une expansion finale de 0,0142% bien en dessous de la limite à 0,1% et pourtant comme le montre la figure 4-31, la DEF s'est formée.

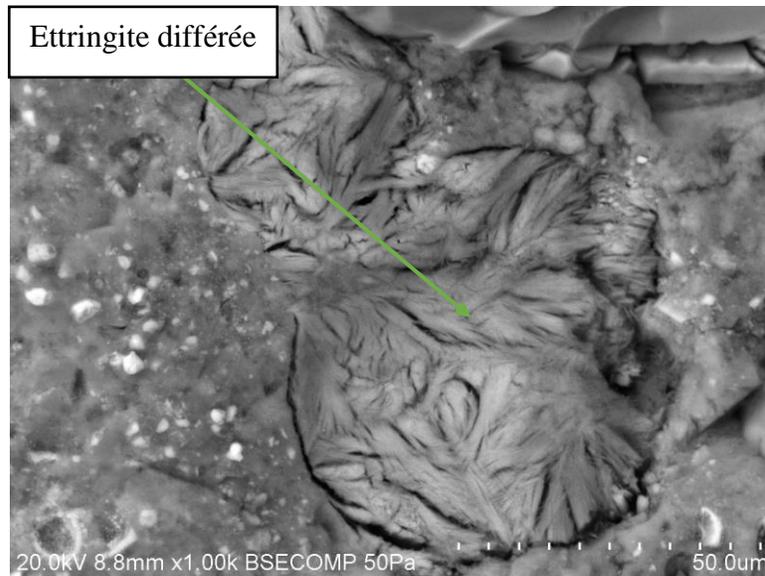


Figure 4-31: Analyse au MEB d'un échantillon traité à 90°C liant A

4.7.3 Conclusion

Dans les mortiers, les échantillons de référence n'ont pas du tout montré d'ettringite différée. L'expansion mesurée sur les échantillons traités à 90°C pendant 10 heures est bien provoquée par la DEF. D'après cette méthode, un traitement de 90°C pendant 10 heures est très agressif pour tous les liants car il y a la présence de DEF dans tous les échantillons traités.

Pourtant la plupart des échantillons avaient une expansion faible, loin de la limite de 0,1%. De plus, certains échantillons références ont subi une expansion plus grande que des échantillons touchés par la DEF. Seuls les liants F et G se sont démarqués en ayant un gonflement important proche de cette valeur limite.

Donc, tous les échantillons traités thermiquement sont touchés mais à des degrés différents. En effet, l'observation au MEB a montré que le liant F et G sont massivement touchés alors que les autres le sont moins.

4.8 Résultats de la méthode de l'UdeS pour les bétons préfabriqués – Mortier avec cycles thermiques

Ces essais ont été réalisés avec le même traitement thermique, mais avec un post-traitement de cycles thermiques au lieu de cycles de mouillage-séchage. Le but des cycles thermiques (de 10 à 50°C) est de créer des microfissures afin d'accélérer la réaction de reformation de l'ettringite. On peut donc s'attendre à des valeurs d'expansion un peu plus faible que pour la méthode précédente car l'ettringite risque de précipiter dans ces fissures, et ne générera de l'expansion qu'une fois les fissures remplies.

4.8.1 Mesures d'allongement et de masse

Les mesures de prise de masse ne sont pas très représentatives d'une quelconque tendance, donc seuls les graphes d'allongement vont être considérés. Les résultats sont assez différents car cette fois-ci le liant G ne réagit pas de la même façon. En effet, il ne génère pas d'expansion notable (figure 4-32)

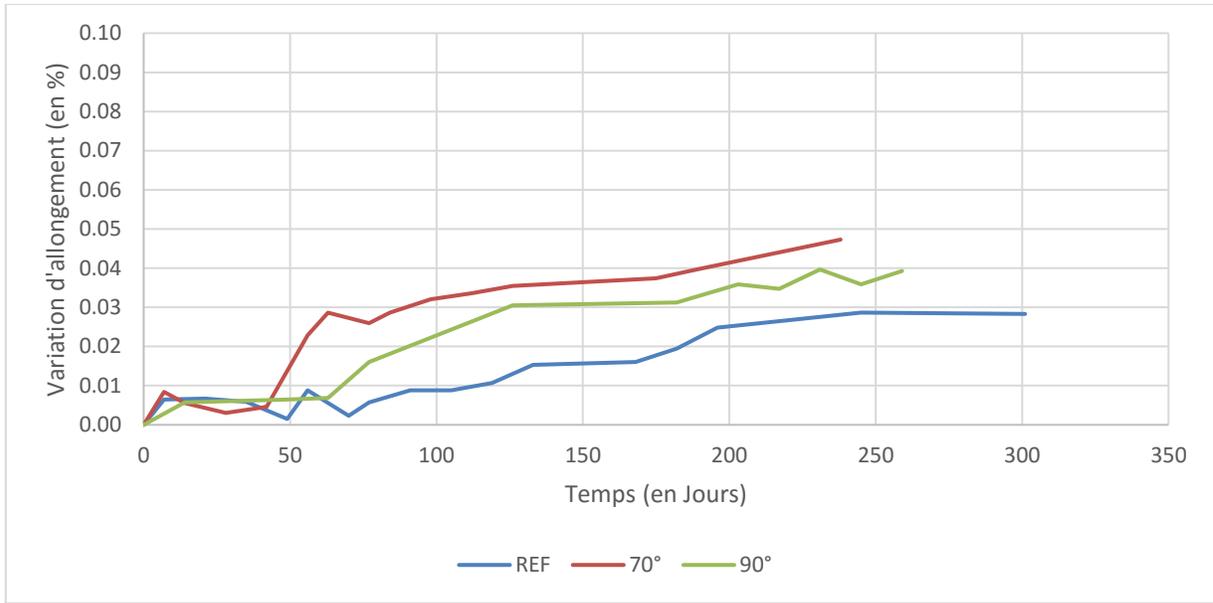


Figure 4-32 : Allongement des échantillons réalisés avec le liant G et E/C 0,45 avec superplastifiant

Le liant G ne présente pas d'expansion même pour les échantillons traités à 90°C. Les cycles thermiques ont peut-être généré trop de fissures qui ont limité l'expansion due à la DEF. Il est du coup important de vérifier la présence ou non d'ettringite au MEB.

Encore plus étonnant, le liant H qui n'avait pas montré d'expansion pour le test précédent en cycles mouillage-séchage a cette fois-ci montré de l'expansion peut-être due à de la DEF figure 4-33. Le liant F présente quant à lui un comportement similaire à celui observé précédemment comme le montre la figure 4-34.

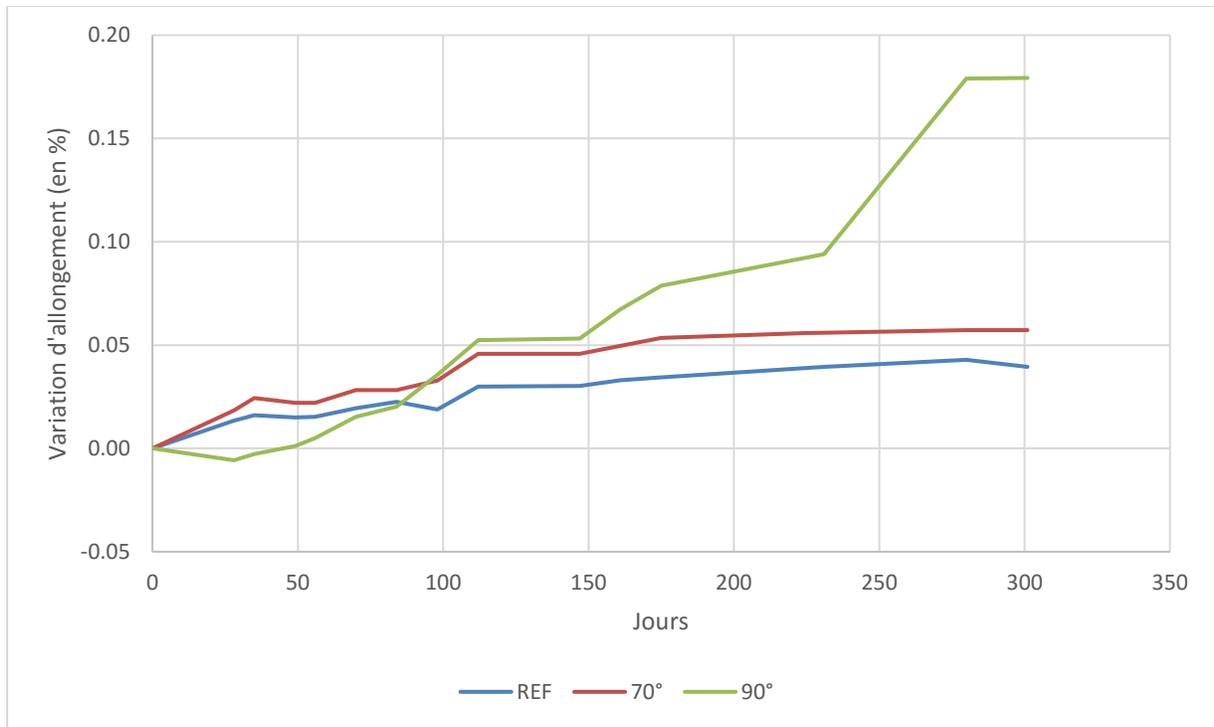


Figure 4-33 : Allongement des échantillons réalisés avec le liant H et E/C 0,45 avec superplastifiant

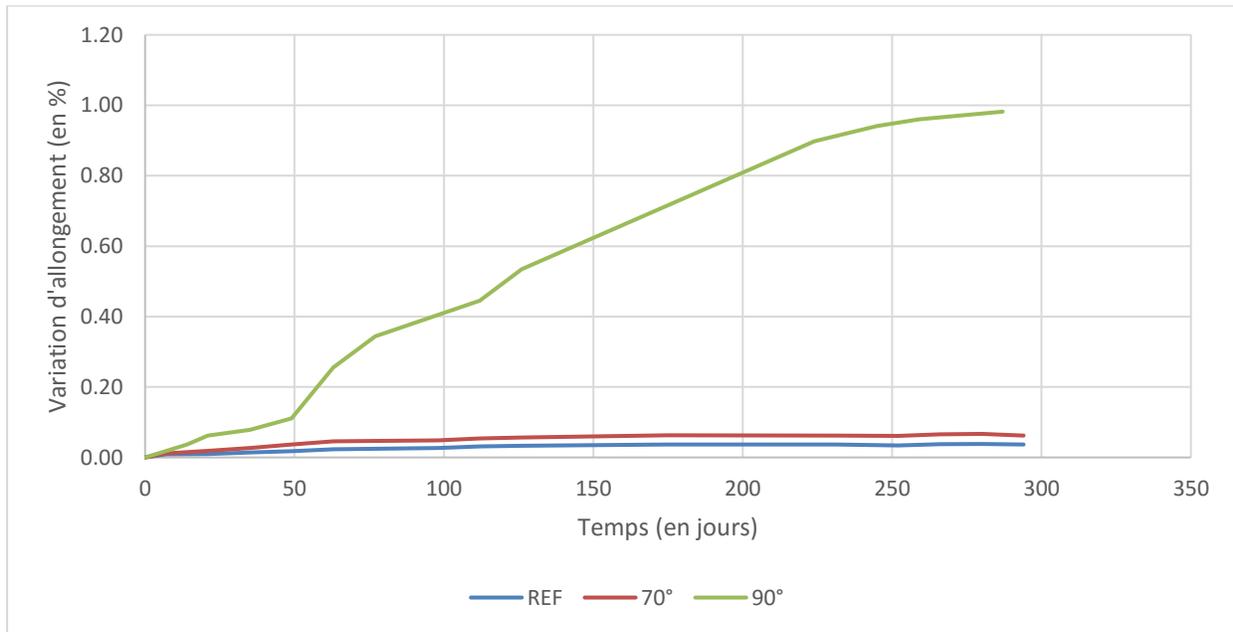


Figure 4-34 : Allongement des échantillons réalisés avec le liant F et E/C 0,45 avec superplastifiant

Les autres liants présentent un allongement plus important que lors du test précédent en cycle mouillage-séchage notamment sur les échantillons référence et les échantillons traités à 70°C. Certains liants (D et E) montrent quelques différences entre les barres traitées à 90°C et les autres sans pour autant s’approcher de la limite sécuritaire d’expansion de 0,1% (tableau 4-16).

Tableau 4-16 : Résumé des résultats d’allongement et de masse pour les mortiers avec cycles thermiques

Liant	A	B	C	D	E	F	G	H
Allongement en % (REF)	0,039	0,031	0,0393	0,025	0,044	0,037	0,028	0,039
Variation de la masse (%) REF	0,715	1,267	0,712	0,265	-1,075	0,582	0,377	-0,623
Allongement en % (70°C)	0,038	0,030	0,038	0,045	0,047	0,062	0,047	0,057
Variation de la masse (% à 70°C)	1,496	0,565	1,470	0,805	0,900	0,323	0,492	0,461
Allongement en % (90°C)	0,042	0,044	0,052	0,076	0,068	0,982	0,0393	0,179
Variation de la masse (% à 90°C)	1,487	2,162	1,818	1,195	0,627	2,646	1,041	-0,551

Les échantillons références subissent une certaine expansion à cause de ces cycles thermiques. Les allongements observés sont autour de 0,03% ce qui est supérieur à l’allongement de certains échantillons traités à 90°C lors du test avec cycle de mouillage/séchage. Ainsi, il est fortement probable d’observer au MEB de la DEF même sur les échantillons références.

4.8.2 Observation au MEB

Tous les échantillons de référence montrent une certaine expansion. Sur la figure 4-35, on peut constater au MEB de la DEF en quantité appréciable sur un échantillon référence. Soulignons que tous les échantillons de référence en ont présenté. La même chose est observable pour un échantillon référence du liant E, sur la figure 4-36.

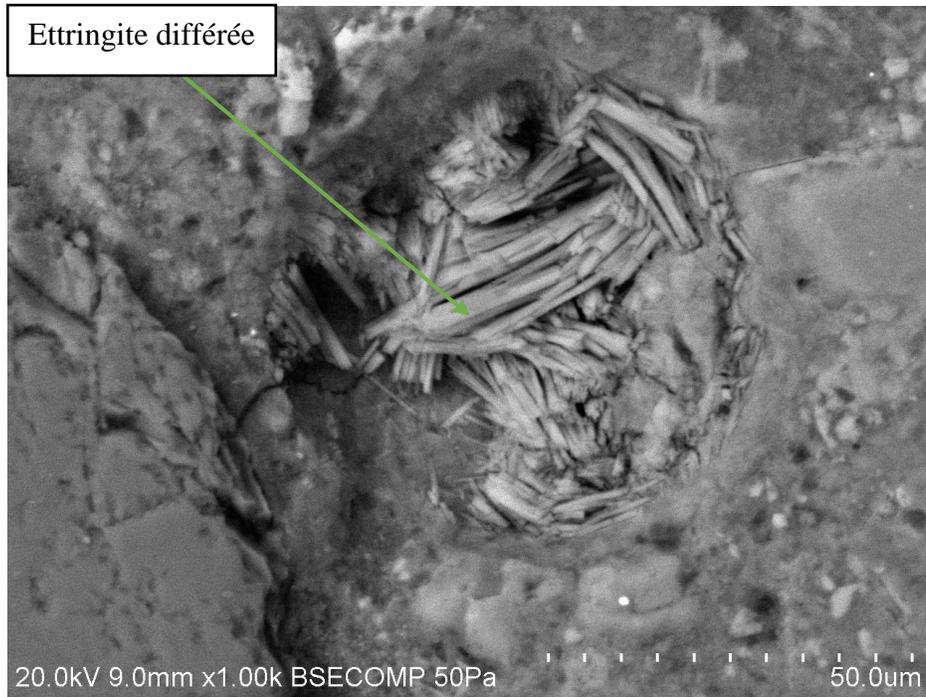


Figure 4-35 : Observation au MEB d'un échantillon référence du liant H

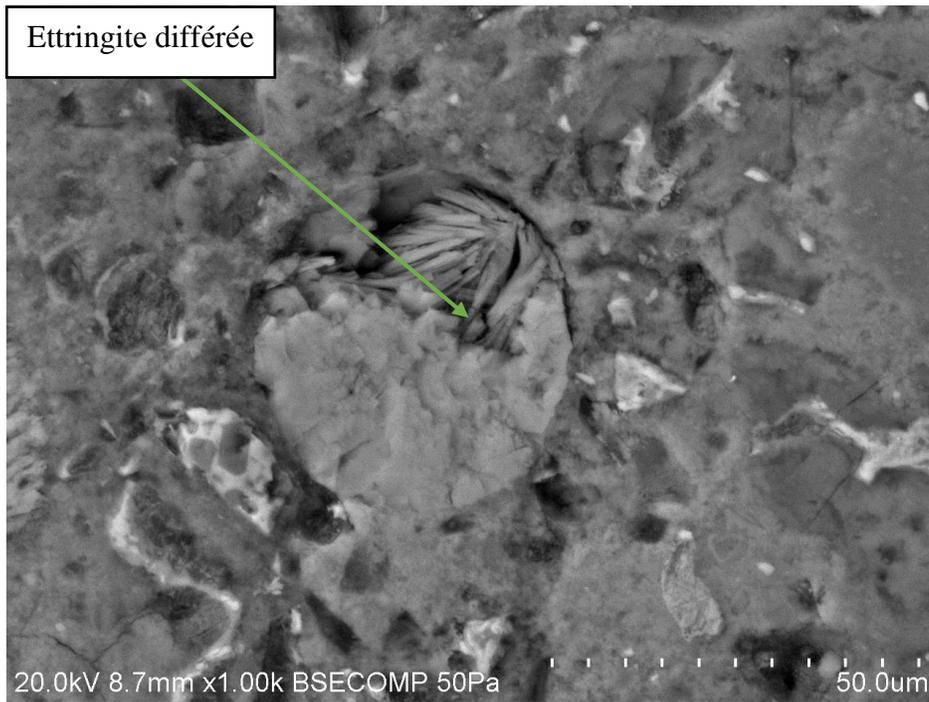


Figure 4-36 : Observation au MEB d'un échantillon référence du liant E

4.8.3 Conclusion

Les résultats divergent entre les deux méthodes sur mortier qui sont pourtant assez similaires. Le cycle thermique ne chauffe que jusqu'à 50°C, pourtant, il semble déclencher de la DEF même pour les échantillons références. Les différences trouvées avec Petrov lorsqu'il a utilisé cette méthode peuvent peut-être s'expliquer par le fait que les cycles étaient effectués manuellement de notre part; il est donc possible que plusieurs jours à 50°C puissent déclencher de la DEF. De plus, le thermocouple qui mesure la température dans la chambre est éloigné des radiateurs et donc la température n'était peut-être pas uniforme dans la chambre.

Étant donné qu'une quantité appréciable de DEF était présente dans les échantillons de référence, la méthode par cycles thermiques ne permet pas de définir si un liant est propice ou non à la formation de la DEF.

5 Analyse et discussion

Suite aux résultats obtenus, il semble nécessaire de comprendre pourquoi certains liants produisent plus de DEF que d'autres tout en ayant subi le même traitement thermique. Comprendre l'origine de ce phénomène, dans la composition chimique des liants, permettrait de fabriquer des liants peu sensibles à la DEF, c'est à dire des liants qui pourront subir des cures thermales plus sévères sans pour autant compromettre la durabilité des ouvrages.

Rappelons aussi que le but de ce projet est d'établir la limite sécuritaire acceptable à ne pas dépasser pour des mélanges types V-S et V-P réalisés avec les cinq liants binaires et les trois liants ternaires

Enfin, plusieurs méthodes ont été testées, dont certaines ont été développées pour cette étude. Cela a permis de faire une analyse des différentes méthodes afin de proposer des méthodes efficaces au Ministère des Transports du Québec.

5.1 Mise en place de niveaux de précaution des bétons de masse V-S et préfabriqués V-P

Lors de l'observation au microscope électronique à balayage, certains échantillons se démarquaient par la quantité de DEF. Les échantillons traités ont pu être rangés en trois catégories suivant le niveau d'attaque :

- Niveau A : les échantillons ne présentent peu ou pas de DEF. Seules quelques traces d'ettringite peuvent être repérées au MEB. Le traitement thermique ne les a pas dégradés, ils ne présentent donc aucun risque pour la structure.

- Niveau B : niveau intermédiaire où la quantité de DEF peut être problématique. Les bulles d'air et les vides ne sont pas totalement remplis mais l'ettringite est observable facilement au MEB. Les liants présentant ce niveau à l'issue du traitement thermique ne doivent pas être utilisés pour des pièces structurelles ou toute autre pièce dont la dégradation serait dangereuse.
- Niveau C : tous les échantillons gravement touchés, tous les vides et les bulles d'air sont remplis d'ettringite. Les propriétés mécaniques ou de durabilité ne sont plus assurées.

Le niveau de précaution dépend du traitement appliqué aux liants. Certains traitements sont trop sévères et aucun des huit liants testés n'a permis d'attendre le niveau A ; c'est notamment le cas du traitement à 80°C pendant plus de 2 heures. Après un traitement à 80°C pendant une heure, deux liants sont de niveau C et les autres de niveau A.

5.1.1 Niveau A : Pièces présentant peu ou pas de DEF

Au cours de notre étude, plusieurs traitements ont été appliqués à nos échantillons. Les observations au MEB ont montré plusieurs échantillons peu attaqués par la DEF comme le montrent les figures 5-1 et 5-2. Après observation de tous les échantillons au MEB, les échantillons qui ont formé le moins de DEF ont été regroupés et sont notés dans le tableau 5-1.

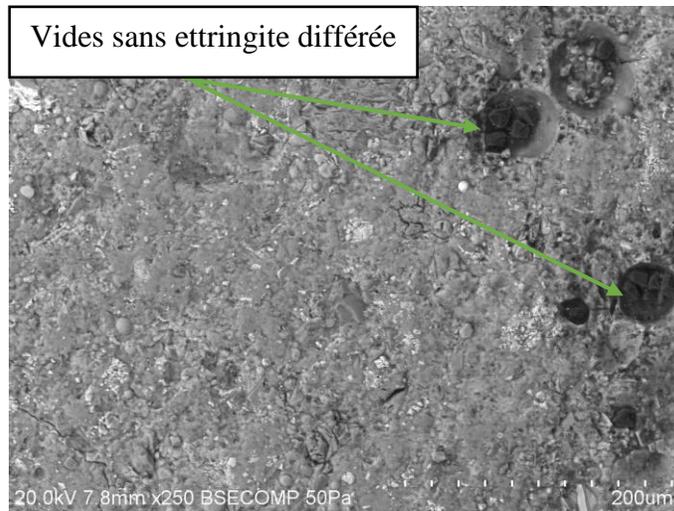


Figure 5-1 : Observation au MEB d'un échantillon du liant A traité à 75°C pendant 2 heures

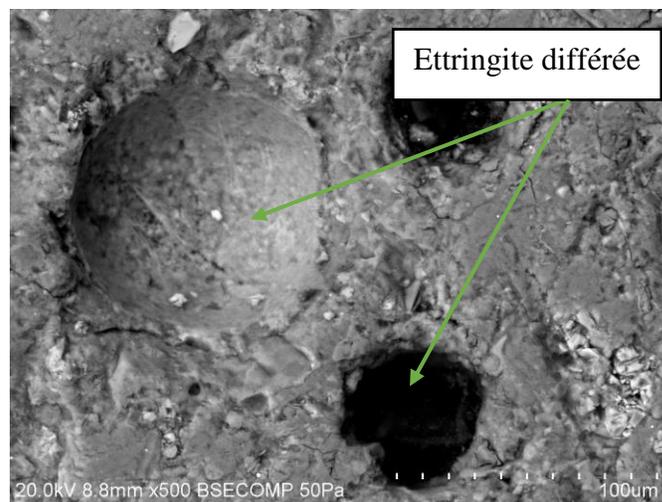


Figure 5-2 : Observation au MEB d'un échantillon du liant H traité à 80°C pendant 1 heure

Tableau 5-1 : Gain de masse des échantillons traités ayant formé peu de DEF respectant donc le Niveau A

	Bétons Préfabriqués V-P										Bétons de masse V-S			
	Traitement à 75°C pendant 2h, 4h ou 6h				Traitement à 80°C pendant 1 heure						Méthode IFSTTAR			
Liants	A	B	C	E	A	B	C	D	E	H	A	B	C	D
Gain de masse (%)	0,34	0,32	0,34	0,27	0,33	0,28	0,4	0,39	0,39	0,47	0,49	0,29	0,39	0,49

Le tableau 5-1 regroupe tous les échantillons traités thermiquement ayant formé très peu de DEF. On observe que tous les échantillons qui respectent le niveau A en ce qui concerne les observations au MEB, ont un gain de masse inférieur à 0,5%.

5.1.2 Niveau B : Pièces assez touchées par la DEF

Une nouvelle fois, les observations au MEB nous ont permis de dégager ce niveau intermédiaire. En effet, certains échantillons ont montré plus de DEF que les échantillons de niveau A mais beaucoup moins que les échantillons de niveau C comme le montre la figure 5-3. Les caractéristiques mécaniques et de durabilité ne sont pas affectées. Cependant, les pièces de niveau B sont à surveiller car en cas d'autre attaque chimique elles pourraient être endommagées plus rapidement. L'évolution de formation différée d'ettringite doit être contrôlée régulièrement par des carottages. Le tableau 5-2 montre tous les liants traités qui sont de niveau B.

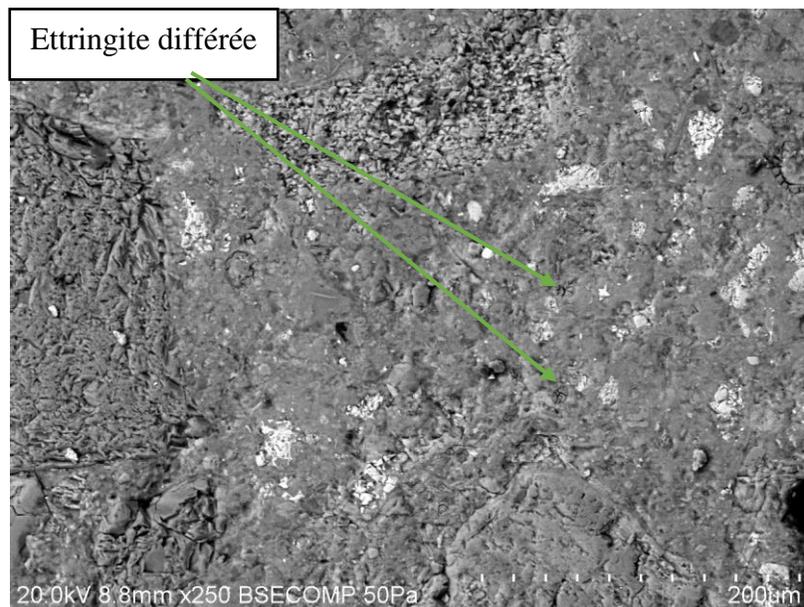


Figure 5-3 : Observation au MEB d'un échantillon du liant D traité à 75°C pendant 2 heures

Tableau 5-2 : Gain de masse des échantillons traités respectant le Niveau B

	Bétons Préfabriqués V-P			Béton de masse V-S
	Traitement à 75°C pendant 2h, 4h ou 6h	Traitement à 80°C pendant 2h, 4h ou 6h		Béton de masse méthode LCPC
Liant	D	A	B	H
Gain de masse (%)	0,57	0,51	0,5	0,54

Ces échantillons ont une prise de masse comprise à 0,5% et 0,7%. Des pièces de niveau B ne peuvent pas être utilisées pour des ouvrages exceptionnels comme les ponts, barrages, tunnels.

5.1.3 Niveau C : Pièces présentant beaucoup de DEF

Certains échantillons ont montré beaucoup de DEF. La plupart des bulles d'air et des vides sont remplis d'ettringite différée comme le montrent les figures 5-4 et 5-5. Le tableau 5-3 résume tous les liants traités qui ont été regroupés dans le niveau C.

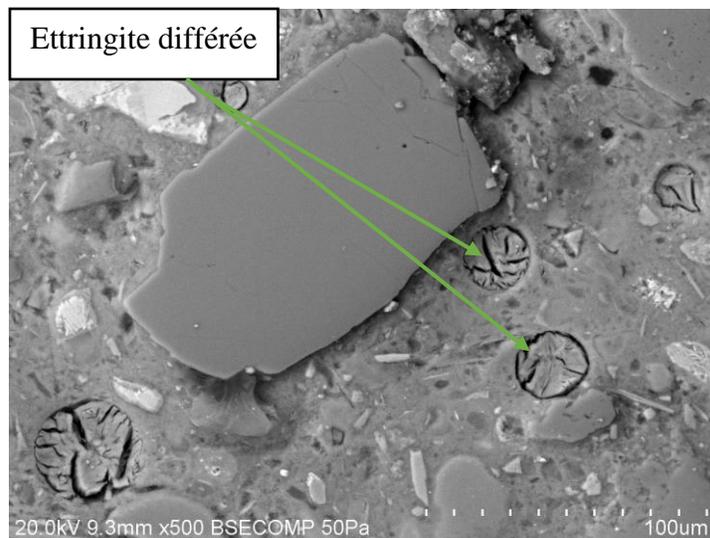


Figure 5-4 : Observation au MEB d'un échantillon du liant G traité selon la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

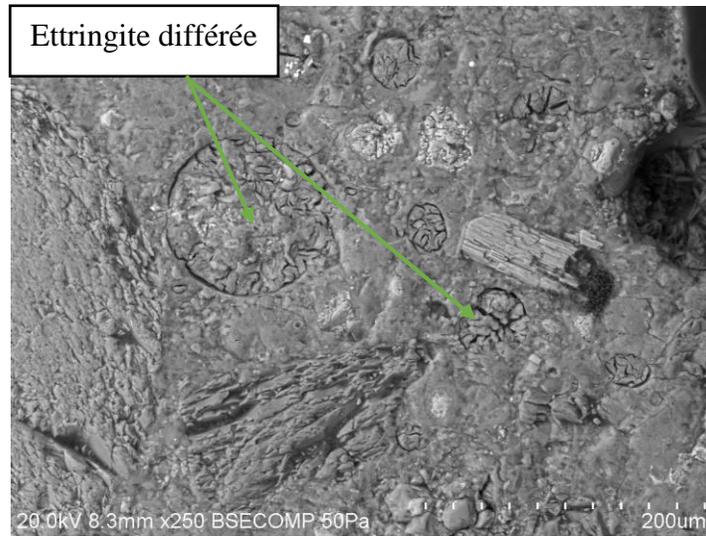


Figure 5-5 : Observation au MEB d'un échantillon du liant H traité à 75°C pendant 2 heures

Tableau 5-3 : Gain de masse des échantillons traités de Niveau C

	Bétons Préfabriqués V-P										Bétons de masse V-S			
	Traitement à 75°C pendant 2h, 4h ou 6h			Traitement à 80°C pendant 2h ,4h ou 6h						Traitement à 80°C pendant 1h		Béton de masse méthode LCPC		
Liant	F	G	H	C	D	E	F	G	H	F	G	E	F	G
Gain de masse (%)	0,71	0,97	0,97	0,76	0,87	0,8	0,75	0,78	0,87	0,87	1,35	0,72	0,74	1,25

Tous les échantillons de niveau C ont une prise de masse supérieure à 0,70%.

5.1.4 Niveaux de précaution et gain de masse des échantillons traités

Les observations au MEB et les relevés des prises de masse sont concordants. Ainsi, il est possible de fixer des niveaux de gains de masse qui correspondent à une quantité de DEF :

- Niveau A : Gain de masse inférieur à 0,5%. Le traitement thermique n'a pas dégradé les pièces.

- Niveau B : Gain de masse compris entre 0,5 et 0,7%. Les pièces sont peu dégradées, il ne faut toutefois pas les utiliser pour des structures portantes.
- Niveau C : Gain de masse supérieur à 0,7%. Les pièces sont gravement touchées et ne doivent pas être utilisées.

5.2 Relation entre la composition chimique des liants et leurs réponses aux différents traitements

Le but de cette partie est d'établir une relation entre la composition chimique des liants et leurs réponses aux différents traitements. En effet, certains liants produisent moins de DEF malgré des traitements assez sévères, c'est notamment le cas des liants ternaires.

5.2.1 Résumé des résultats des tests

Les différents niveaux de précaution étant établis, les tableaux 5-4 et 5-5 résument les résultats des différents tests en appliquant ce système.

Les liants ternaires sont quant à eux les moins sensibles. Seul un traitement à 80°C pendant plus de deux heures déclenche une production notable de DEF, surtout pour le liant C. Pour la majorité des tests, les échantillons traités du liant B avaient le gain de masse le plus faible

Tableau 5-4 : Résumé des résultats obtenus pour les bétons de masse

	Ternaires			Binaires				
	Liant A	Liant B	Liant C	Liant D	Liant E	Liant F	Liant G	Liant H
Méthode sur prismes de béton chauffés à 80°C : LCPC	A	A	A	A	C	C	C	B
Chauffage par chaleur d'hydratation sur cube de béton : UdeS	A	A	A	A	A	A	A	A

Tableau 5-5 : Résumé des résultats obtenus pour les bétons préfabriqués

	Ternaires			Binaires				
	Liant A	Liant B	Liant C	Liant D	Liant E	Liant F	Liant G	Liant H
Méthode sur prismes chauffés à T<80°C pendant 1 heure	A	A	A	A	A	C	C	A
Traitement à 80°C 2-6h	B	B	C	C	C	C	C	C
Traitement à 75°C 2-6h	A	A	A	B	A	C	C	C

Les liants F et G sont de niveau C pour tous les traitements thermiques. Le liant H semble être le liant le plus sensible après F et G.

Le liant E est de niveau A pour plusieurs traitements. Cependant, pour le test de béton de masse sur prisme, il est de niveau C alors que le liant D est de niveau A et le liant H de niveau B. En analysant les courbes obtenues avec les thermocouples pour ce test, il est apparu que les échantillons test du liant E ont été traités au-dessus de 80°C alors que le test préconise une montée jusqu'à 80°C sans l'atteindre avant un refroidissement lent. Pour ce test, les courbes de température des autres liants sont conformes au traitement suggéré.

5.2.2 Lien entre les résultats et la composition chimique des liants

De nombreuses études ont été effectuées pour trouver un lien entre la composition chimique des liants et la formation d'ettringite différée. De nombreux éléments sont apparus comme favorisant ou, au contraire, limitant la DEF.

Le tableau 5-6 rappelle les compositions minéralogiques des liants binaires présentées dans le tableau 4-3 et les phases cristallines présentées dans le tableau 4-4. Cependant, seuls les composés et phases cristallines ayant un impact sur la DEF ont été rapportés. De plus, l'analyse s'appuiera plus sur la partie clinker (sans les ajouts cimentaires). Les nombres en rouge soulignent des caractéristiques favorables à l'apparition de la DEF alors que le vert met en avant les caractéristiques diminuant le phénomène.

Tableau 5-6 : Teneur en éléments chimiques qui ont une influence sur la DEF dans les liants binaires

	Liant D		Liant E		Liant F		Liant G		Liant H	
Amorphe (%)	N/A	20.6	N/A	18.7	N/A	19.6	N/A	22.0	N/A	19.5
Alite (%)	48.0	38.1	60.0	48.5	64.8	52.1	65.0	50.9	54.0	43.1
Belite (%)	21.2	16.8	14.4	11.7	8.0	6.6	15.8	12.3	19.1	15.6
Aluminates (%)	4.4	3.5	5.3	4.3	3.4	2.8	6.7	5.3	4.1	3.2
C₄AF (%)	12.5	10.0	14.3	11.6	13.6	10.9	2.8	2.1	11.9	9.5
SO₃ (%)		4.23		2.43		3.29		3.49		3.50
Na₂O_{eq} (%)		0.87		0.71		0.59		0.80		0.77
Blaine (m²/kg)		791		502		550		649		752
Sulfates de calcium totaux (%)	8.61	6.88	2.94	2.39	4.48	3,76	6.18	5.70	3.51	4.71
Sulfates de calcium solubles (%)	2.8	2.2	1.9	1.5	3.8	3.0	5.3	4.1	3.3	2.0
SO₃/C₃A	1,95		0,55		1,10		0,92		0,85	
SO₃ soluble/C₃A	0,63		0,36		1,12		0,79		0,8	
SO₃/Al₂O₃	2,00		0,67		0,85		1,41		0,81	
SO₃ soluble/Al₂O₃	0,65		0,43		0,86		1,21		0,76	

Il a été vu que les liants F et G étaient ceux qui généraient le plus de DEF pour tous les traitements. Le liant G a une proportion d'aluminates importante. Cependant, le liant F a une

proportion faible, ce n'est donc pas ce point qui est à surveiller. De même, pour les alcalis équivalents, F a une concentration faible.

Pour apprécier la sensibilité d'un liant à la DEF, les rapports SO_3/C_3A et SO_3/Al_2O_3 sont souvent calculés (32) (33). Mais, le liant D, malgré des rapports SO_3/C_3A et SO_3/Al_2O_3 élevé, n'a pas démontré une sensibilité pour la génération de DEF.

En adaptant le calcul aux sulfates de calcium solubles (gypse+hémihydrate), on obtient des résultats plus cohérents avec les prises de masse que l'on a mesurées. En effet, si l'on se fie au rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 , on peut classer les liants dans l'ordre suivant : G, F, H, D, E. Cet ordre décrit parfaitement la réactivité aux différents traitements.

Plus le rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 est grand, plus le liant est sensible à la DEF.

La même analyse a été faite avec les liants ternaires comme le montre le tableau 5-7.

Tableau 5-7 : Teneur en éléments chimiques qui ont une influence sur la DEF dans les ciments ternaires

	Liant A		Liant B		Liant C	
Amorphe (%)	N/A	20.3	N/A	34.7	N/A	30.5
Alite (%)	59.0	47.2	62.4	40.8	54.6	37.9
Belite (%)	15.1	12.0	13.3	8.8	12.0	8.3
Aluminates (%)	4.6	3.7	6.9	4.2	3.8	2.7
Ferrite (%)	13.8	11.0	2.5	1.6	10.5	7.3
SO₃ (%)		2.40		2.84		3.55
Na₂O_{eq} (%)		0.91		1.19		0.81
Blaine (m²/kg)	479		531	510	682	569
Sulfates de calcium totaux (%)	3.33	2.69	7.26	4.75	11.94	8.29
Sulfates de calcium solubles (%)	1.9	1.5	6.3	4.1	8.5	5.9
SO₃/C₃A	0,72		1,04		3,13	
SO₃ soluble/C₃A	0,41		0,91		2,23	
SO₃/Al₂O₃	0.50		0,81		2,1	
SO₃ soluble/Al₂O₃	0,29		0,71		1,48	

En étudiant le rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 , on aperçoit une corrélation entre une valeur élevée du rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 et une forte réactivité du liant aux différents traitements thermiques.

En effet, les liants ternaires ne se démarquent que sur un test et c'est le liant C qui forme le plus de DEF parmi les liants ternaires. C'est aussi le liant C qui a le rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 le plus grand.

Cependant, lors des différents tests le liant B était celui qui formait le moins de DEF. Pourtant, c'est le liant A qui a le rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 le plus faible. Mais le liant A a moins d'ajouts cimentaires que le liant B, ce qui peut expliquer la bonne résistance de B face à la DEF. En effet, d'une part, les ajouts cimentaires permettent de diminuer la quantité de ciment dans le mélange. D'autre part, ils diminuent la perméabilité du béton ce qui limite la pénétration d'eau et donc limite la reformation d'ettringite.

Donc, le rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 semble donc être directement lié à la capacité d'un liant à résister à un traitement thermique. Plus le rapport est faible moins le liant produira de la DEF après un traitement thermique. Cependant, les rapports SO_3 soluble/ Al_2O_3 de certains liants ternaires étaient plus élevés que ceux des binaires, ce qui suggère que les ternaires réagissent mieux que les binaires.

Ces résultats permettent de choisir le liant qui résiste le mieux aux traitements thermiques : un liant ternaire avec un rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 faible et beaucoup d'ajouts cimentaires (plus de 25% de remplacement).

5.3 Analyse des résultats sur mortiers

Dans cette partie, ne seront analysés que les résultats de la méthode avec cycles de mouillage/séchage. En effet, avec la méthode des cycles thermiques, les échantillons références ont développé de la DEF. Les échantillons de mortiers traités à 90°C sont les seuls à avoir subi un gonflement.

Il est important de comparer les résultats sur mortiers à ceux sur bétons, car peu d'études ont validé que les résultats sur mortiers sont applicables sur béton (37).

Le tableau 5-8 résume les résultats sur bétons préfabriqués et les résultats d'allongement des mortiers. Le traitement sur mortier à 90°C pendant 10 heures est bien plus sévère que les autres traitements présentés dans ce tableau. Pourtant, pour le test sur mortier seul les liant F et G ont montré une expansion se rapprochant ou dépassant la valeur critique prescrite dans la littérature (0,1%). Les valeurs des expansions des autres échantillons traités se rapprochent des expansions mesurées pour les références (échantillons non traités).

Tableau 5-8 : Comparaison des résultats sur béton et des résultats sur mortiers

	Ternaires			Binaires				
	Liant A	Liant B	Liant C	Liant D	Liant E	Liant F	Liant G	Liant H
Traitement à 80°C 2-6h	B	B	C	C	C	C	C	C
Traitement à 75°C 2-6h	A	A	A	B	A	C	C	C
Méthode sur prismes chauffés à 80°C ± 3°C pendant 1 heure	A	A	A	A	A	C	C	A
Allongement des MORTIERS en % de la longueur initiale (90°C pendant 10 heures)	0,0142	0,0374	0,035	0,0353	0,0264	0,6568	0,0874	0,0292

De nombreux échantillons ont développé beaucoup de DEF lors du test sur béton qui concerne un traitement à 80°C pendant au moins 2 heures. Le test sur mortier n'a pas permis de repérer ce comportement.

Le test sur mortier, qui est facile à mettre en œuvre, peut permettre de détecter les liants très sensibles à la DEF. Ainsi, si des échantillons de mortier traités à 90°C pendant 10 heures ont une expansion supérieure à 0,07% alors le liant utilisé peut être considéré comme sensible et donc, les tests sur béton ne sont pas utiles pour celui-ci ; il ne doit pas être traité à une température supérieure à 70°C.

5.4 Analyse des résultats pour les bétons de masse

Résultats sur les cubes de 0,6 mètre de côté

Pour les bétons de masse, deux méthodes ont été utilisées. La méthode qui consistait à fabriquer des cubes dans un moule aux parois adiabatiques n'a pas permis d'atteindre des températures suffisantes pour que de l'ettringite différée se forme. Certains liants généraient tout de même moins de chaleur d'hydratation, c'est notamment le cas des liants ternaires A et B. Si on suit les indications de la méthode, tous les liants pourraient être utilisés dans la fabrication de pièces massives.

Les résultats obtenus lors de cette étude sont similaires à ceux obtenus par Petrov, c'est-à-dire un échauffement compris entre 30 et 40°C, même si celui-ci avait une température à l'état frais de 30°C ce qui lui a permis de dépasser 70°C au cœur de ses cubes.

Cette méthode nécessite une validation sur chantier. En effet, il est nécessaire de confronter nos résultats avec des relevés de température dans des pièces massives pour être sûr que le moule simule bien l'échauffement au cœur d'un béton de masse.

Résultats sur les prismes traités jusqu'à 80°C

Pour le deuxième test, les échantillons étaient chauffés jusqu'à 80°C en suivant la courbe simulée au cœur d'une pièce massive. Tous les échantillons n'ont pas réagi de la même façon comme rappelé dans le tableau 5-9.

Tableau 5-9 : Résumé des résultats obtenus avec la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

	Ternaires			Binaires				
	Liant A	Liant B	Liant C	Liant D	Liant E	Liant F	Liant G	Liant H
Méthode sur prismes de béton chauffés à 80°C : LCPC	A	A	A	A	C	C	C	B

Les liants ternaires et le liant binaire D peuvent monter jusqu'à 80°C au cœur d'une pièce massive sans que l'ettringite différée ne se forme en grande quantité. De nombreuses précautions sont prises sur chantier pour que la température interne d'une pièce massive reste inférieure à 70°C. La température à l'état frais est limitée et pour cela les granulats sont refroidis. Sur certains chantiers, de la glace remplace l'eau pour limiter la chaleur d'hydratation. Grâce à ce test, il est confirmé qu'un échauffement à 80°C n'est pas dangereux pour les ciments A, B, C, D. Donc, la mise en place des bétons de masse pourrait être facilitée si le choix des liants est bon.

Le liant E a subi un traitement thermique plus sévère que les autres liants, cela peut expliquer pourquoi il est de niveau C pour ce test alors qu'il est l'un des moins réactifs pour les autres essais. Le rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 est un facteur déterminant concernant la réactivité d'un liant. Ainsi, même s'il est préférable d'utiliser un liant ternaire pour les pièces massives, un liant binaire pourrait être utilisé si la température ne s'élève pas au-dessus de 70°C. Si le rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 dans le ciment binaire est limité à 0,7% alors la température au cœur peut atteindre 80°C sans toutefois le dépasser.

5.5 Analyse des résultats pour les bétons préfabriqués

Dans la préfabrication, les pièces sont traitées thermiquement pour accélérer la prise du béton et pour pouvoir démouler plus rapidement, les traitements sont donc courts. Lors de cette étude, des traitements à 75°C et à 80°C ont été testés. Les résultats de ces tests sont rappelés dans le tableau 5-10.

La durée de traitement entre 2 heures et 6 heures ne modifie pas la réponse des liants. Par contre, entre 1 et 2 heures, les liants réagissent complètement différemment sauf les liants F et G qui forment beaucoup de DEF quel que soit le traitement.

Tableau 5-10 : Résumé des résultats obtenus pour les bétons préfabriqués

	Ternaires			Binaires				
	Liant A	Liant B	Liant C	Liant D	Liant E	Liant F	Liant G	Liant H
Méthode sur prismes chauffés à T<80°C pendant 1 heure	A	A	A	A	A	C	C	A
Traitement à 80°C 2-6h	B	B	C	C	C	C	C	C
Traitement à 75°C 2-6h	A	A	A	B	A	C	C	C

Traitement à 80°C pendant 2 heures, 4 heures ou 6 heures

Un traitement à 80°C pendant plus de deux heures (entre 2 et 6 heures) engendre beaucoup de DEF pour la plupart des liants. Seules les pièces fabriquées avec un liant ternaire ayant un rapport SO_3 solubles/ Al_2O_3 inférieur à 0,75 ne subissent pas de dommages sévères. Cependant, leur utilisation n'est pas recommandée pour des ouvrages exceptionnels, c'est à dire des ouvrages dont les conséquences d'une dégradation sont inacceptables car dangereuses.

Traitement à 80°C pendant 1 heure

Un traitement à 80°C pendant une heure engendre des dégradations par la DEF dans les liants F et G. Les autres liants ne forment que peu d'ettringite et ne sont pas endommagés. Ainsi, un traitement à 80°C pendant une heure est supporté par :

- Les liants ternaires (Liants A, B et C)
- Les liants binaires ayant un rapport SO_3 solubles/ Al_2O_3 inférieur à 0,80 (Liants D, E et H)

Traitement à 75°C pendant 2 heures, 4 heures ou 6 heures

Un traitement à 75°C pendant plus de deux heures engendre des dégradations par la DEF dans les liants F, G et H. Le liant D entre dans le niveau B. Les autres liants ne forment que peu d'ettringite et sont de niveau A. Ainsi, un traitement à 75°C est supporté par :

- Les liants ternaires (Liants A, B et C)
- Les liants binaires ayant un rapport SO_3 solubles/ Al_2O_3 inférieur à 0,50 (Liant E)

5.6 Méthodes d'essais accélérés préconisées

5.6.1 Pour les bétons préfabriqués

Le premier test sur mortier permet d'avoir une réponse rapide pour détecter les liants sensibles à la DEF et qui ne doivent donc pas être traités thermiquement. La méthode résumée dans le tableau est expliquée dans la partie 3.2.4. Le deuxième sur béton permet de tester directement la réponse d'un liant à un traitement thermique donné. De même, la méthode résumée dans le tableau est expliquée dans la partie 3.2.6.

Tableau 5-11 : Essais préconisés pour tester des traitements thermiques en préfabrication

	Bétons préfabriqués	Mortiers avec cycles mouillage/séchage
Taille des échantillons	Poutres 75x75x285 mm et cylindres D:100mm L:200mm	Barres 25 X 25 X 300 mm
Nombres d'échantillons	3 références et minimum 3 poutres par durée de palier testée 6 cylindres référence non traités, 6 cylindres essais	3 références, 3 chauffées / béton
Prétraitement/Prise	3 heures à 30°C, 100% RH	3h, 20°C et 100% RH
Chauffage	20°C/h	20°C/h durant 3.5h avec 100% RH
Temps à Tmax	Maintien juste au-dessus de la température testée durant la durée souhaitée	90°C durant 10h
Refroidissement	10 heures à Tmax-20°C À 38°C jusqu'à ce que le cœur atteigne 40°C ± 2°C	-2°C/h durant 35h
Nombre de cycles	2	5
Cycles de mouillage/séchage	7 jours de séchage à 38°C, RH ± 30%	Immersion 8-10 jours dans l'eau de chaux à 20°C
	7 jours d'immersion dans l'eau à 20°C sans chaux	Séchage 4-5 jours à 23°C et 50% RH
Entreposage (essais)	Immersion permanente dans l'eau à 20°C sans chaux après les cycles	Immersion permanente dans l'eau de chaux à 20°C
Entreposage (référence)	Murir à température ambiante durant 24h et immerger dans l'eau à 20°C sans chaux après les 2 cycles de mouillage/séchage	Murir à température ambiante durant 24h (non chauffés) et immerger dans l'eau de chaux à T° ambiante
Type de mesures	Mesures d'expansion et de masse	Mesures d'expansion et de masse
Fréquence de mesure	Première mesure le dernier jour de la 2e phase de mouillage. 1m/7jrs pour 2 mois, 1m/15jrs pour 4 mois, 1m/28jrs pour 5 mois	Première mesure une semaine après le démoulage (après quelques jours d'immersion dans l'eau)
Durée de l'essai	Environ 1 an	300 jours

5.6.2 Pour les bétons de masse

La méthode préconisée simule l'échauffement au cœur d'une pièce massive. Mais la température maximale est fixée pour étudier la réponse d'un liant à cet échauffement. Le but de ce test est de faciliter la mise en place sur chantier en autorisant des températures maximales au cœur plus élevées.

Tableau 5-12 : Essai préconisé pour les bétons de masse

	Bétons de masse
Échantillons	6 poutres 75x75x285 mm, 12 cylindres D:100mm L:200mm
Nombres d'échantillons	3 références et 3 essais, 6 cylindres référence, 6 cylindres essais
Prétraitement/Prise	3 heures à 30°C, 100% RH
Chauffage	T _{max} après 15 heures de chauffage
Refroidissement	20°C après 14 jours
Nombre de cycles	2
Cycles de mouillage/séchage	7 jours de séchage à 38°C, RH ± 30%
	7 jours d'immersion dans l'eau à 20°C (sans chaux)
Entreposage (essais)	Immersion permanente dans l'eau à 20°C (sans chaux) après les deux cycles
Entreposage (référence)	(sans chauffage) immergé dans l'eau à 20°C (sans chaux) après les 2 cycles de mouillage/séchage
Durée moyenne de l'essai	1 an
Type de mesures	Mesures d'expansion et de masse
Fréquence de mesure	Première mesure 2X le dernier jour de la 2e phase d'humidification. 1m/7jrs pour 2 mois, 1m/15jrs pour 4 mois, 1m/28jrs pour 5 mois

5.7 Perspectives de travaux

5.7.1 Tests à réaliser

Pour les bétons de masse, certains liants ont développé peu de DEF malgré un échauffement jusqu'à 80°C (T_{max}<80°C). Pour ces liants, un test jusqu'à 85°C pourrait être effectué pour savoir si les liants résistent ou pas à cet échauffement. Cependant, les résultats sur bétons préfabriqués (80°C pendant 2 heures) laissent à penser que tous les liants réagissent après un traitement de plus d'une heure au-dessus de 80°C. Pour ceux qui ont formé beaucoup de DEF à 80°C, un échauffement jusqu'à 75°C pourrait être testé.

Pour les bétons préfabriqués, la plupart des liants ont bien réagi au traitement à 75°C au contraire d'un traitement à 80°C pendant plus deux heures. Les méthodes préconisées peuvent permettre aux industries de bétons préfabriqués d'évaluer leurs propres traitements, c'est-à-dire tester des températures maximales et des durées de traitement différentes.

La formation d'ettringite différée a été associée à une prise de masse des échantillons. Il est cependant possible que l'air entraîné dans les bétons ait joué sur l'absence d'expansion. Tester les méthodes avec les mêmes mélanges mais sans air entraîné pourrait permettre d'observer de l'expansion comme cela a été le cas avec les mortiers (qui n'avaient pas d'air entraîné).

Les effets d'un échauffement tardif sur la DEF ont été peu étudiés, même si l'on sait qu'il faut une durée de maintien à haute température plus longue pour observer des effets. Dans le cas d'incendie, il est possible que la haute température générée, même si la durée est courte, puisse présenter un danger à long terme pour l'ouvrage.

Les BUHP, dont la composition s'approche de celle des mortiers avec des granulats très fins, pourraient avoir des comportements très différents des bétons qui ont été étudiés dans cette étude. Une étude focalisée sur les BUHP permettrait de savoir s'il est possible de se fier à la composition des liants sans se soucier du mélange final pour savoir si un béton va être sensible à la DEF.

Les méthodes qui ne présentaient pas de résultats cohérents ou intéressants ont été éliminées. Les différentes méthodes proposées ont été testées. Cependant, une confirmation de leur efficacité est nécessaire, car les avis de nombreux auteurs divergent concernant les méthodes à employer pour repérer une formation différée d'ettringite.

Enfin, il a été vu que l'analyse chimique des liants était une étape primordiale pour juger de la sensibilité des liants. La quantification des phases cristallines est essentielle pour cette opération. Ainsi, il est important de développer une méthode pour effectuer cette quantification. La méthode Rietveld est une méthode intéressante qui peut remplir ce rôle.

6 Conclusion générale

La DEF est un problème sérieux qui peut causer des phénomènes d'expansion et de fissuration de structures fabriquées avec des bétons de masse et des bétons préfabriqués. Le MTQ nous a chargé d'évaluer les risques d'expansion liés à la DEF dans les bétons de masse et préfabriqués produits avec les 5 liants binaires de type GUb-SF et les 3 liants ternaires fabriqués au Québec. Aussi, il nous a mandatés de réaliser un état de l'art sur le sujet et d'évaluer des méthodes d'essais accélérées.

Ce travail a permis d'étudier ce phénomène pour deux mélanges utilisés par le Ministère des Transport du Québec (MTQ) : les bétons de masse (mélange V-S) dans lesquels l'hydratation est à l'origine de l'échauffement, et les bétons préfabriqués (mélange V-P) qui sont traités thermiquement.

Ce projet avait notamment pour but d'étudier les mélanges V-S et V-P réalisés avec huit liants utilisés par le MTQ. La formation d'ettringite différée dépend de la composition du liant, du mélange réalisé (E/C, ajouts...) et du traitement appliqué. Chaque liant répond de manière différente au traitement thermique qu'on lui impose. De plus, la cinétique du cycle thermique et la température maximale modifient la réponse d'un liant concernant la DEF. Il convient donc d'effectuer un essai pour tout couple liant/ traitement thermique.

Des niveaux de précaution s'appuyant sur la prise de masse ont été mis en place lors de cette étude. En effet, les échantillons essais ont montré une expansion similaire aux échantillons références. La prise de masse des échantillons traités a totalement été en accord avec ce qui avait été observé au microscope électronique. Les échantillons ayant une prise de masse inférieure à 0,5% présentaient peu d'ettringite lors de l'observation au MEB alors que ceux qui avaient une prise de masse supérieure à 0,7% avaient tous les vides et toutes les bulles d'air remplies de DEF.

Un lien entre la composition chimique et la sensibilité aux différents traitements thermiques a pu être mis en place. Un rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 élevé témoigne d'un potentiel réactif important à la DEF. Mais aussi, la proportion d'ajouts et le type de ciment ont un rôle sur la DEF. Les liants ternaires ont été, pour tous les essais, moins touchés par la DEF que les liants binaires. La quantité d'ajouts cimentaires permet de limiter les effets de la DEF. En effet, la perméabilité des liants ternaire est souvent plus faible ce qui limite la pénétration d'eau nécessaire à la DEF. De plus, le ciment étant en quantité plus faible dans un liant ternaire que dans un binaire, les éléments nécessaires à la formation de l'ettringite sont en proportion plus faible.

Pour les bétons préfabriqués, plusieurs traitements thermiques ont été testés. Le traitement à 80°C pendant plus de deux heures a été trop sévère et seuls les liants ternaires ayant un rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 inférieur à 0,75 n'ont pas été fortement dégradés. Si le traitement à 80°C dure moins d'une heure alors la plupart des liants testés résistent et seuls les liants binaires avec SO_3 soluble/ Al_2O_3 supérieur à 0,8 sont fortement dégradés. Pour un traitement à 75°C pendant plus de deux heures ce rapport doit être inférieur à 0,45 pour une bonne résistance au traitement.

Pour les bétons de masse, la simulation de l'échauffement au cœur d'une pièce massive a permis de repérer plusieurs liants qui pourraient subir un échauffement jusqu'à 80°C sans dommages. Encore une fois, les liants ayant un faible rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 ($<0,7\%$) sont ceux qui résistent le mieux.

Ces résultats ont été obtenus en utilisant des méthodes accélérées. Les différents auteurs ayant étudié la DEF ont mis au point plusieurs essais pour détecter la DEF. Lors de cette étude, les essais les plus utilisés ont été testés. Il a été ainsi possible de sélectionner une méthode et de l'optimiser afin de proposer une méthode d'essai au MTQ.

Le rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 semble apporter de bonnes indications sur l'aptitude d'un liant à résister à un traitement thermique. Si cette hypothèse est confirmée, une limitation de ce rapport permettrait de concevoir des liants plus résistants à la DEF. Les niveaux de précautions mis en place sont valides pour des pourcentages d'air dans le béton à l'état frais entre 5% et 8%. Des tests sur bétons sans air entrainé pourraient confirmer ces résultats sur des bétons comportant une teneur en air plus faible ou plus élevée.

Dans ce projet, nous avons donc analysé et testé plusieurs méthodes d'essai afin de proposer une méthode accélérée fiable permettant de tester la réponse d'un liant à un traitement thermique donné. Une corrélation entre le rapport SO_3 soluble/ Al_2O_3 dans le liant et la sensibilité à la DEF de celui-ci a été observée. Cette observation demande tout de même confirmation. Enfin, l'objectif du MTQ a été rempli puisqu'une limite de température a pu être donnée pour les mélanges V-S et V-P pour les huit liants.

7 Bibliographie

1. **Divet, Loïc et Godart, Bruno.** *Réaction sulfatique interne dans les structures en béton - Mécanisme, pathologie et prévention.* [éd.] WEKA. Paris : Techniques de l'Ingénieur, 2009.
2. **Batic, Oscar, et al.** *Secondary ettringite formation in concrete subjected to different curing conditions.* s.l. : Cement and Concrete Research, 2000. pp. 1407-1412. Vol. 30.
3. **Taylor, H.F.W., Famy, C. et Scrivener, K.L.** *Delayed ettringite formation.* Cumbria : Cement and Concrete Research, 2001. pp. 683-693. Vol. 31.
4. **Fu, Y. et Beaudoin, J.J.** *Microcracking as a precursor to delayed ettringite formation in cement systems.* Ottawa : Cement and Concrete Research, 1996. pp. 1493-1498. Vol. 26.
5. **Brunetaud, Xavier.** *Etude de l'influence de différents paramètres et de leurs interactions sur la cinétique et l'amplitude de la réaction sulfatique interne au béton.* Paris : Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 2005. Thèse.
6. **Petrov, Nikola et Tagnit-Hamou, Arezki.** *Approche holistique de la formation différée de l'ettringite.* Sherbrooke : Université de Sherbrooke, 2004. Rapport.
7. **Colleparidi.** *A State-of-the-art review on delayed ettringite attack on concrete.* Milan : Civil Engineering Faculty, 2003. Revue.
8. **Le Roux, André et Orsetti, Stéphane.** *Les réactions sulfatiques : conditions de formation, structure et expansion des minéraux secondaires sulfatés.* Paris : Laboratoire central des Ponts et Chaussées, 2000. Bulletin.
9. **Yang, R., Lawrence, C.D. et Sharp, J.H.** *Delayed ettringite formation in 4-year old cement pastes.* [éd.] Pergamon. Sheffield : Cement and Concrete Research, 1996. pp. 1649-1659. Vol. 26.
10. **Divet, Loïc et Randriambololona, R.** *Delayed ettringite formation: the effect of temperature and basicity on the interaction of sulfate and C-S-H phase.* Paris : Cement and Concrete Research, 1997. pp. 357-363. Vol. 28.

11. **Pavoine, Alexandre, Divet, Loïc et Fenouillet, Stéphane.** *A concrete performance test for delayed ettringite formation Part I optimisation.* s.l. : Cement and Concrete Research, 2006. pp. 2138-2143. Vol. 36.
12. **Stark, Jochen et Bollmann, Katrin.** *Delayed Ettringite Formation in Concrete.* Weimar : Bauhaus University, 1992. Rapport.
13. **Thibault, Michel.** *Formation différée de l'ettringite dans les bétons coulés in situ.* s.l. : Université de Sherbrooke, 2009. Thèse.
14. **Barbarulo, Rémi.** *Comportement des matériaux cimentaires: actions des sulfates et de la température.* s.l. : Ecole Normale Supérieure de Cachan & Université Laval à Québec, 2002. Thèse.
15. **Fu, Yan, et al.** *Effect of temperature on sulphate adsorption by tricalcium silicate hydrates.* s.l. : Cement and Concrete Research, 1994. pp. 63-70. Vol. 25.
16. **Taylor, H.** *Sulfate Reaction in Concrete.* s.l. : Microstructural and Chemical Aspects, Cement Technology, 1993. pp. 61-78. Vol. 40.
17. **Al Shamaa, Mohamad.** *Etude du risque de développement d'une réaction sulfatique interne et de ses conséquences dans les bétons de structure des ouvrages nucléaires.* Paris : Université Paris-Est, 2012. Thèse.
18. **Diamond, S.** *Delayed Ettringite Formation - Processes and Problems.* [éd.] Elsevier. West Lafayette : Cement and Concrete Composites, 1996. pp. 205-215. Vol. 18.
19. **Ekolu, S.O., Thomas, M.D.A et Hooton, S.D.** *Implications of pre-formed microcracking in relation to the theories of DEF mechanism.* [éd.] Elsevier. s.l. : Cement and Concrete Research, 2006. pp. 161-165. Vol. 37.
20. **Pavoine, Alexandre.** *Evaluation du potentiel de réactivité des bétons vis-à-vis de la formation différée de l'ettringite.* Paris : Université Pierre et Marie Curie Paris VI, 2003. Thèse.

21. **Thomas, Michel, et al.** *Diagnosing delayed ettringite formation in concrete structures*. s.l. : Cement and Concrete Research, 2008. pp. 841-847. Vol. 38.
22. **Ormsby, C., Liu, R. et Shaikh, H.** *Mitigation of DEF in concrete: morphology and composition studies*. [éd.] ICE. McLean : Magazine of Concrete Research, 2011. pp. 287-296. Vol. 63.
23. **Brunetaud, Xavier, Divet, Loic et Damidot, Damien.** *Impact of unrestrained Delayed Ettringite Formation- induced expansion on concrete mechanical properties*. Orléans : Cement and Concrete Research, 2008. pp. 1343-1348. Vol. 38.
24. **Pavoine, Alexandre, Brunetaud, Xavier et Divet, Loïc.** *The impact of cement parameter on Delayed Ettringite Formation*. s.l. : Cement and Concrete Composites, 2012. pp. 521-528. Vol. 34.
25. **Lewis, M.** *Heat curing and delayed ettringite formation in concretes*. s.l. : Imperial College of Science, Technology and Medicine, University of London, 1996. Thèse.
26. **Zhang, Zhaozhou, Olek, Jan et Diamond, Sidney.** *Studies on delayed ettringite formation in early-age, heat-cured mortars I. Expansion measurements, changes in dynamic modulus of elasticity, and weight gains*. s.l. : Cement and Concrete Research, 2002. Vol. Pergamon.
27. **Leklou, Nordine.** *Contribution à la connaissance de la réaction sulfatique interne*. s.l. : Université Paul-Sabatier Toulouse III, 2008. Thèse.
28. **Pavoine, Alexandre, Divet, Loic et Fenouillet, Stephane.** *A concrete performance test for delayed ettringite formation: PartII validation*. Paris : Cement and Concrete Research, 2006. pp. 2144-2151. Vol. 36.
29. **Norme CSA A23.1.** 2016.
30. **Norme CSA A23.4, N.** *Tableau 2*. 2016.

31. **Kelham, S.** *The Effect of Cement Composition and Fineness on Expansion Associated with Delayed Ettringite Formation.* [éd.] Elsevier. s.l. : Cement and Concrete Composites, 1996. pp. 171-179. Vol. 18.
32. **Zang, Zhaozhou, Olek, Jan et Diamond, Sidney.** *Studies on delayed ettringite formation in heat-cured mortars II. Characteristics of cement that may be susceptible to DEF.* [éd.] Pergamon. s.l. : Cement and Concrete Research, 2002. pp. 1737-1742. Vol. 32.
33. **Famy, Charlotte.** *Expansion of heat-mortars.* Imperial College of Sciences, Technology and Medicine. London : s.n., 1999. Thèse.
34. **Day, Robert.** *The Effect of Secondary Ettringite Formation on the Durability of Concrete : A Literature Analysis.* Portland Cement Association. s.l. : Research and Development Bulletin RD108T, 1992.
35. **Glasser, F.P.** *The Role of Sulfate Mineralogy and Cure Temperature in Delayed Ettringite Formation.* [éd.] Elsevier. s.l. : Cement and Concrete Composites, 1996. pp. 187-193. Vol. 18.
36. **Shayan, A. et Ivanusec, I.** *An Experimental Clarification of the Association of Delayed Ettringite Formation with Alkali-Aggregate Reaction.* s.l. : Cement and Concrete Composites, 1996. pp. 161-170. Vol. 18.
37. **Petrov, Nikola.** *Effets combinés de différents facteurs sur l'expansion des bétons causée par la formation différée de l'ettringite.* s.l. : Université de Sherbrooke, 2003. Thèse.
38. **Brunetaud, X., et al.** *Effet of curing conditions and concrete mix design on the expansion generated by delayed ettringite formation.* s.l. : Materials and Structures, 2007. pp. 567-578. Vol. 40.
39. **Lawrence, C.D.** *Mortar expansions due to delayed ettringite formation. Effects of curing period and temperature .* Sheffield : Cement and Concrete Research, 1995. pp. 903-914. Vol. 25.
40. **Al Shamaa, Mohamad, et al.** *Influence of relative humidity on delayed ettringite formation.* [éd.] Elsevier. Paris : Cement and Concrete Composite, 2015. pp. 14-22. Vol. 58.

41. **Graf, L.** *Effect of Relative Humidity on Expansion and Microstructure of Heat-Cured Mortars*. Skokie : Portland Cement Association, 2007.
42. **Pavoine, A., et al.** *Impact de conditions de cycles de séchage et d'humidification sur la formation différée d'ettringite dans les bétons*. Paris : Materials and Structures, 2003. pp. 587-593. Vol. 36.
43. **Pavoine, Alexandre et Divet, Loïc.** *Méthode d'essai n°66*. Paris : Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 2007. Rapport.
44. **Amine, Y., et al.** *Etude de l'influence des additions minérales sur la réaction sulfatique interne dans les matériaux cimentaires*. Bayonne : Rencontres Universitaires de Génie Civil, 2015.
45. **Eberhart, J.-P.** *Analyse structurale et chimique des matériaux*. Paris : Dunod, 1997.
46. **Kaluszynski, Emeline.** *Analyse quantitative des matériaux cimentaires par diffraction des rayons X*. Sherbrooke : Université de Sherbrooke, 2014. Rapport de stage.
47. **Norme CSA.** *3101 Tableau 2*. Canada : s.n., 2010.

8 Annexe 1 : Résumé méthodes pour les bétons de masses et préfabriqués

	LCPC (IFSTTAR)	UdeS (boite semi-adiabatique)
Échantillons	6 poutres 75x75x285 mm	1 cube 0.6m de côté
Quantité (litres)	13	216
Nombres d'échantillons	3 références et 3 essais	1 essais
Prétraitement/Prise	30 min à 20°C, 100% RH	Mise en place du béton dans les 30 min suivant l'ajout de l'eau
Chauffage	Monter jusqu'à 80°C en 15 heures de chauffage	---
Maintenance	---	14 jours dans les moules isolés sans chauffage
Refroidissement	Refroidir jusqu'à 20°C en 14 jours	démoulés et gardés 7 jours sous une jute humide
Nombre de cycles	2 complets	4 complets
Cycles	7 jours de séchage à 38°C, RH ± 30%	7 jours de séchage à 20°C, RH ± 50%
	7 jours d'immersion dans l'eau à 20°C (sans chaux)	7 jours d'immersion dans l'eau de chaux
Entreposage	immersion permanente dans l'eau à 20°C après les cycles	Immerger dans l'eau de chaux à température de la pièce
Durée moyenne de l'essai	1 an	certaines données ont été comptabilisées durant 400 jours
Fréquence de mesure	Première mesure 2X le dernier jour de la phase d'humidification. 1m/7jrs pour 2	Première mesure après le démoulage, 1 mesure/semaine pour les 5 premières semaines et 1 mesure/mois jusqu'à l'expansion

	Béton	Mortier UdeS			
	LCPC (IFSTTAR)	Mouillage/séchage		Cycle thermique	
Échantillons	6 poutres 75x75x285 mm	6 moules 25 X 25 X 300 mm/béton		6 moules 25 X 25 X 300 mm/béton	
Quantité (litres)	13	1		1	
Nombres d'échantillons	3 références et 3 essais	2 références, 2 C1 et 2 C2		2 références, 2 C1 et 2 C2	
Prétraitement/Prise	30 min à 20°C, 100% RH	3h, 20°C et 100% HR		3h, 20°C et 100% HR	
Chauffage	30°C/h pour 2h	C1 : 20°C/h pendant 3,5h avec 100% HR	C2 20°C/h 100% RH	C1 20°C/h durant 3.5h avec 100%	C2 20°C/h durant 2.5h avec 100% RH
Temps à Tmax	80°C pour 1h	90°C durant 10h	70°C durant 11h	90°C durant 10h	70°C durant 11h
Refroidissement	70°C/h durant 30 min	-2°C/h durant 35h	-2°C/h durant 25h	-2°C/h durant 35h	-2°C/h durant 25h
Nombre de cycles	2	5		6 cycles/jour jusqu'à la fin du lab	
Cycles	7 jours de séchage à 38°C, RH ± 30%	séchage 4-5 jours à 23°C et 50% RH		varier la température de l'eau de chaux de 10°C à 50°C à 20°C/h (éviter les	
Cycles	7 jours d'immersion dans l'eau à 20°C sans chaux	immersion 8-10 jours dans l'eau de chaux à 20°C		Varier la température de l'eau de chaux de 10°C à 50°C à 20°C/h (éviter les	
Entreposage (essais)	immersion permanente dans l'eau à 20°C sans chaux	immersion permanente dans l'eau de chaux à 20°C		chocs thermiques)	
Fréquence de mesure	Première mesure le dernier jour de la 2e phase de mouillage. 1m/7jrs pour 2 mois,	Première mesure après le démoulage ensuite toutes les semaines		Première mesure après le démoulage ensuite toutes les semaines	
Durée de l'essai	environ 1 an	300 jours		300 jours	

9 Annexe 2 : Graphiques : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

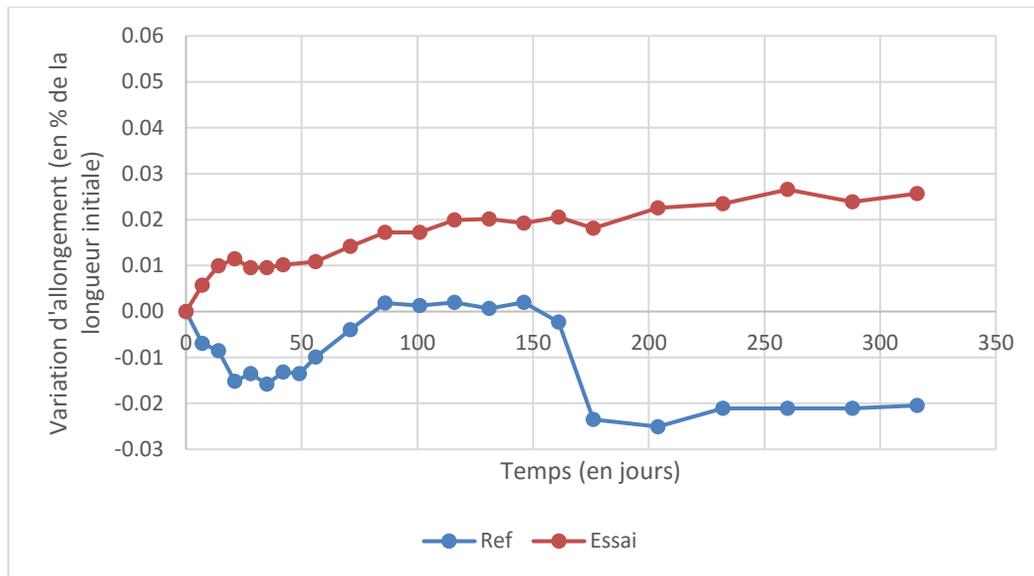


Figure 9-1 : Variation de longueur Liant A : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

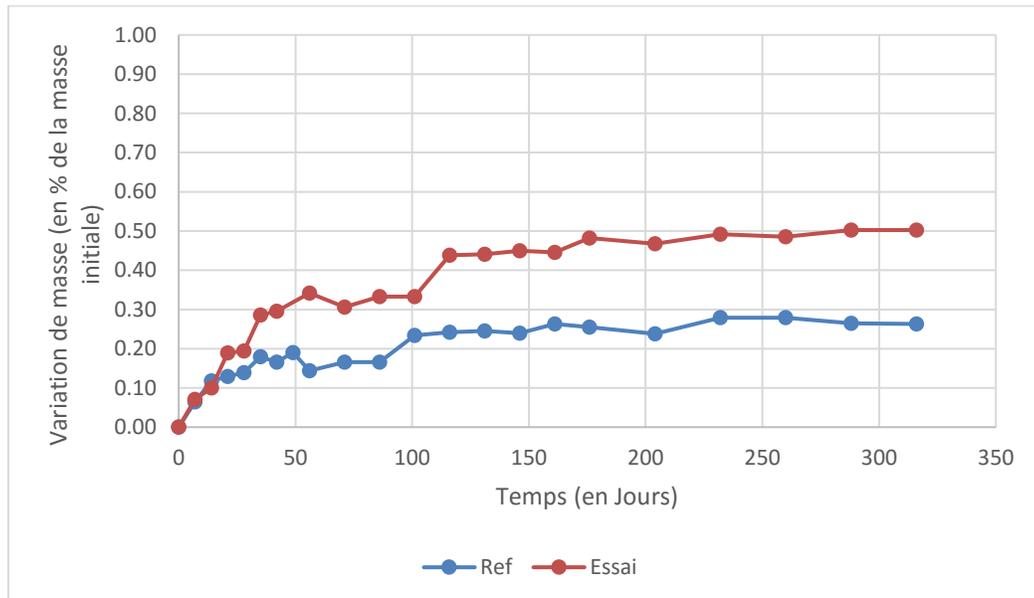


Figure 9-2 : Variation de masse Liant A : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

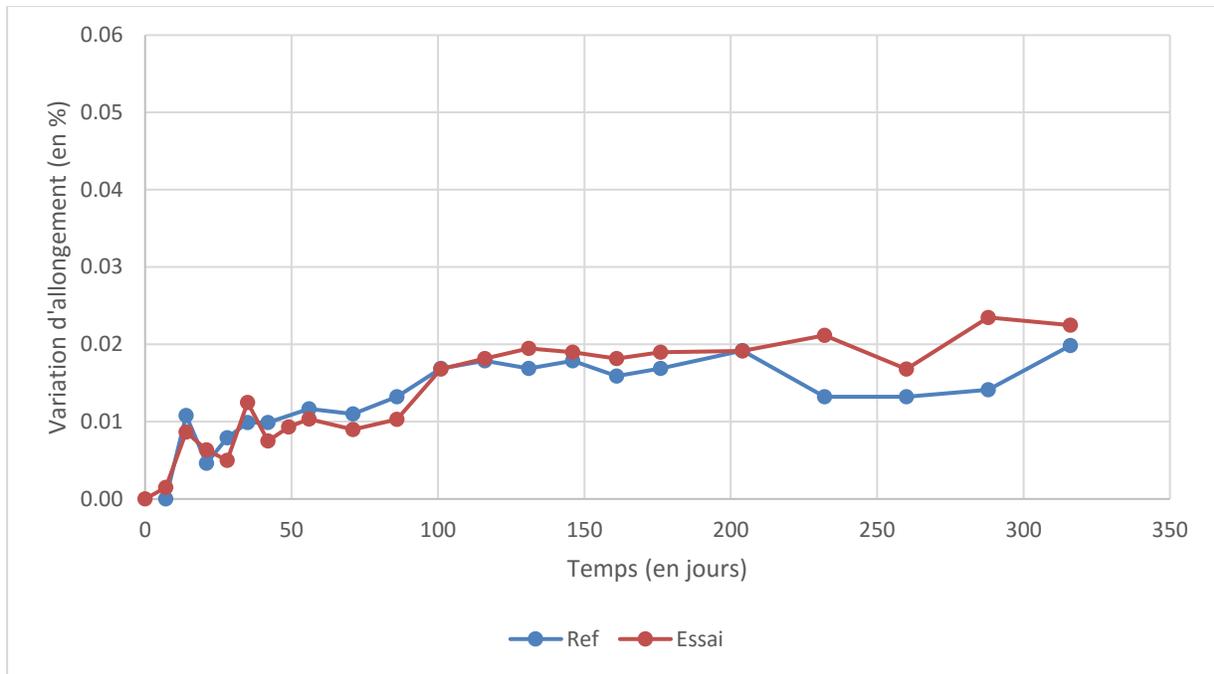


Figure 9-3 : Variation de longueur Liant B : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

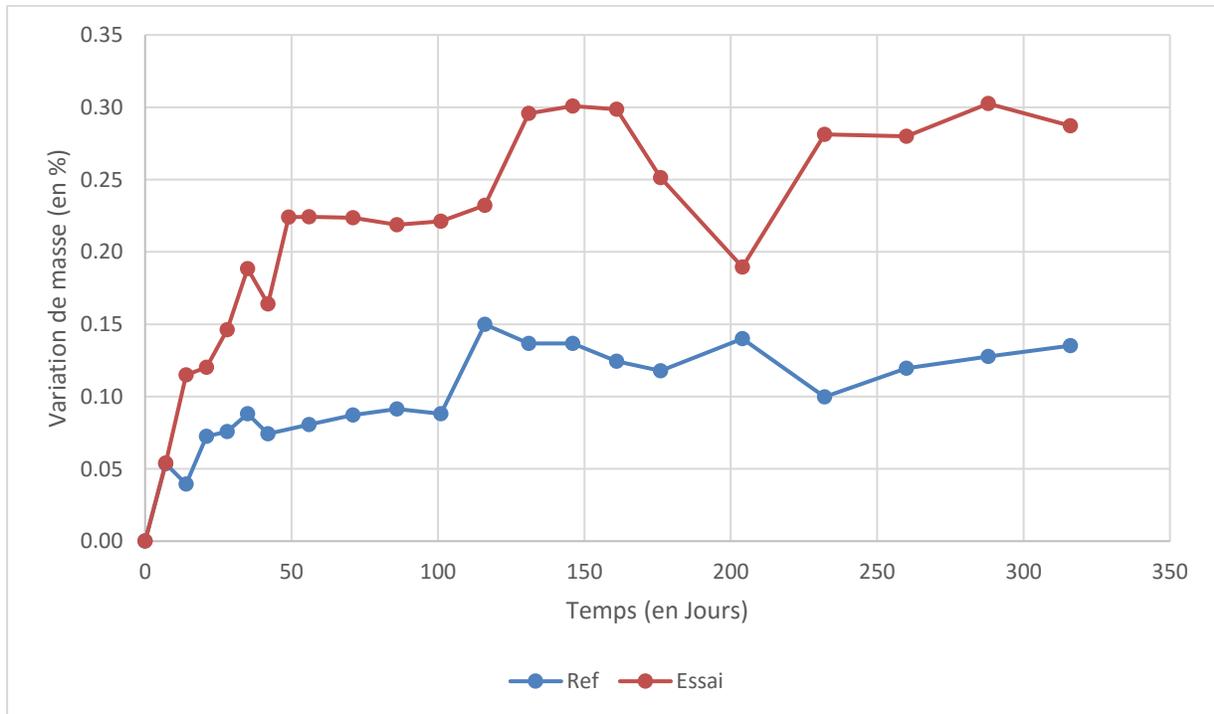


Figure 9-4 : Variation de masse Liant B : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

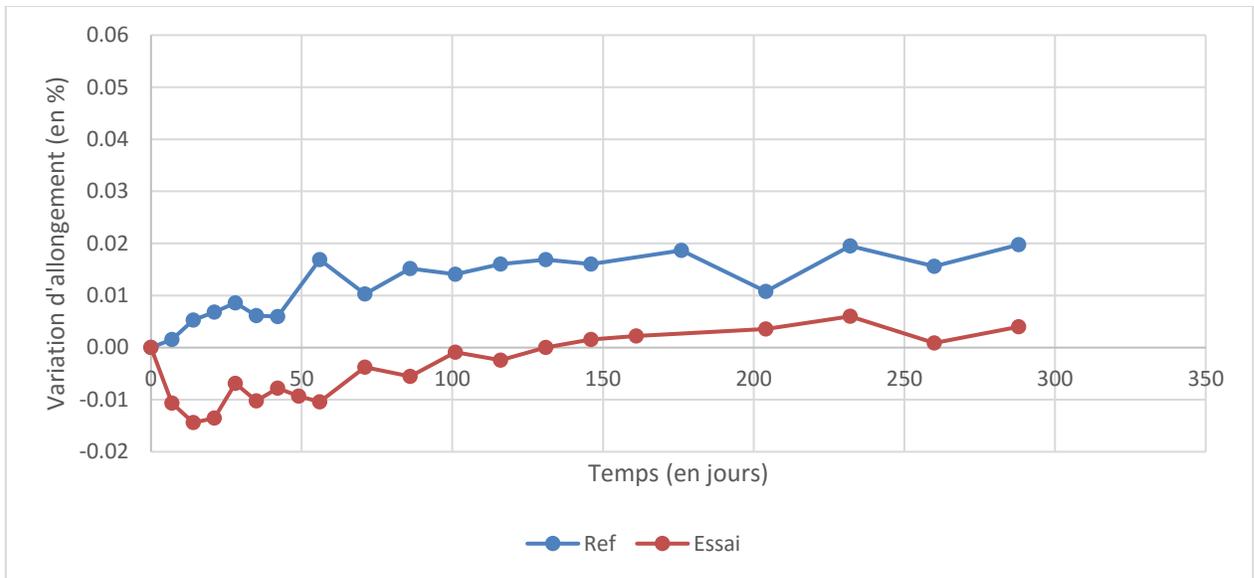


Figure 9-5 : Variation d'allongement Liant C : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

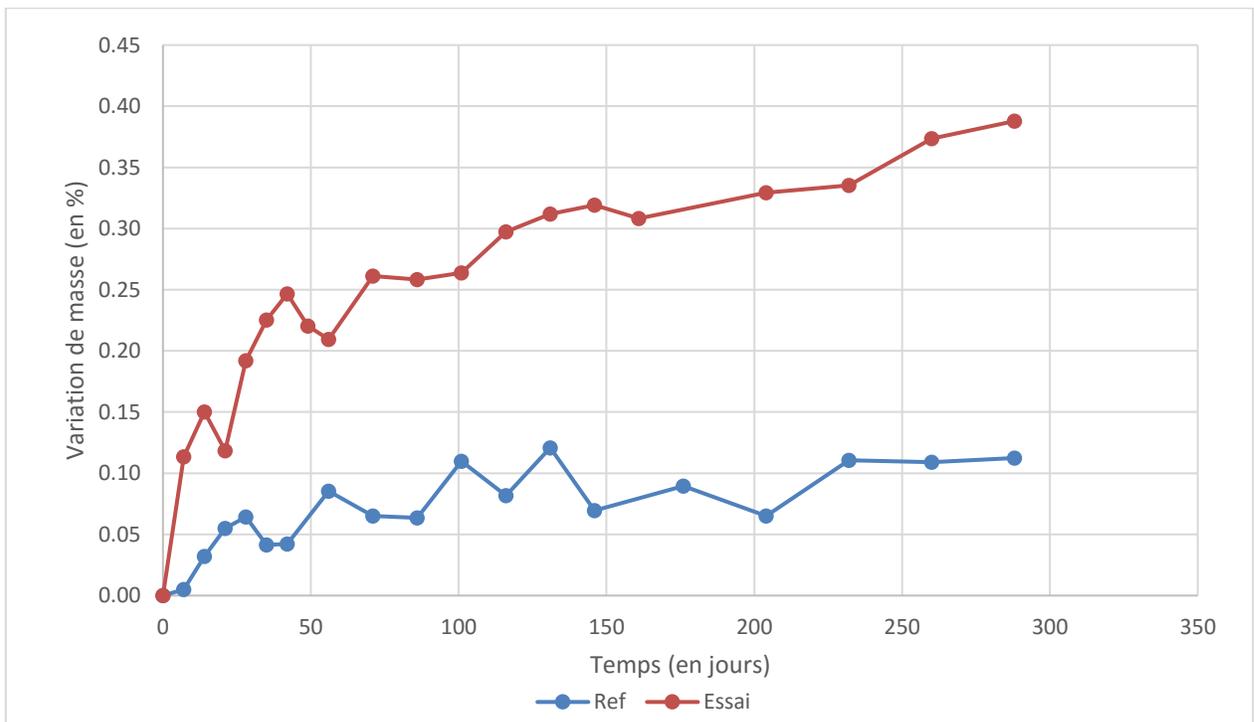


Figure 9-6 : Variation de masse Liant C : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

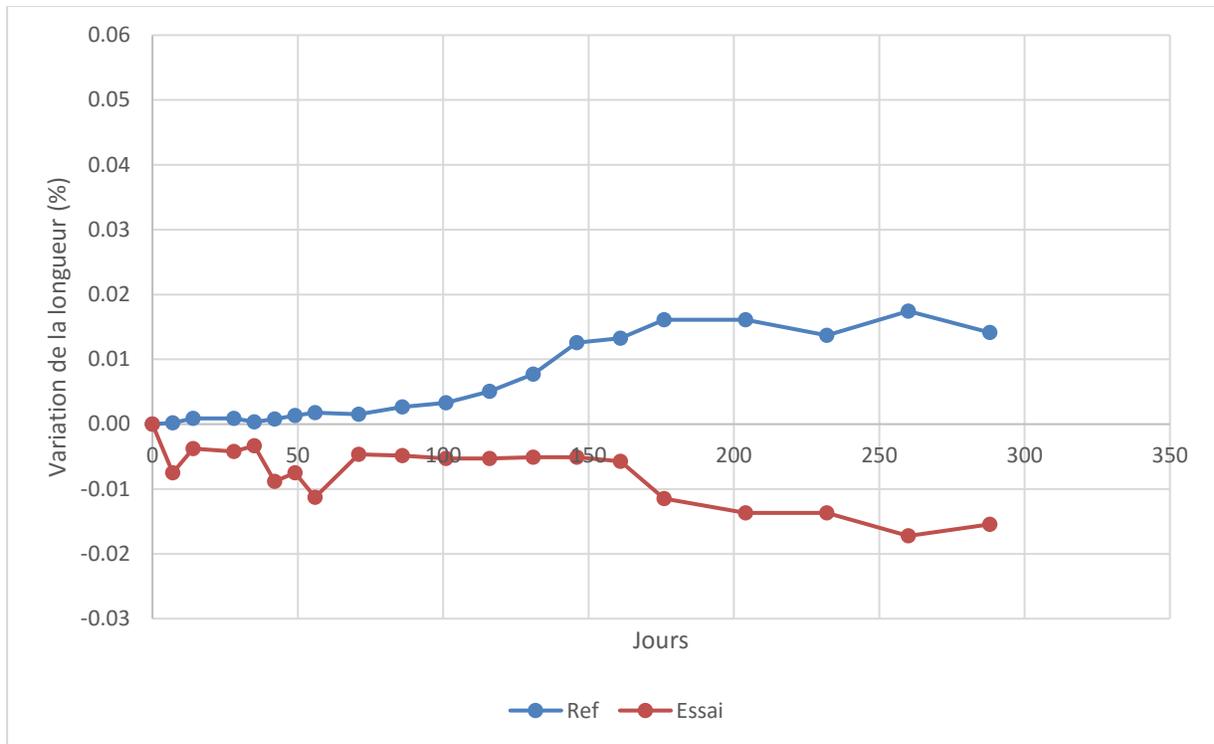


Figure 9-7 : Variation de longueur Liant D : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

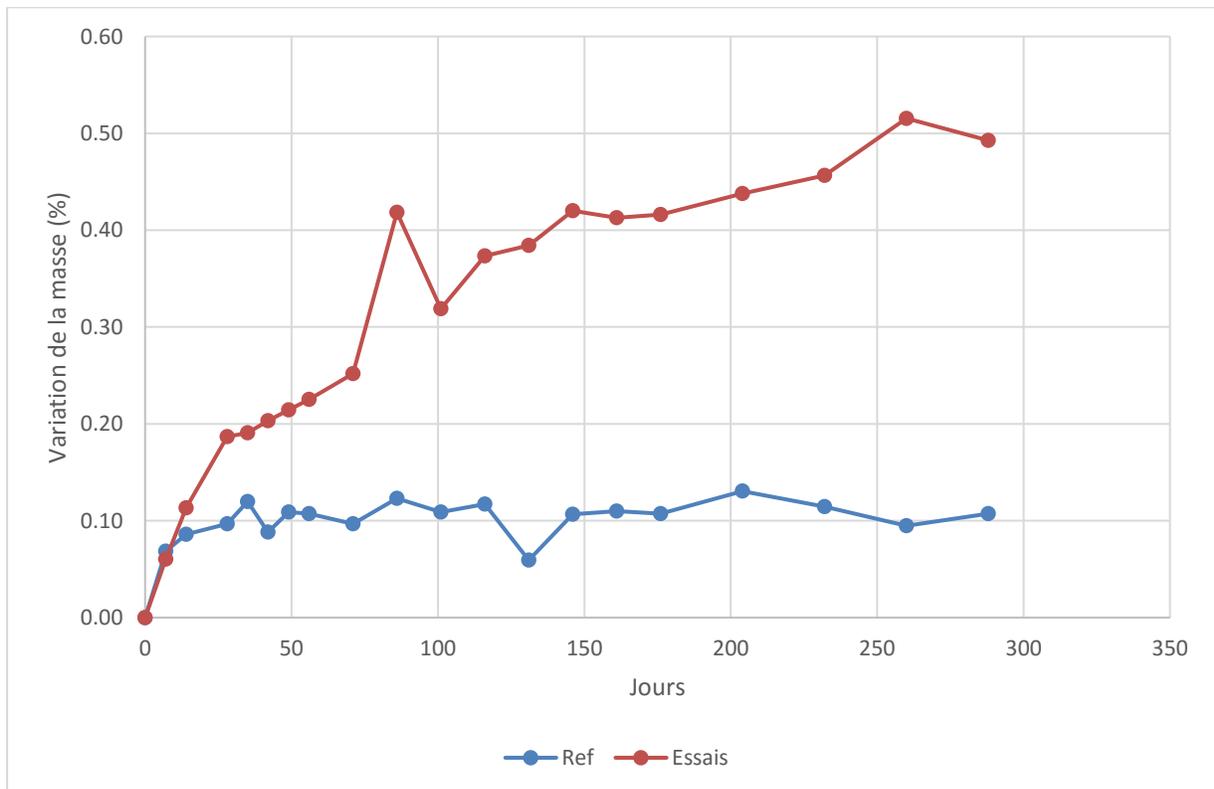


Figure 9-8 : Variation de masse Liant D : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

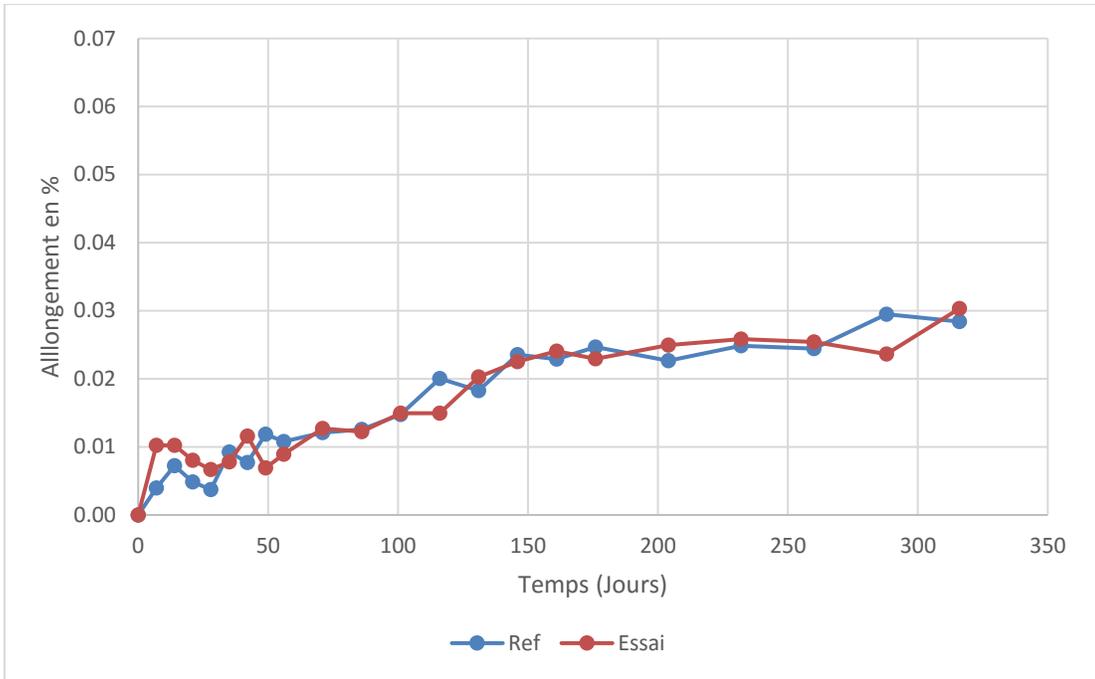


Figure 9-9 : Variation de longueur Liant E : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

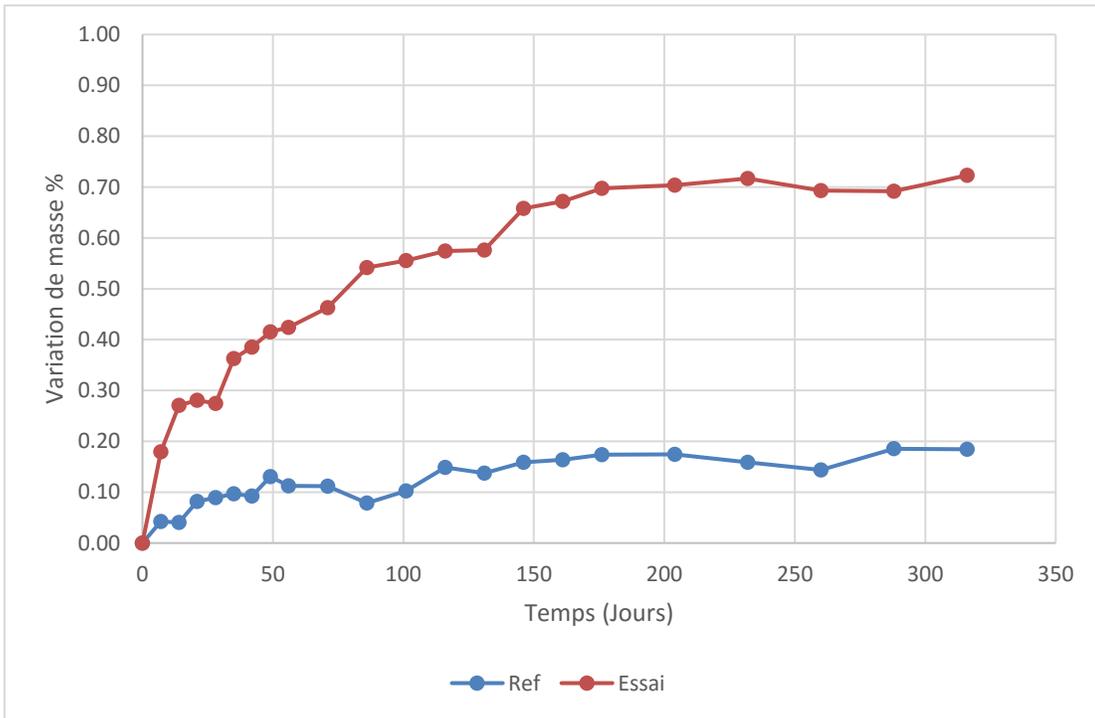


Figure 9-10 : Variation de masse Liant E : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

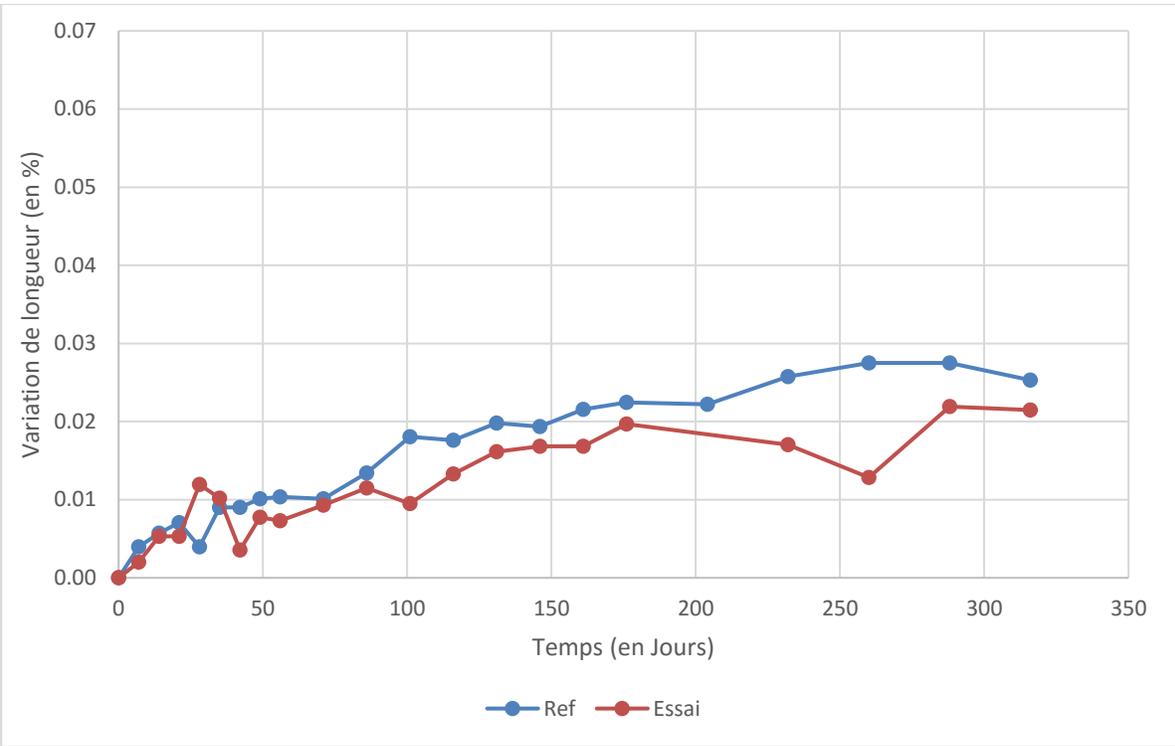


Figure 9-11 : Variation de longueur Liant F : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

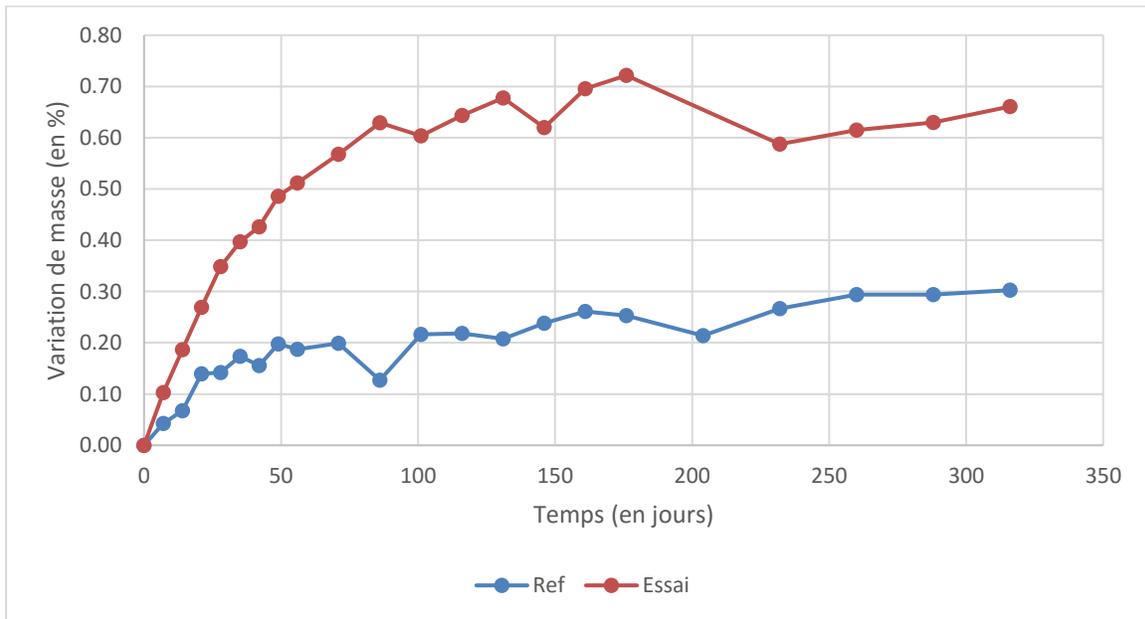


Figure 9-12 : Variation de masse liant F : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

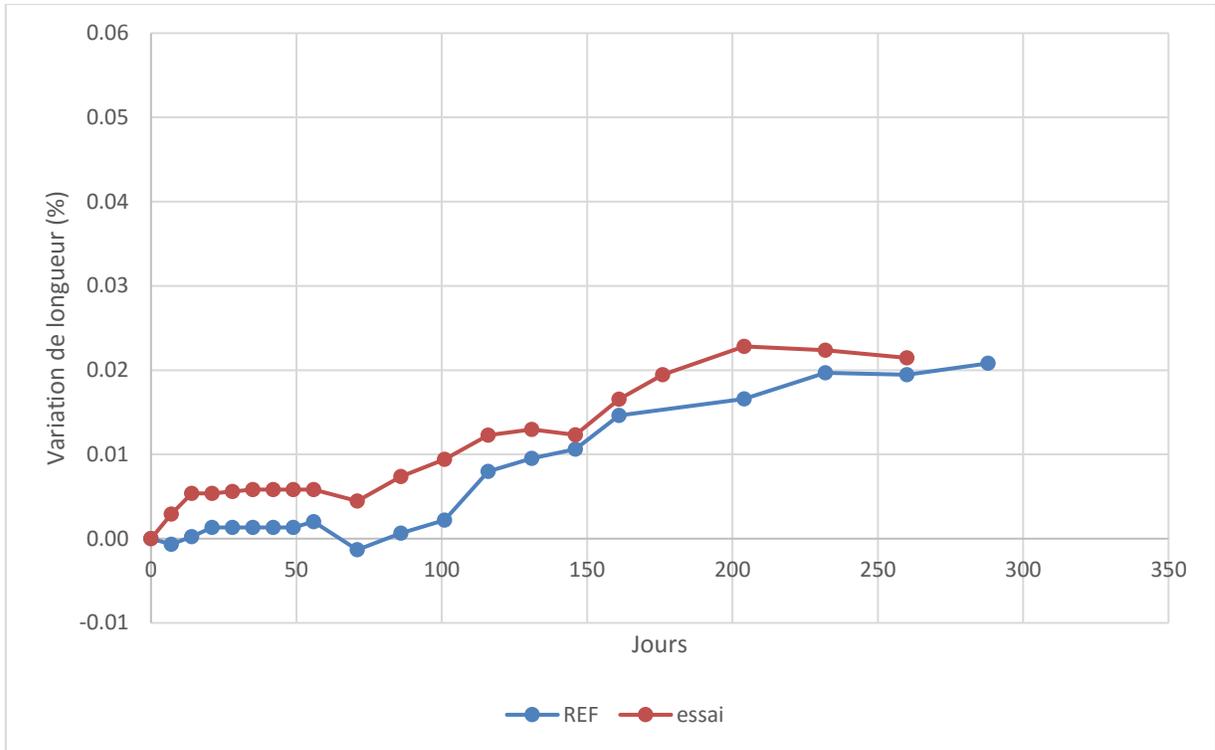


Figure 9-13 : Variation de longueur Liant G : méthode de l'IFSTAR pour les bétons de masse

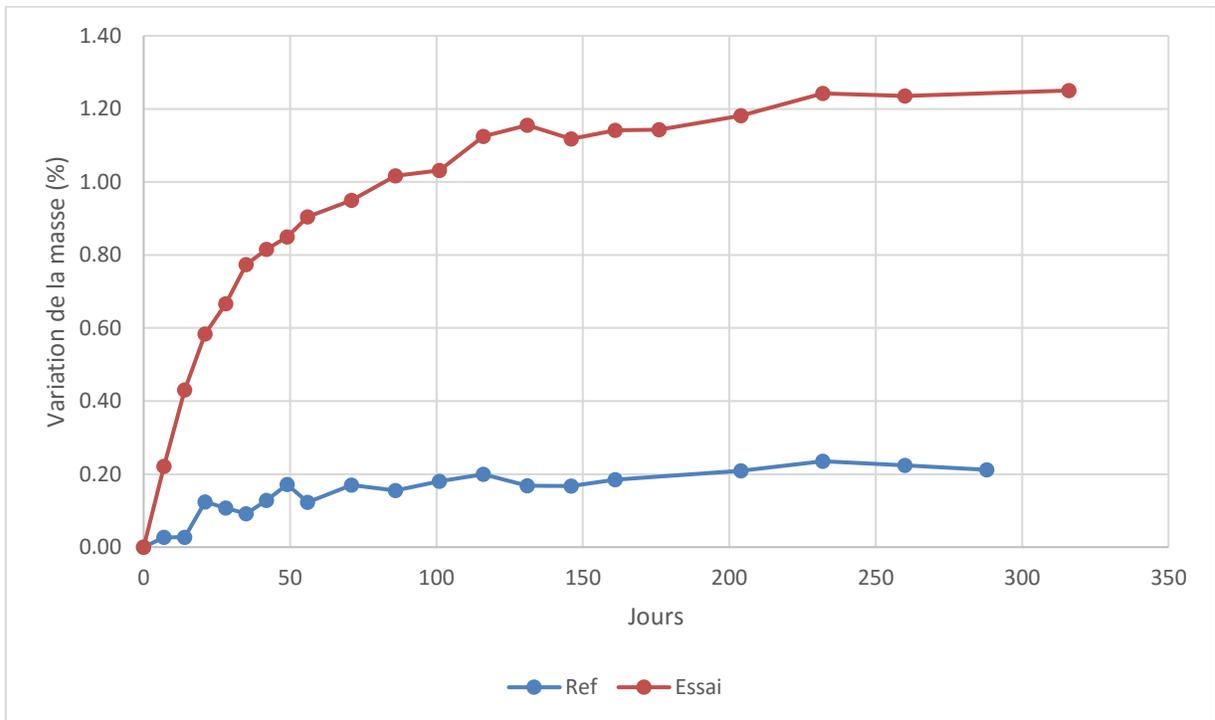


Figure 9-14 : Variation de masse Liant G : méthode de l'IFSTAR pour les bétons de masse

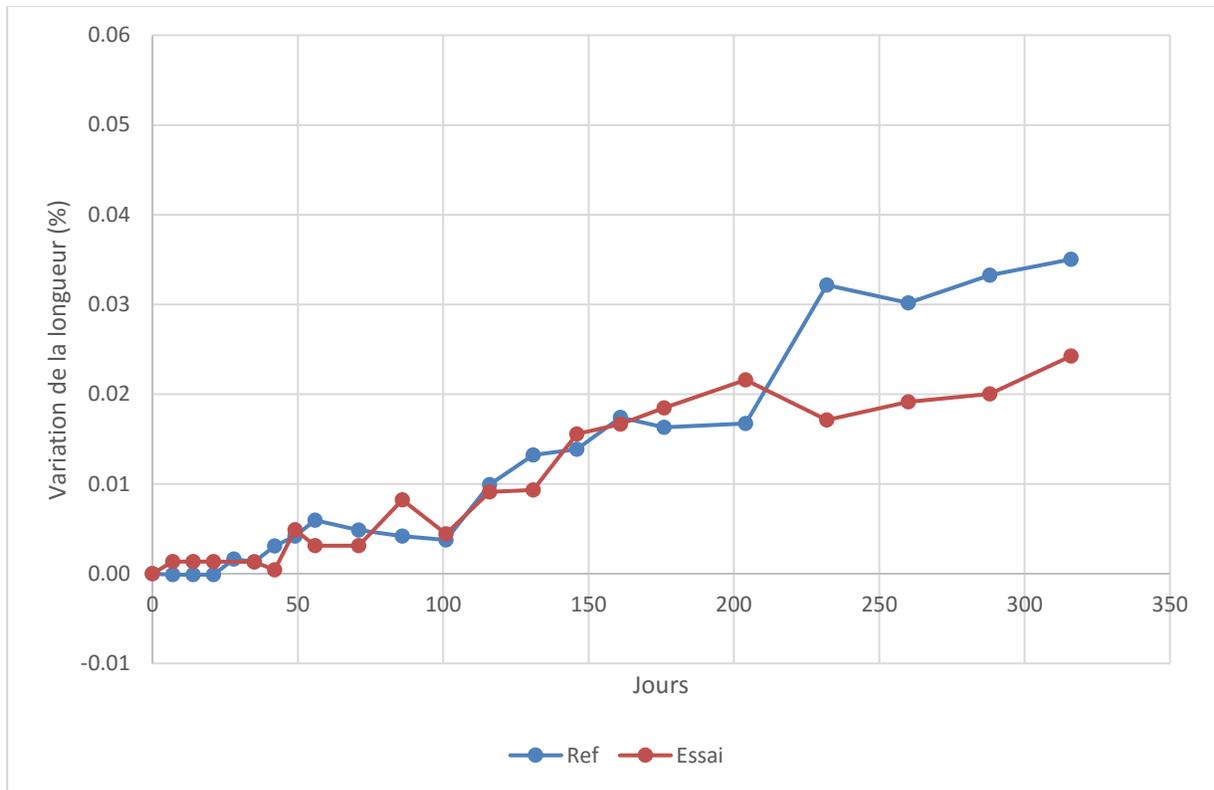


Figure 9-15 : Variation de longueur Liant H : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

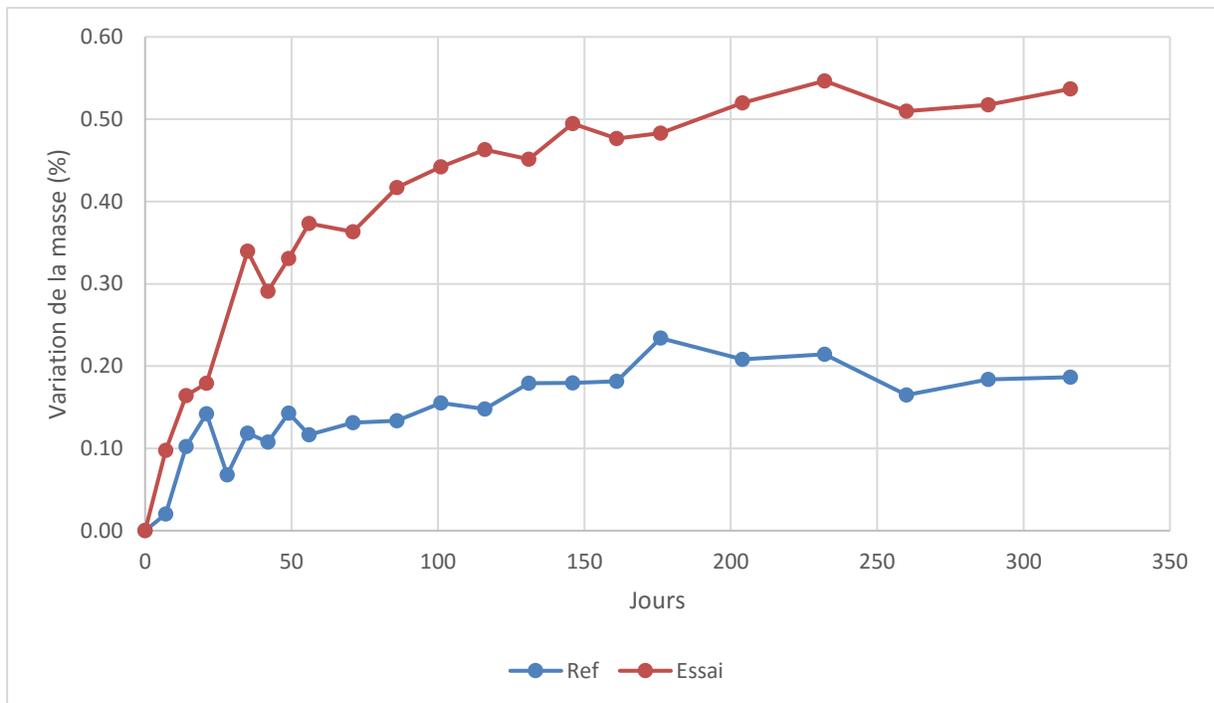


Figure 9-16 : Variation de masse Liant H : méthode de l'IFSTTAR pour les bétons de masse

10 Annexe 3 : Graphiques : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse

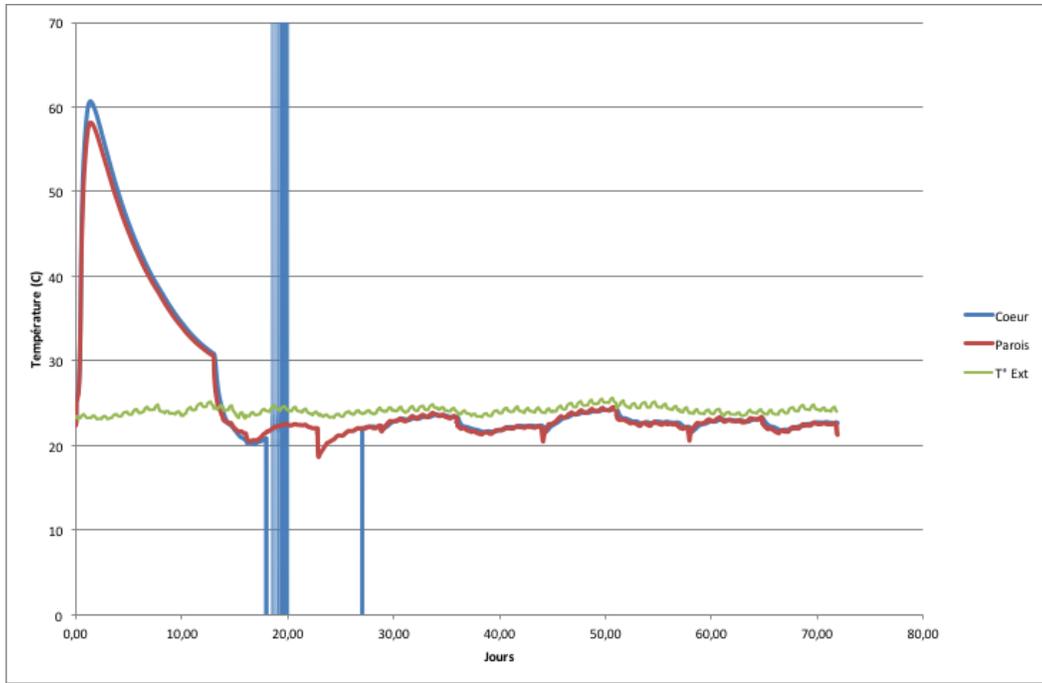


Figure 10-1 : Variation de température Liant A : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse

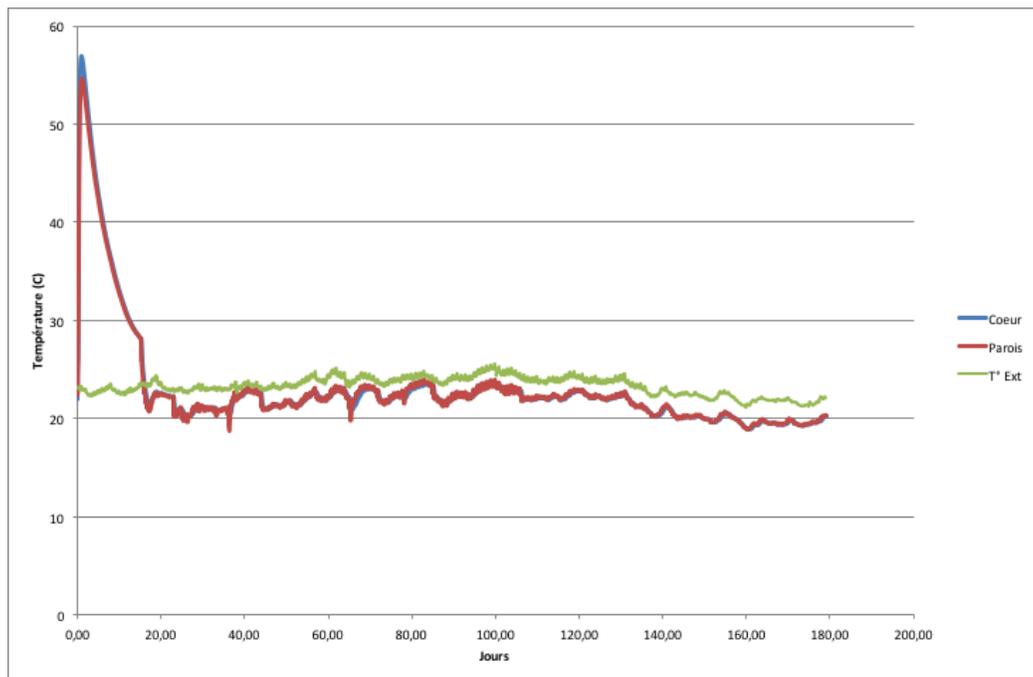


Figure 10-2 : Variation de température Liant B : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse

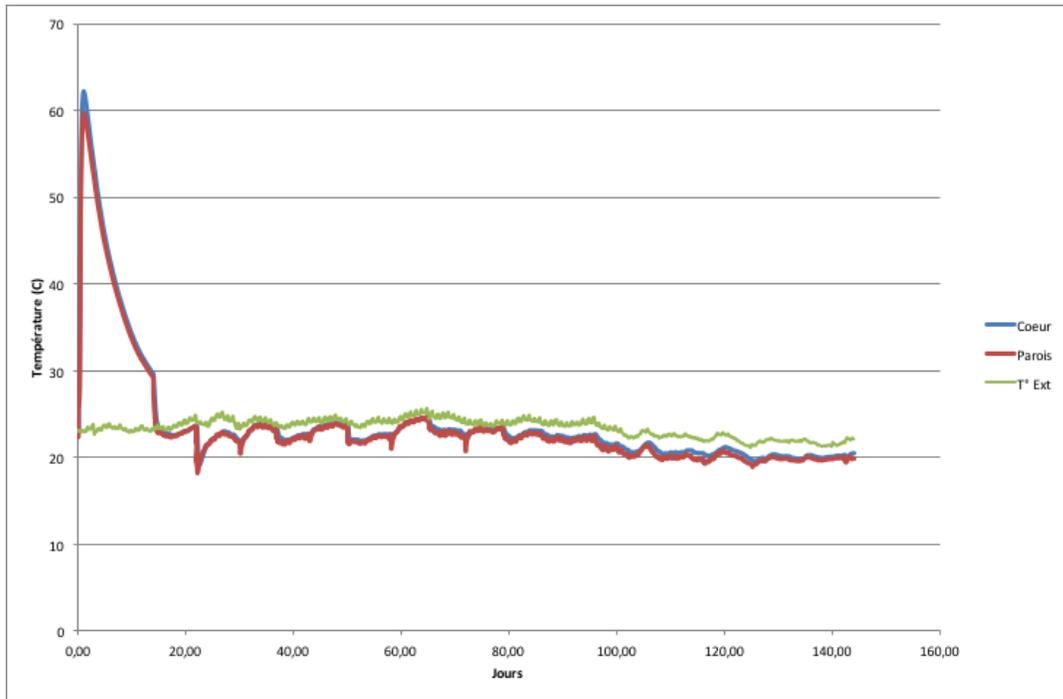


Figure 10-3 : Variation de température Liant C : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse

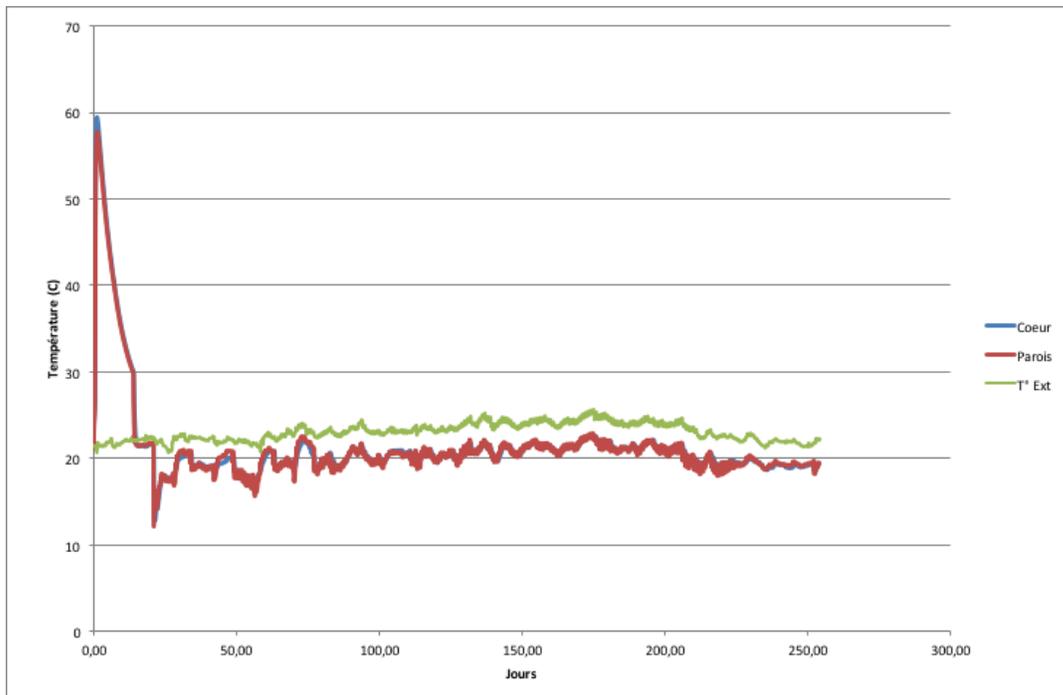


Figure 10-4 : Variation de température Liant D : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse

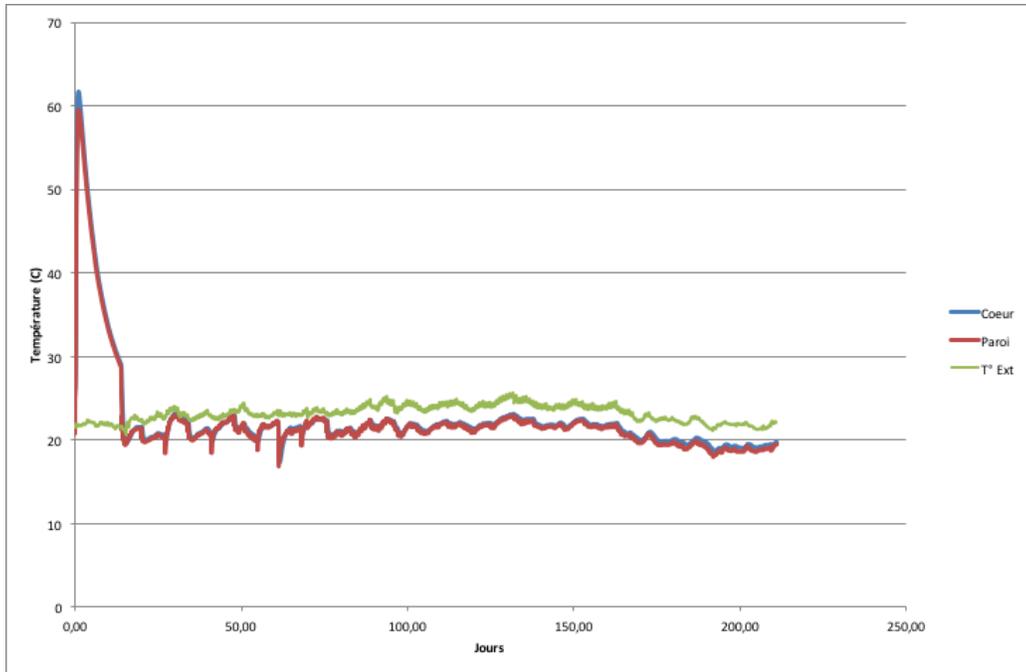


Figure 10-5 : Variation de température Liant E : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse

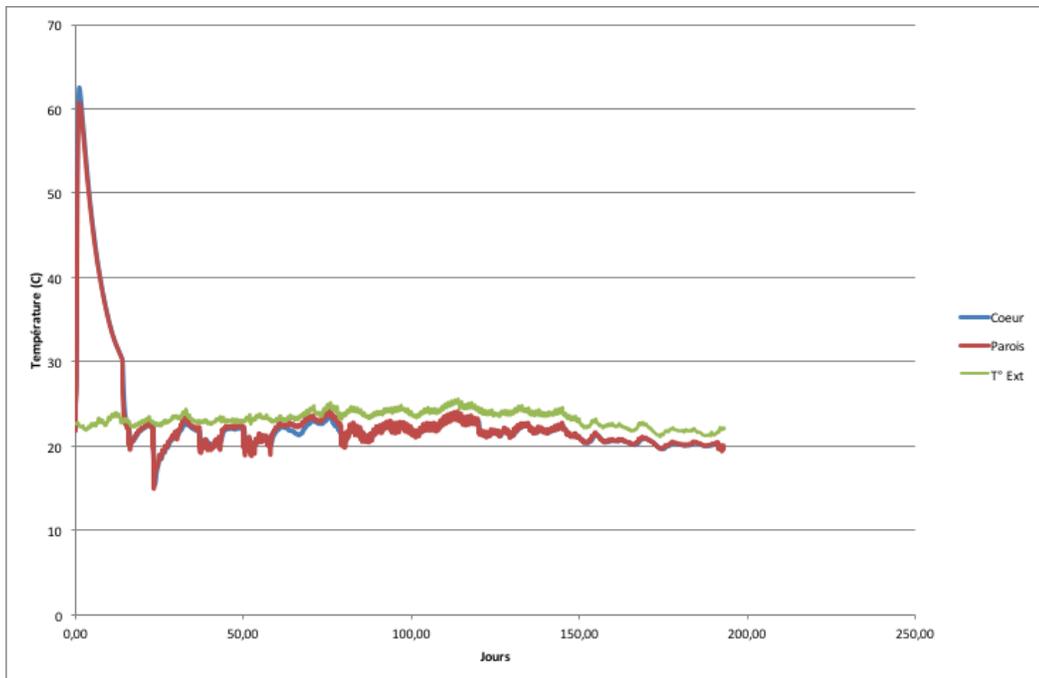


Figure 10-6 : Variation de température Liant F : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse

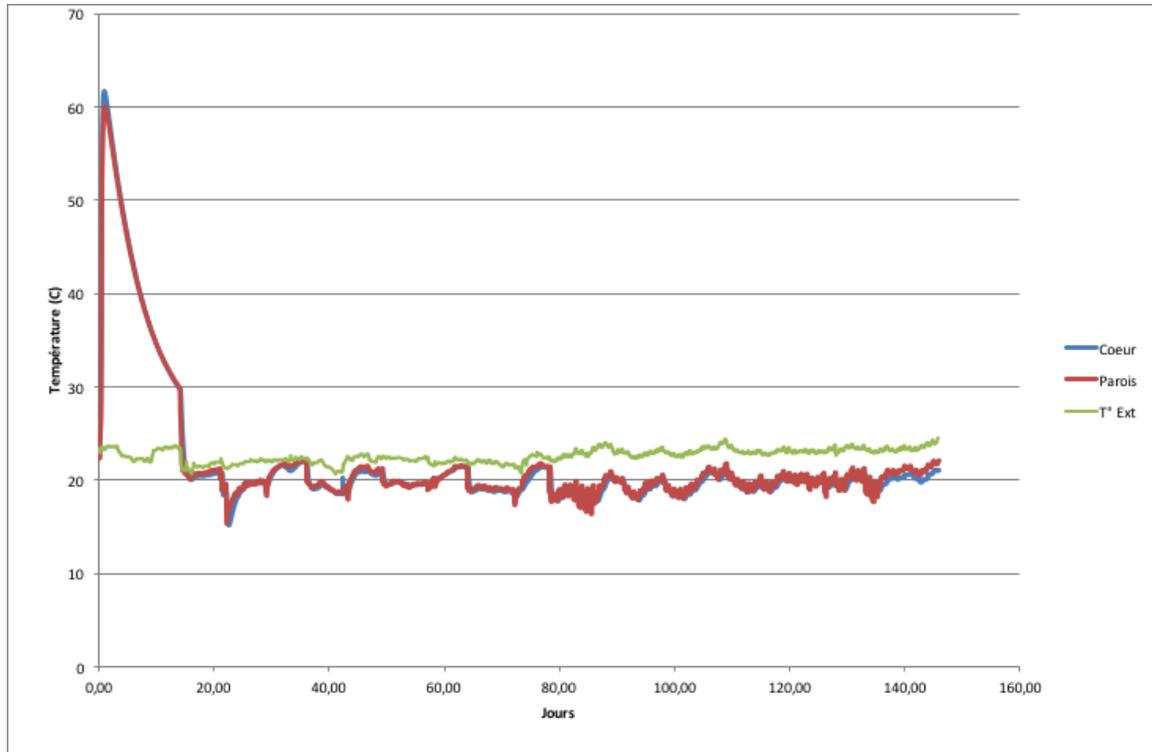


Figure 10-7 : Variation de température Liant G : : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse

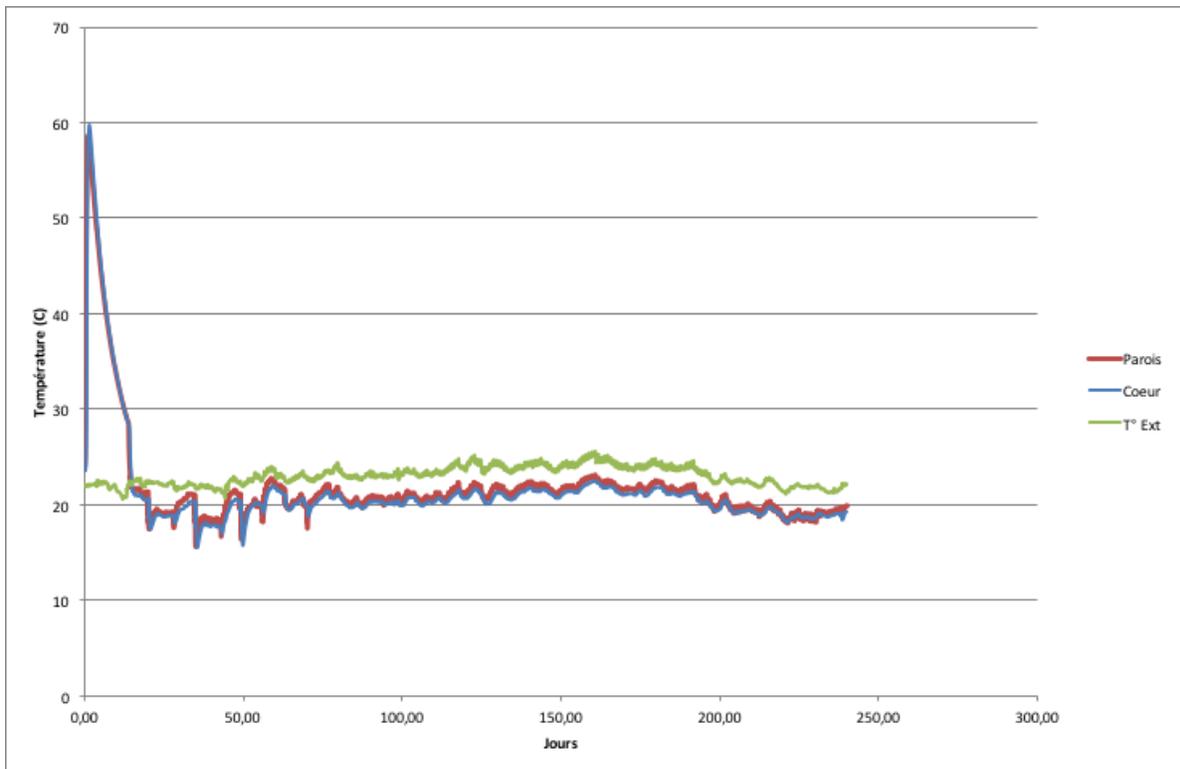


Figure 10-8 : Variation de température Liant H : méthode de l'UdeS pour les bétons de masse

11 Annexe 4 : Graphiques : méthode de l'IFSTTAR pour les préfabriqués

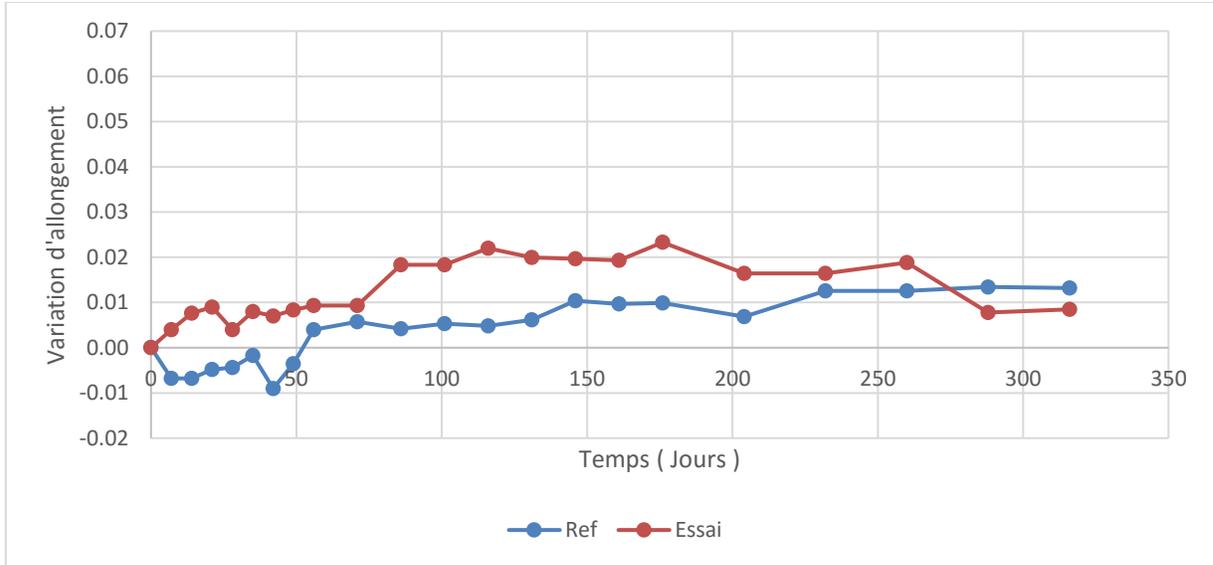


Figure 11-1 : Variation de longueur Liant A pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

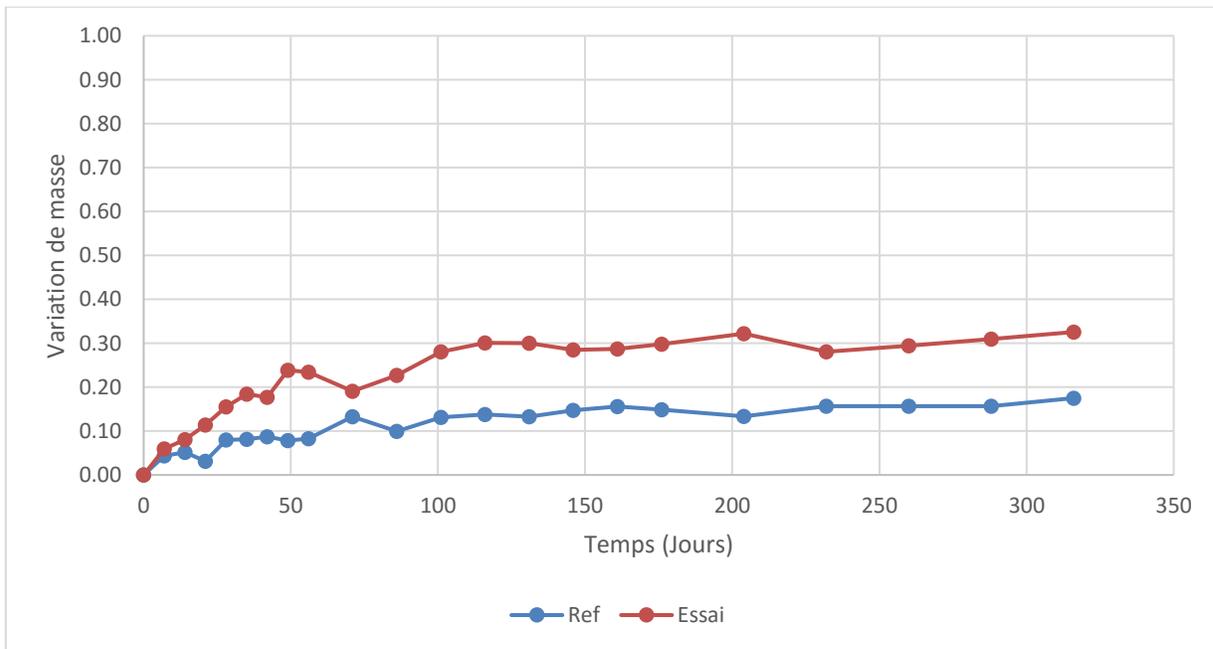


Figure 11-2 : Variation de masse Liant A pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

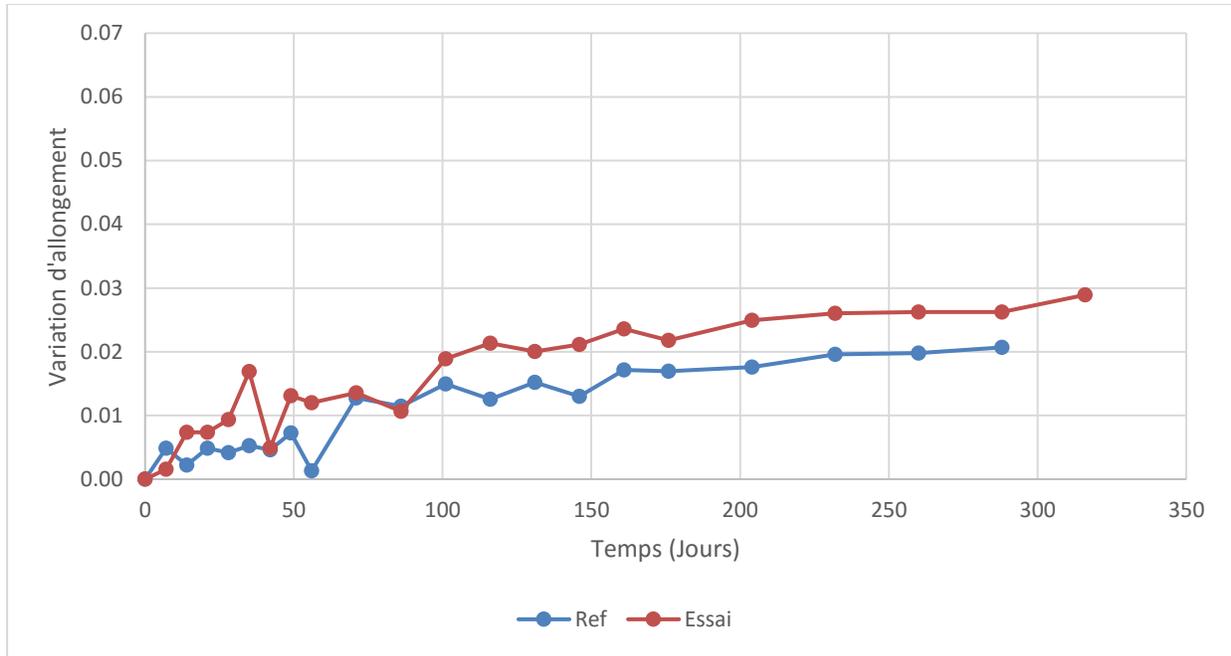


Figure 11-3 : Variation de longueur Liant B pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

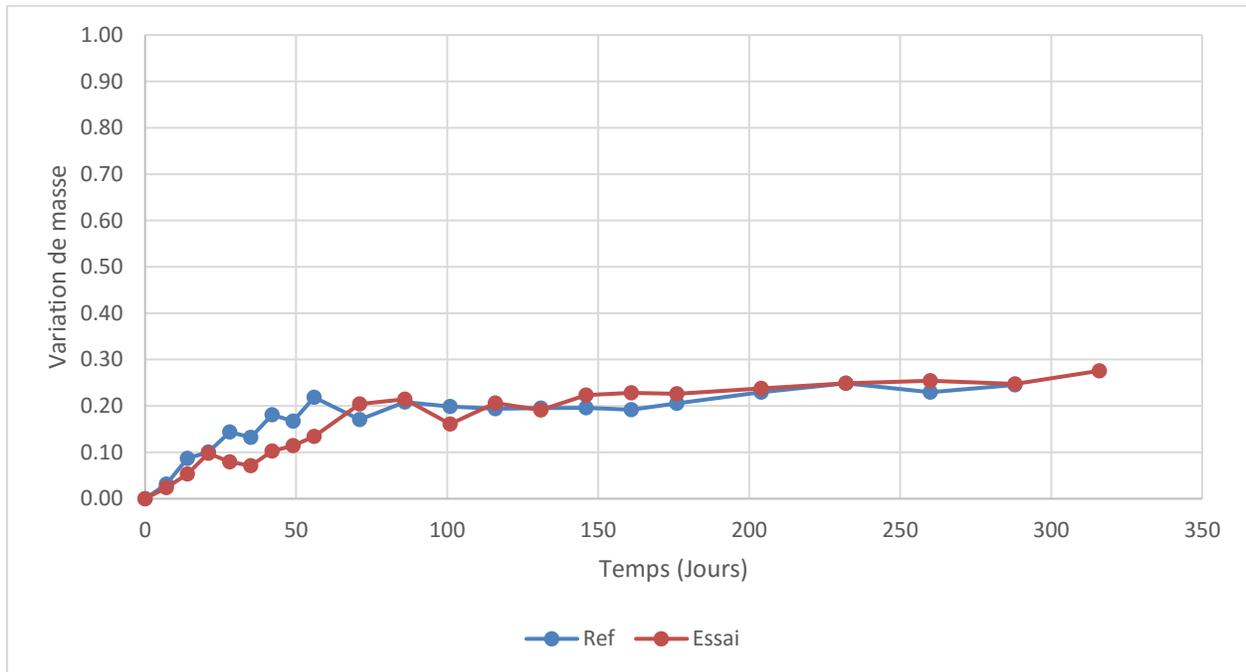


Figure 11-4 : Variation de masse Liant B pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

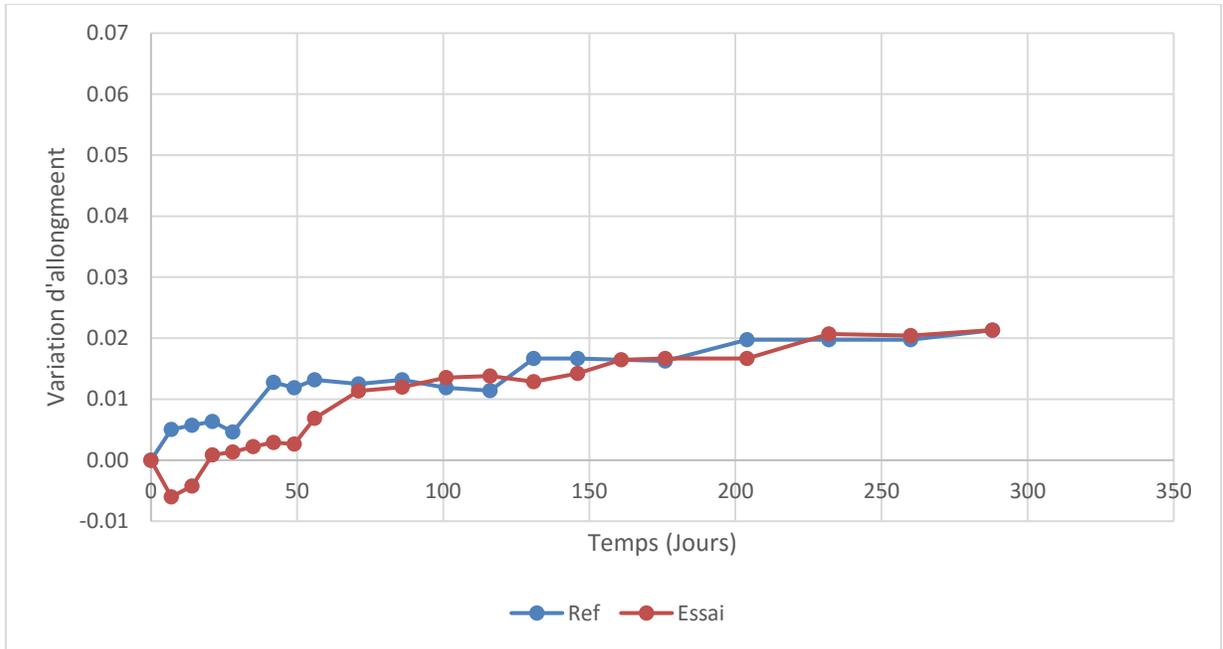


Figure 11-5 : Variation de longueur Liant C pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

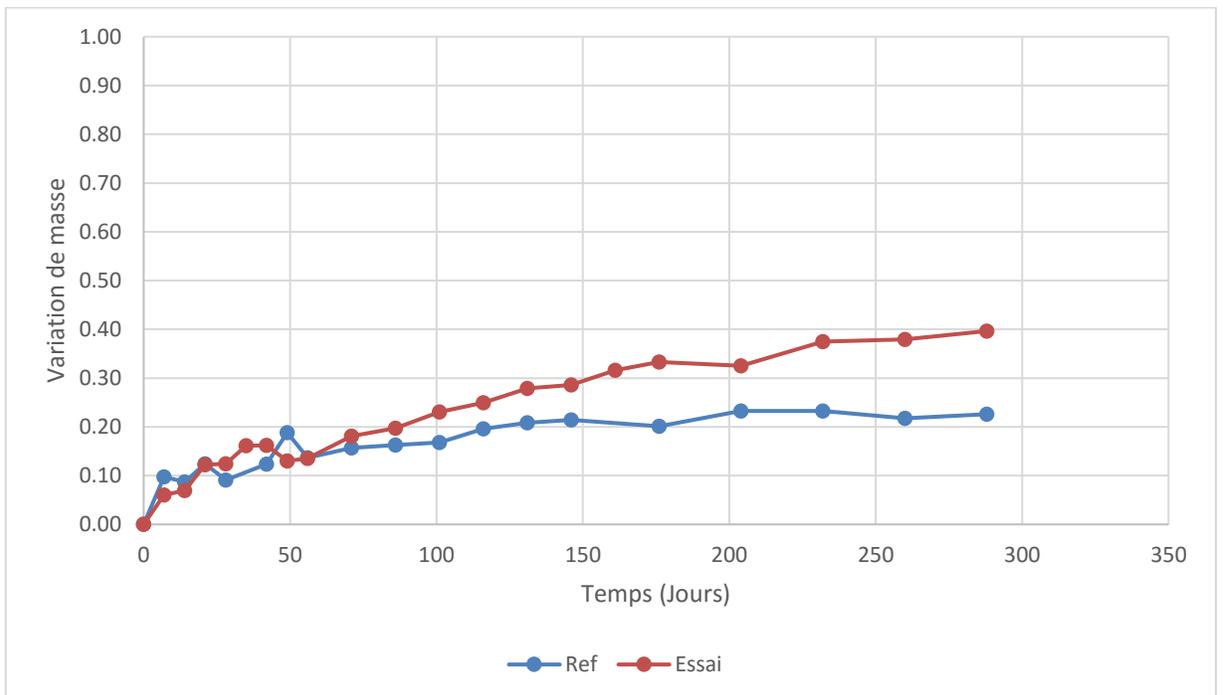


Figure 11-6 : Variation de mass Liant C pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

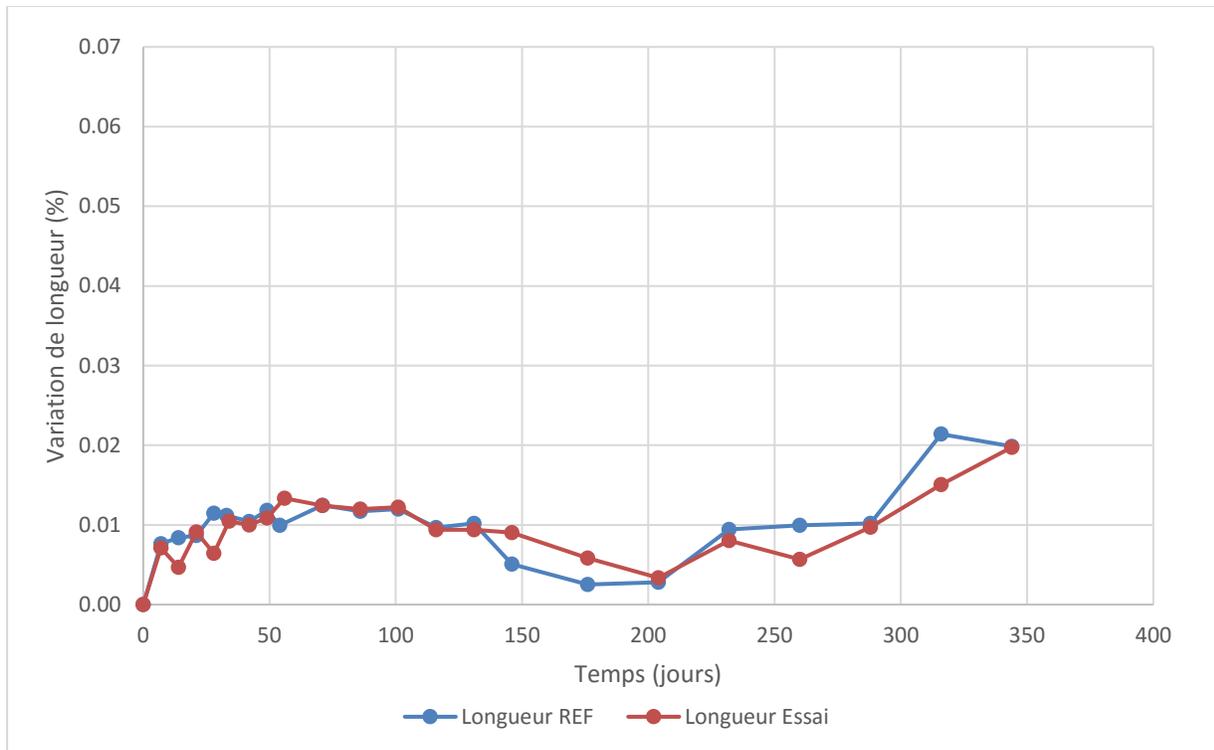


Figure 11-7 : Variation de longueur Liant D pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

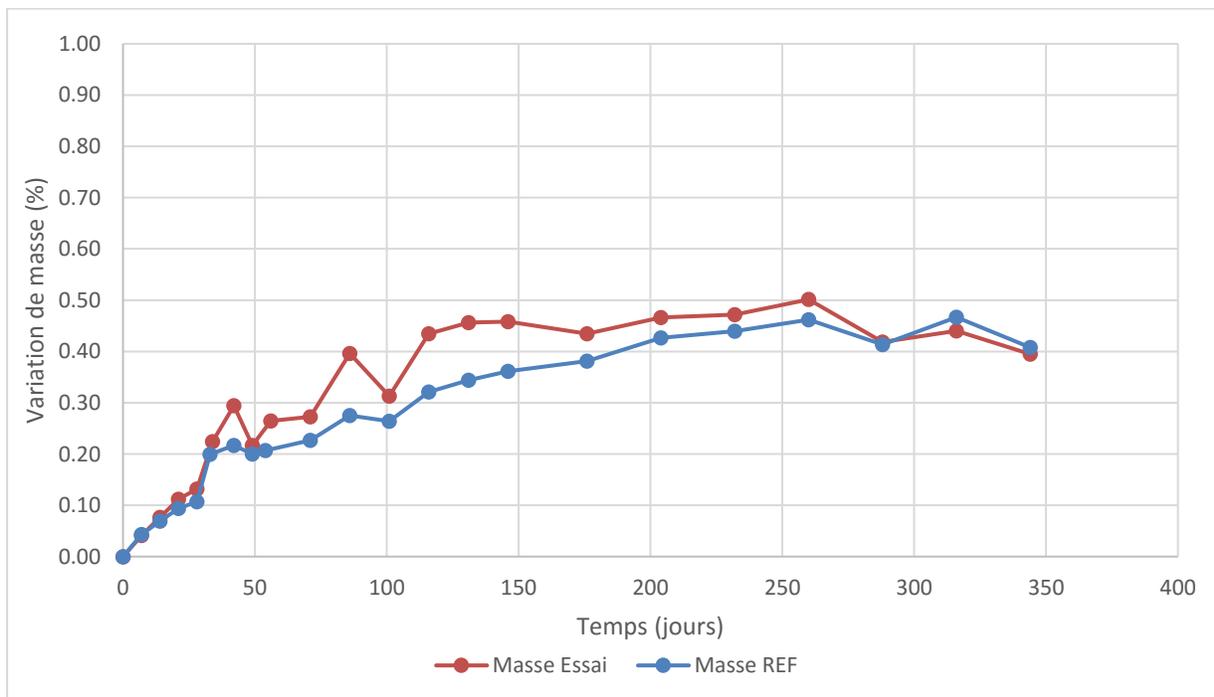


Figure 11-8 : Variation de masse Liant D pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

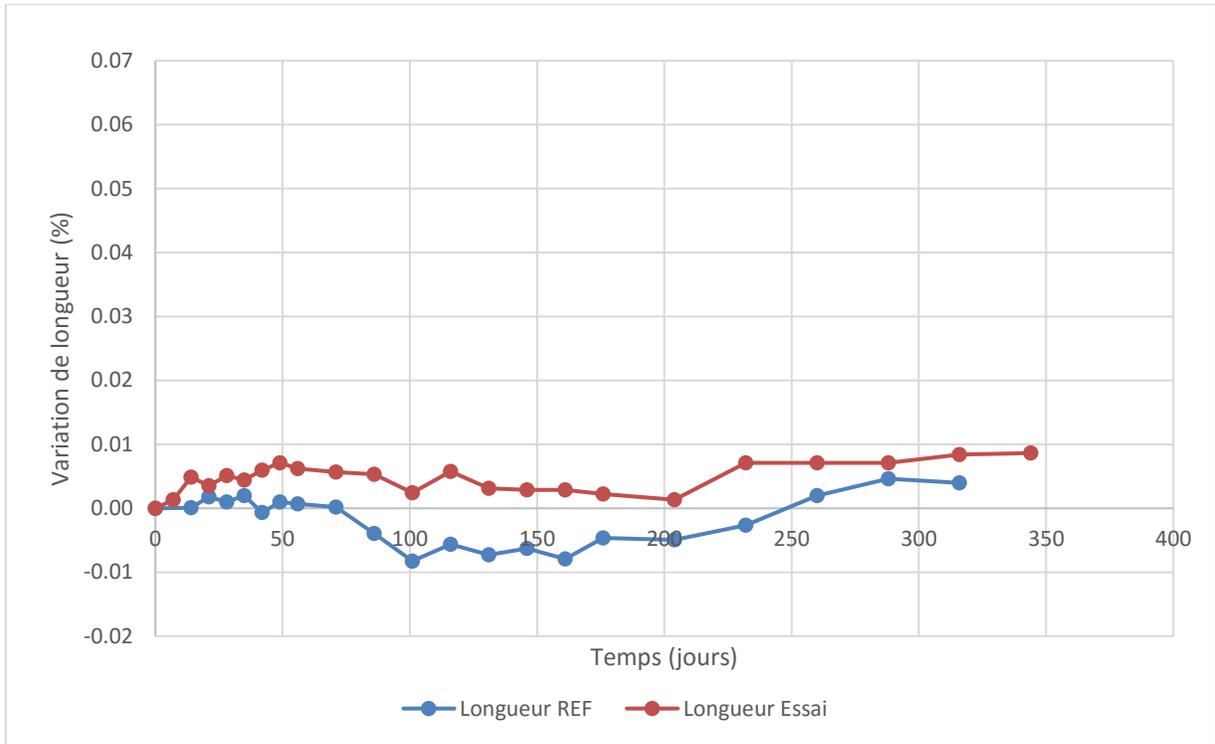


Figure 11-9 : Variation de longueur Liant E pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

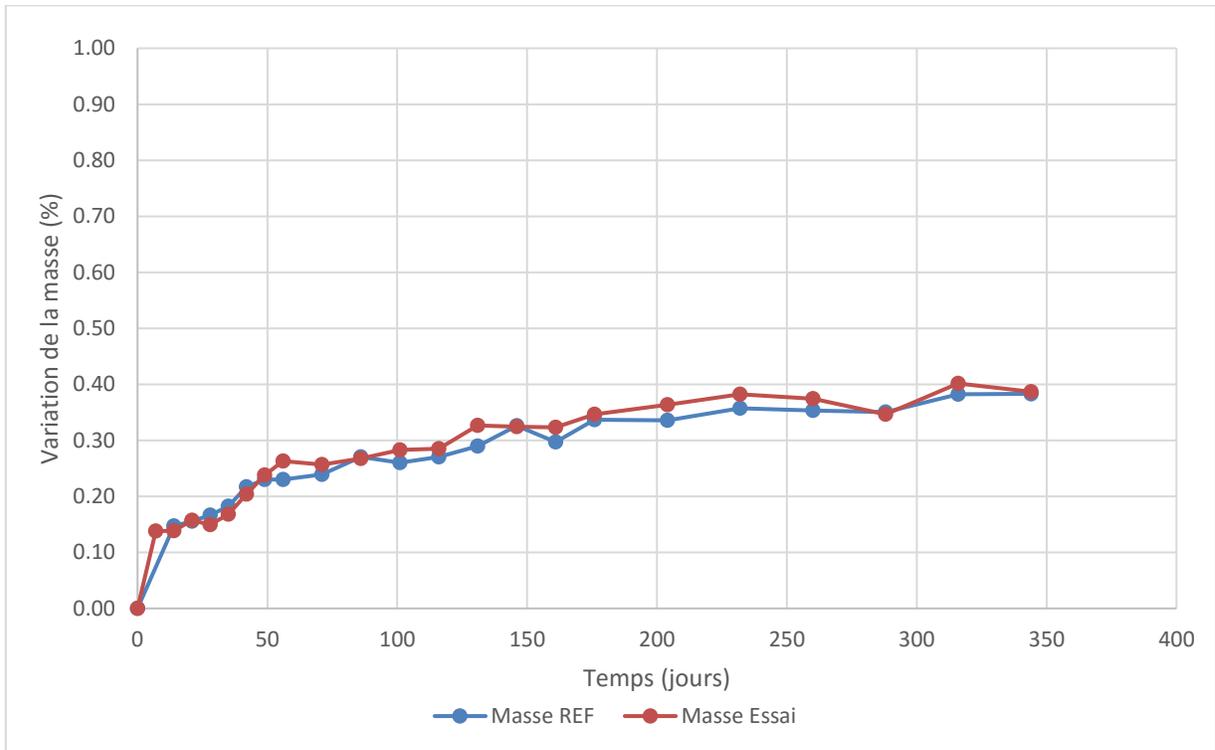


Figure 11-10 : Variation de masse Liant E pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

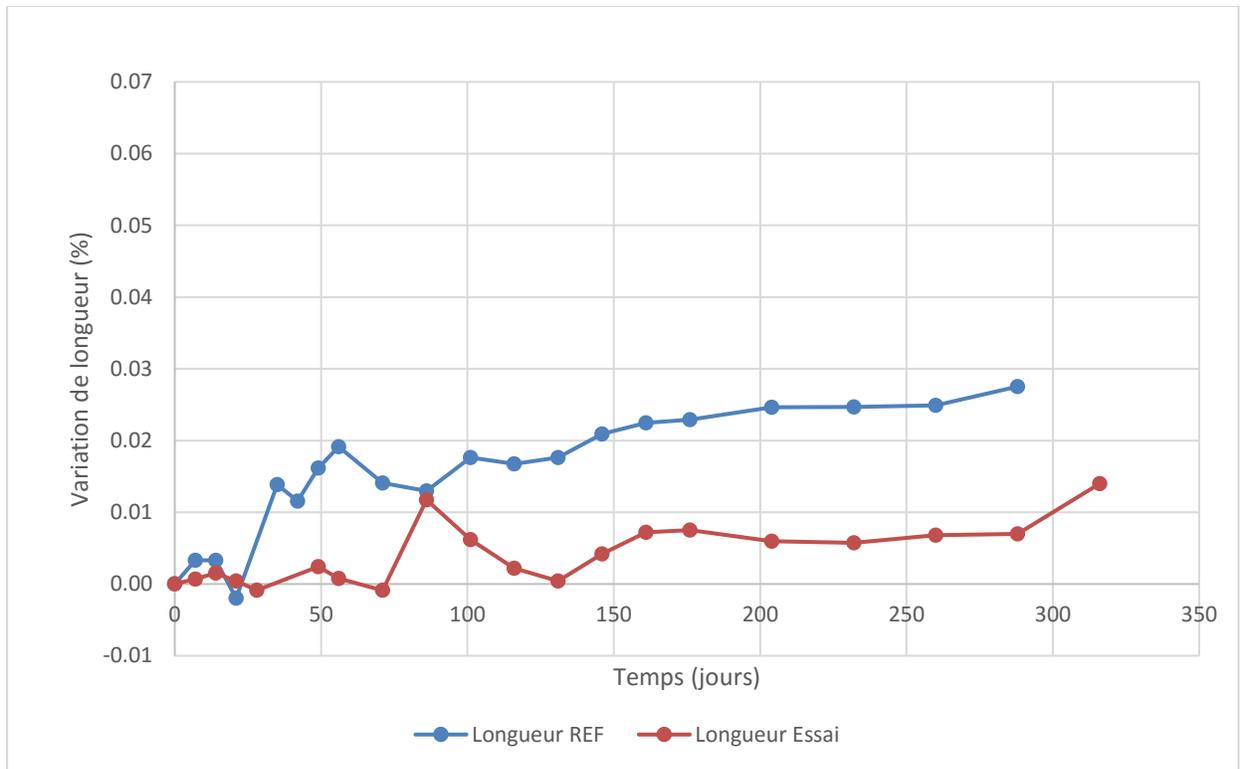


Figure 11-11 : Variation d'allongement Liant F pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

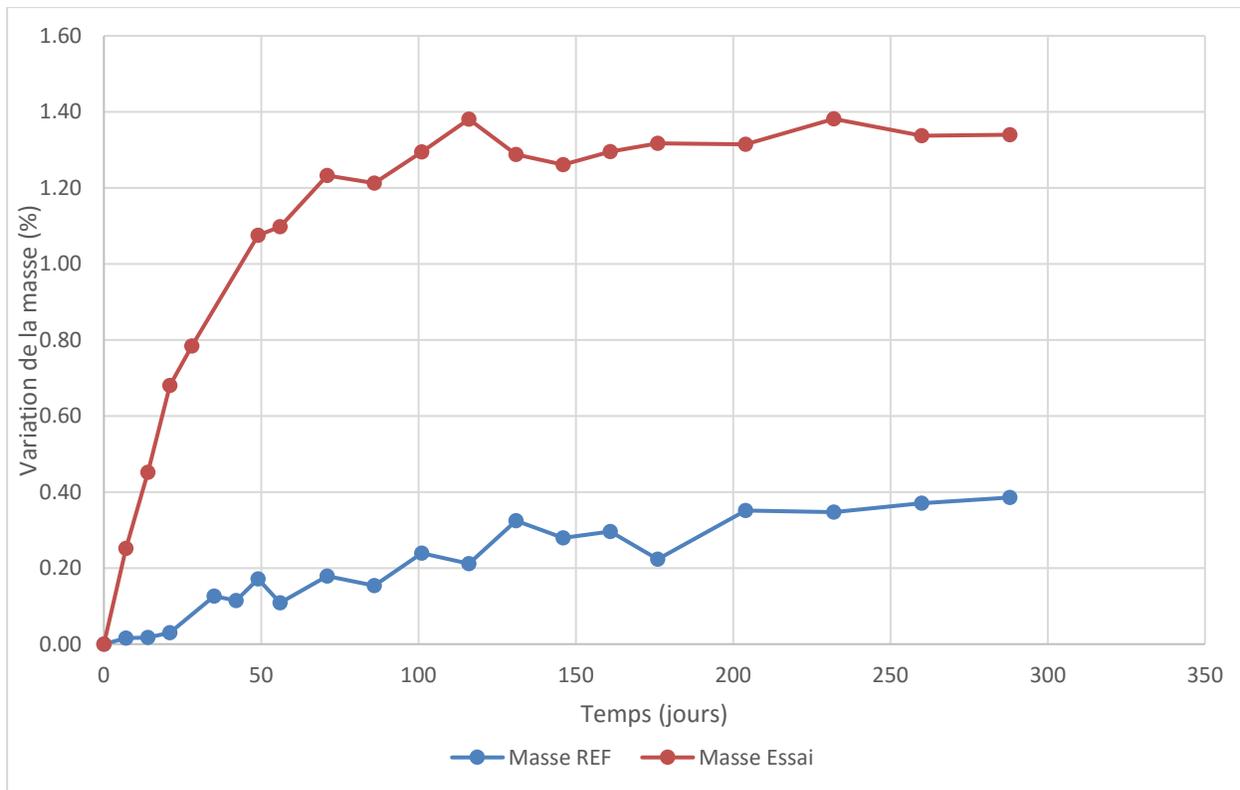


Figure 11-12 : Variation de masse Liant F pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

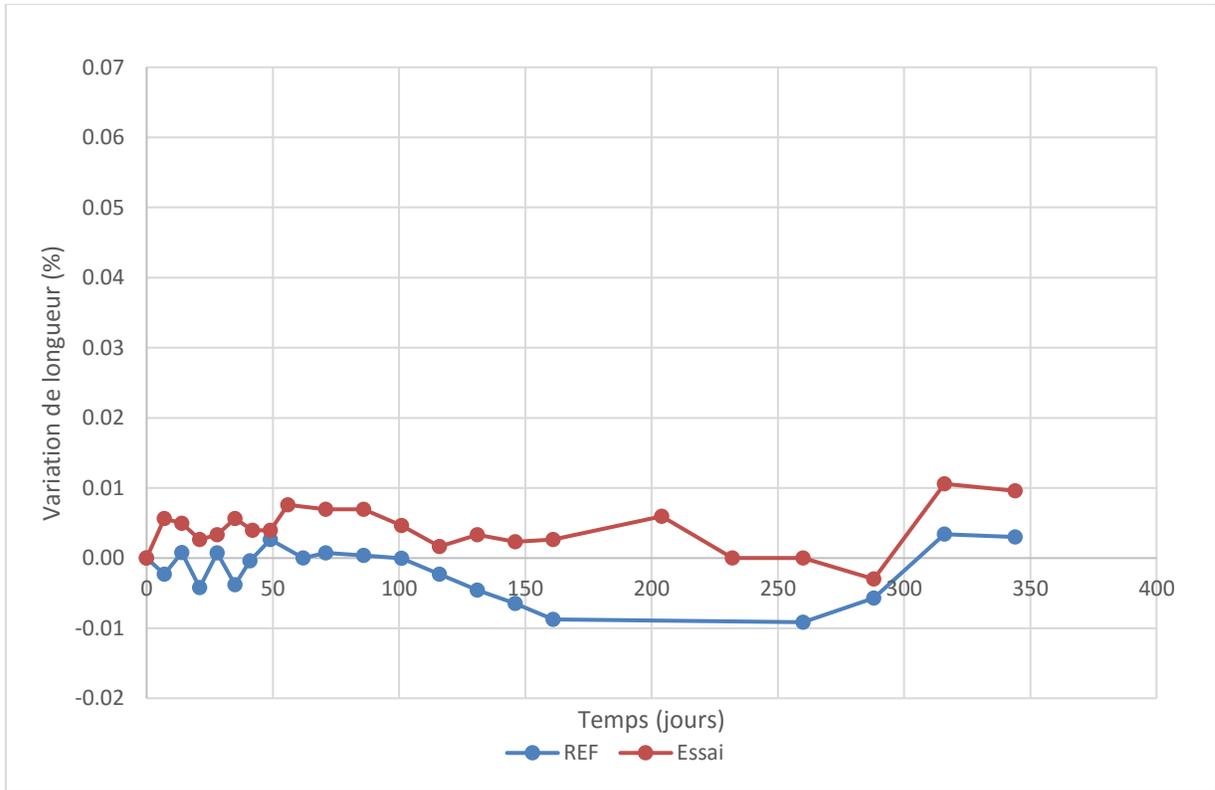


Figure 11-13 : Variation d'allongement Liant G pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

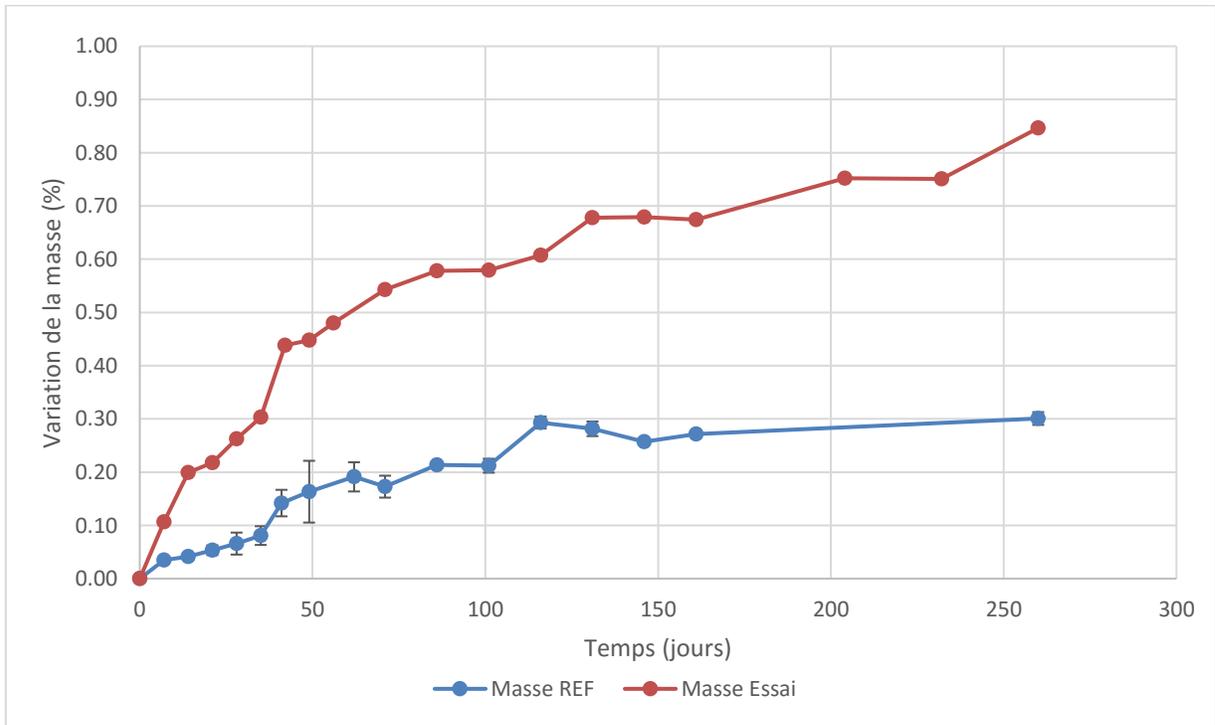


Figure 11-14 : Variation de masse Liant G pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

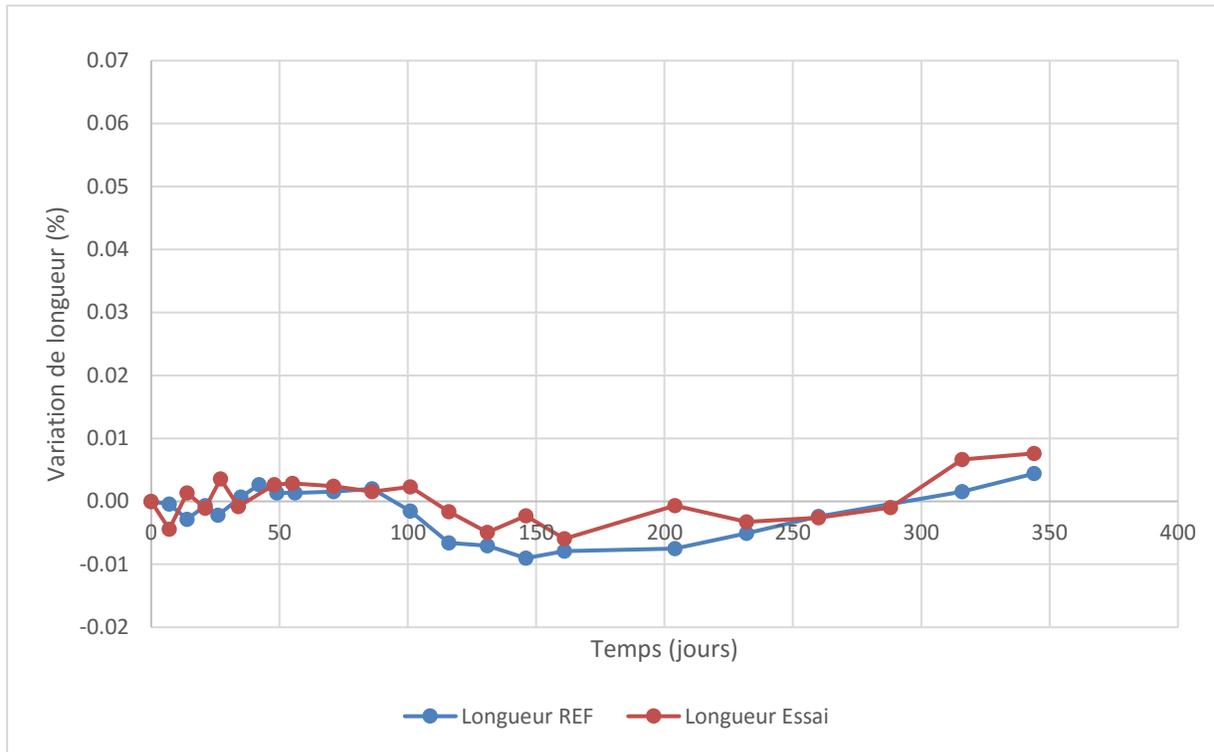


Figure 11-15 : Variation de longueur Liant H pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

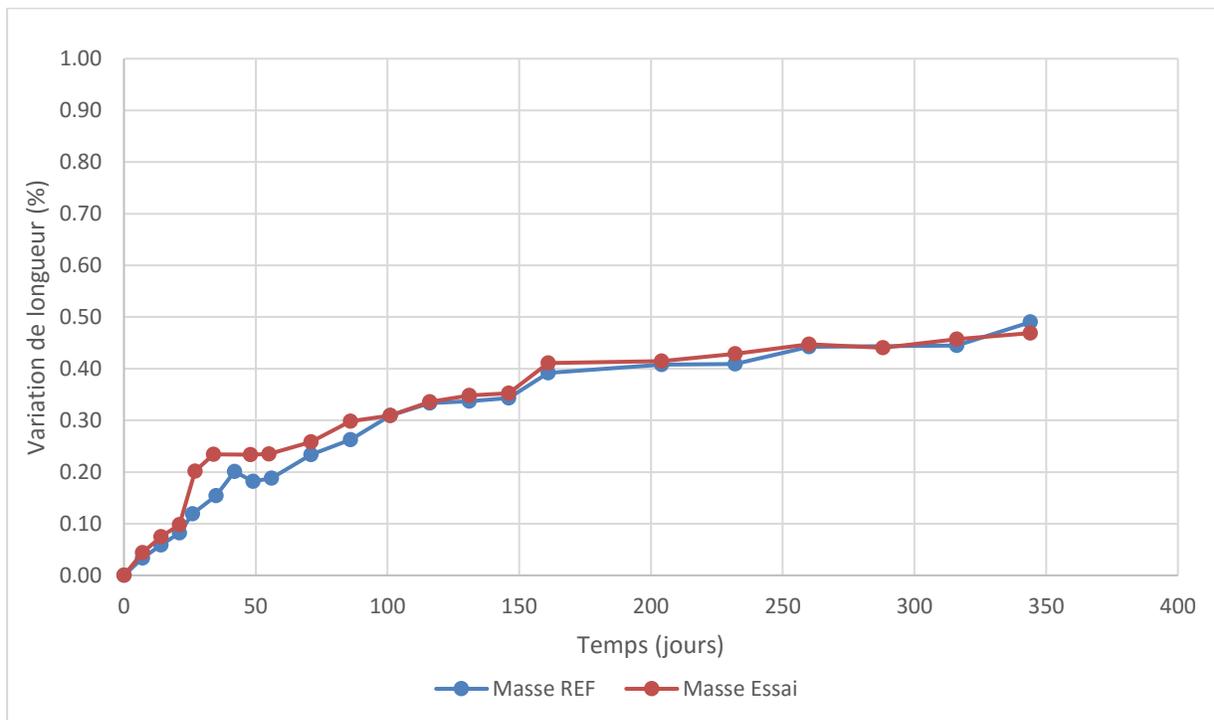


Figure 11-16 : Variation de masse Liant H pour la méthode de l'IFSTTAR pour les bétons préfabriqués

12 Annexe 5 : Graphique : test à 80°C pour les préfabriqués

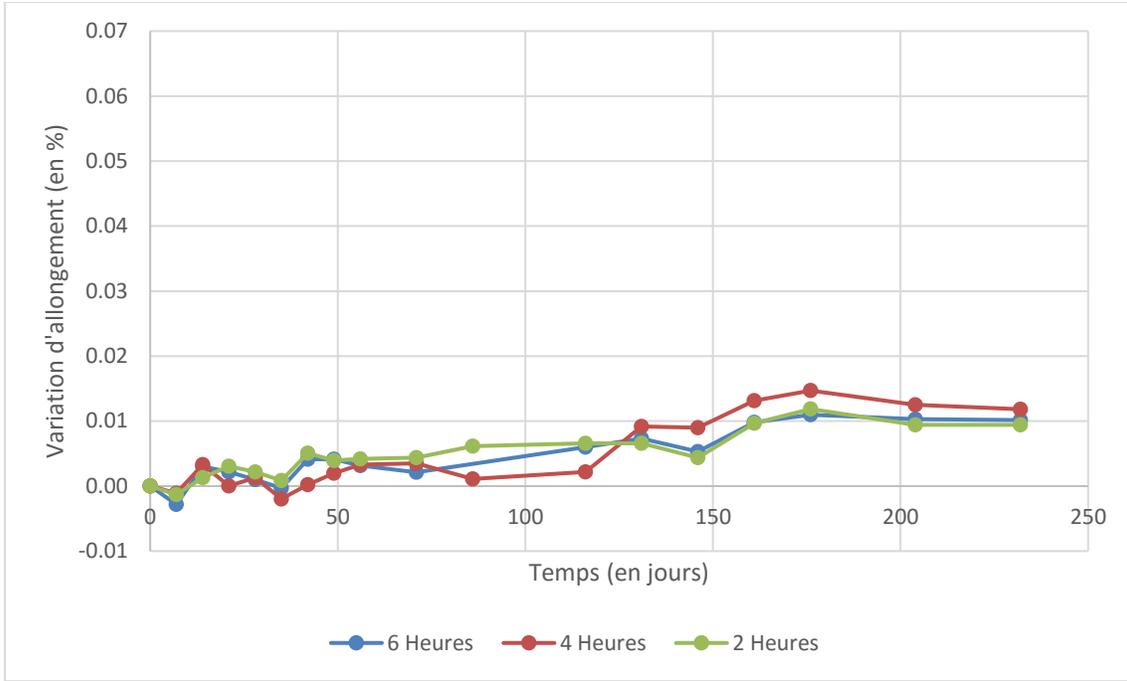


Figure 12-1 : Variation d'allongement Liant A pour le test à 80°C

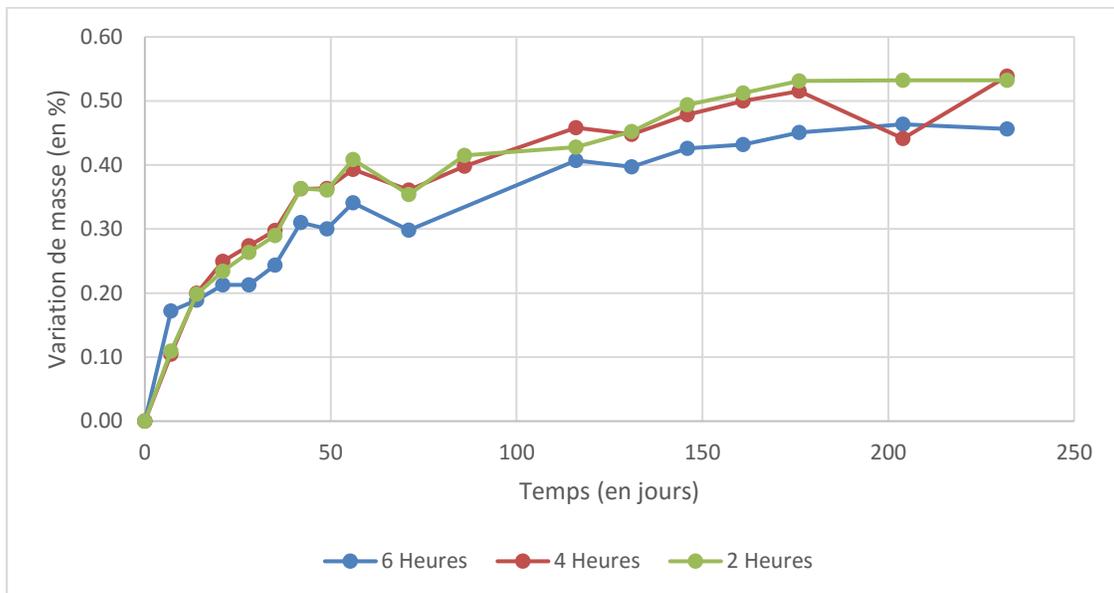


Figure 12-2 : Variation de masse Liant A pour le test à 80°C

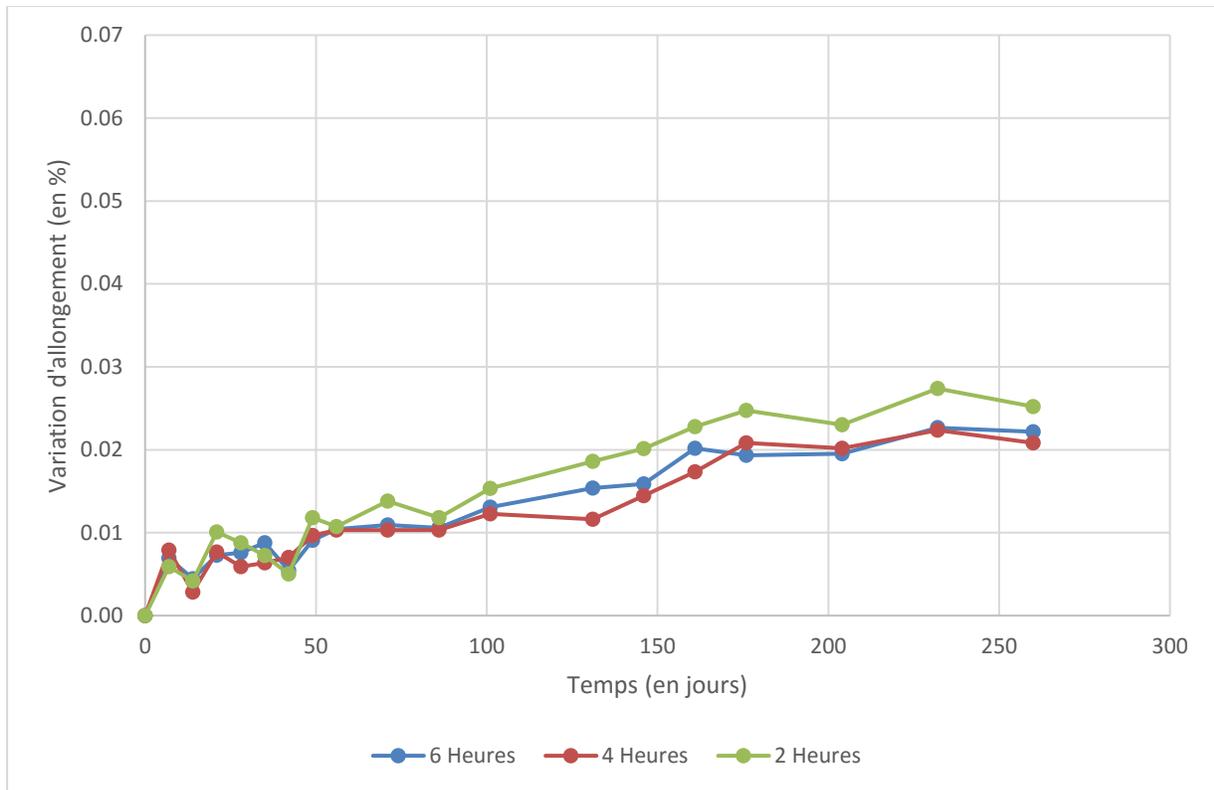


Figure 12-3 : Variation d'allongement Liant B pour le test à 80°C

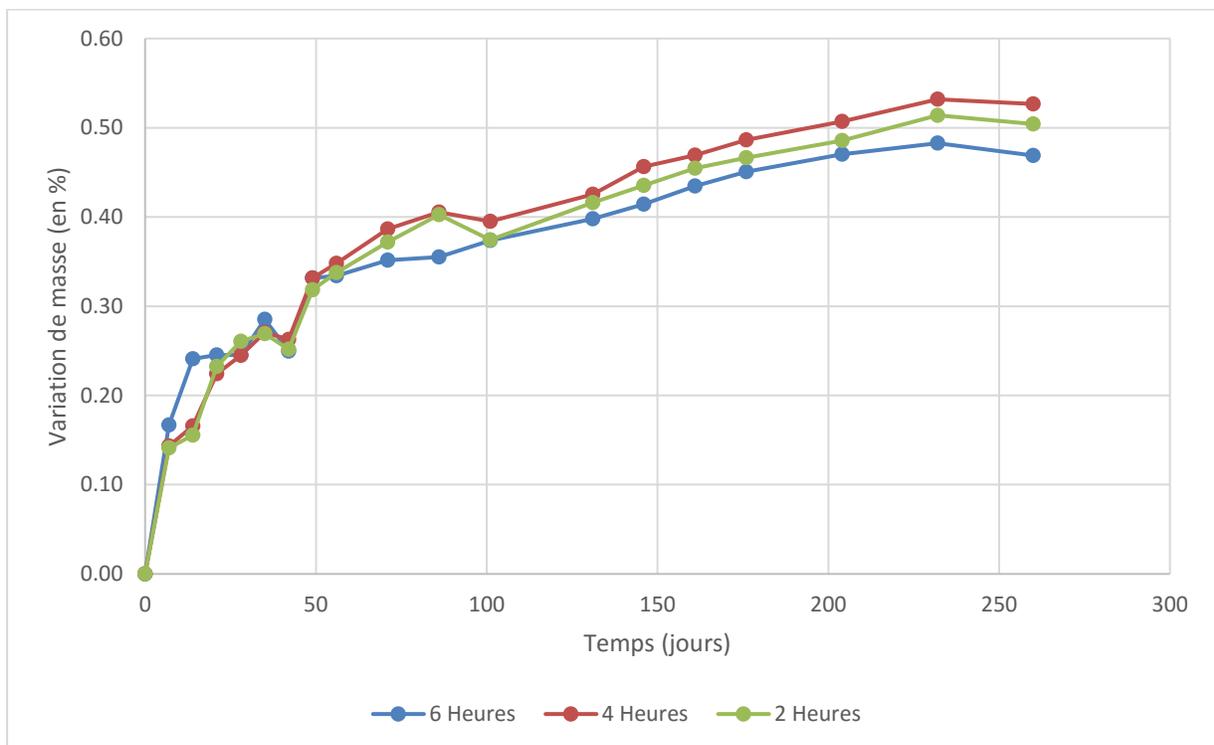


Figure 12-4 : Variation de masse Liant B pour le test à 80°C

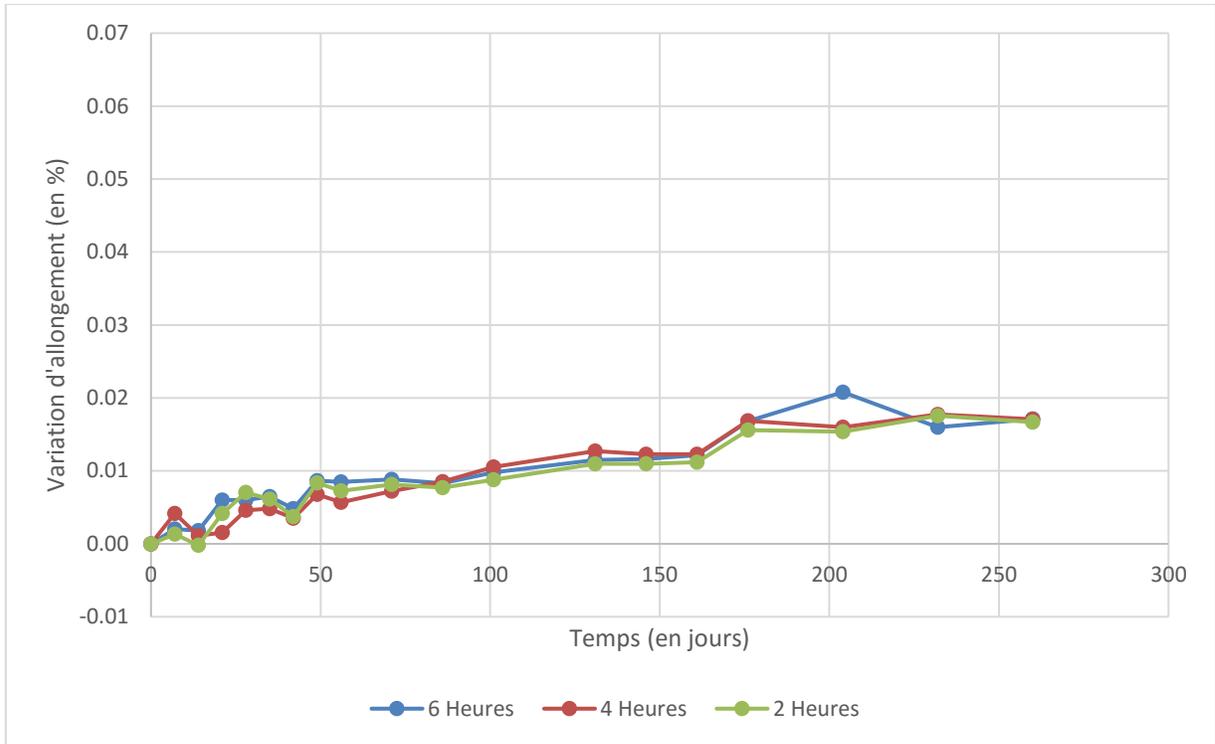


Figure 12-5 : Variation d'allongement Liant C pour le test à 80°C

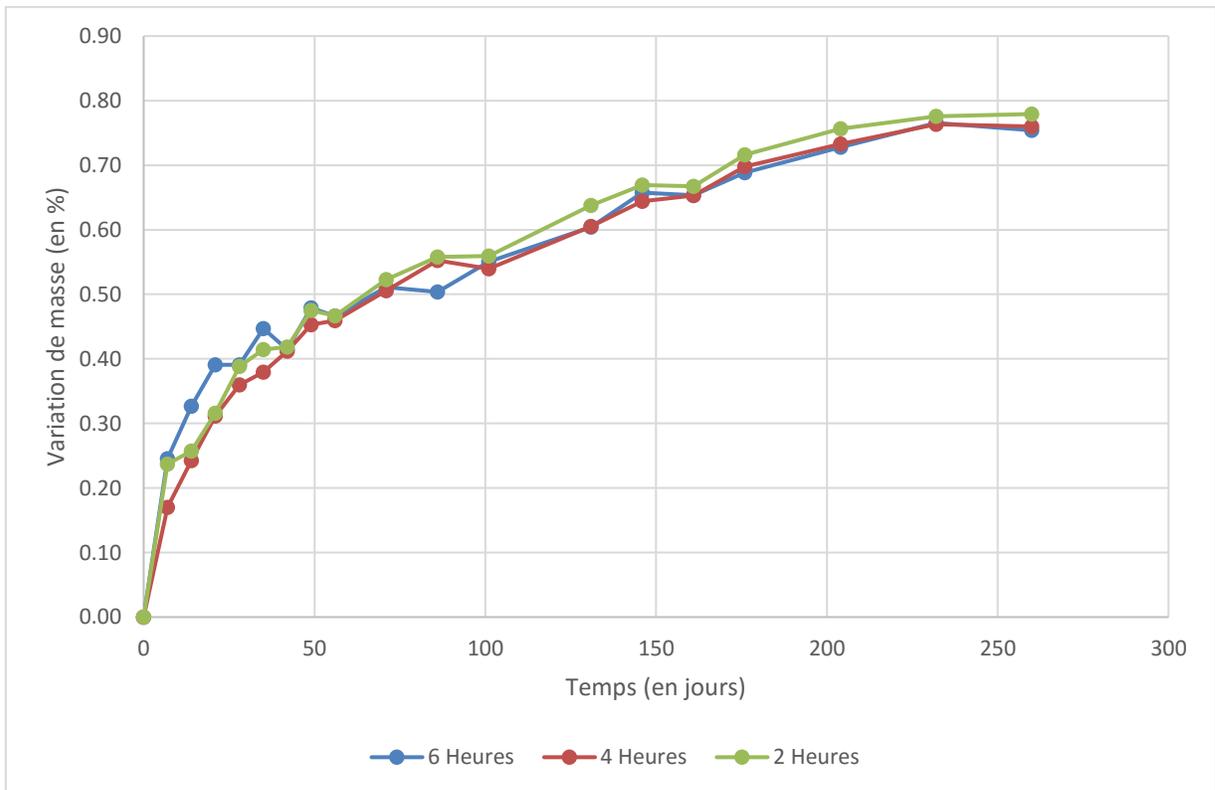


Figure 12-6 : Variation de masse Liant C pour le test à 80°C

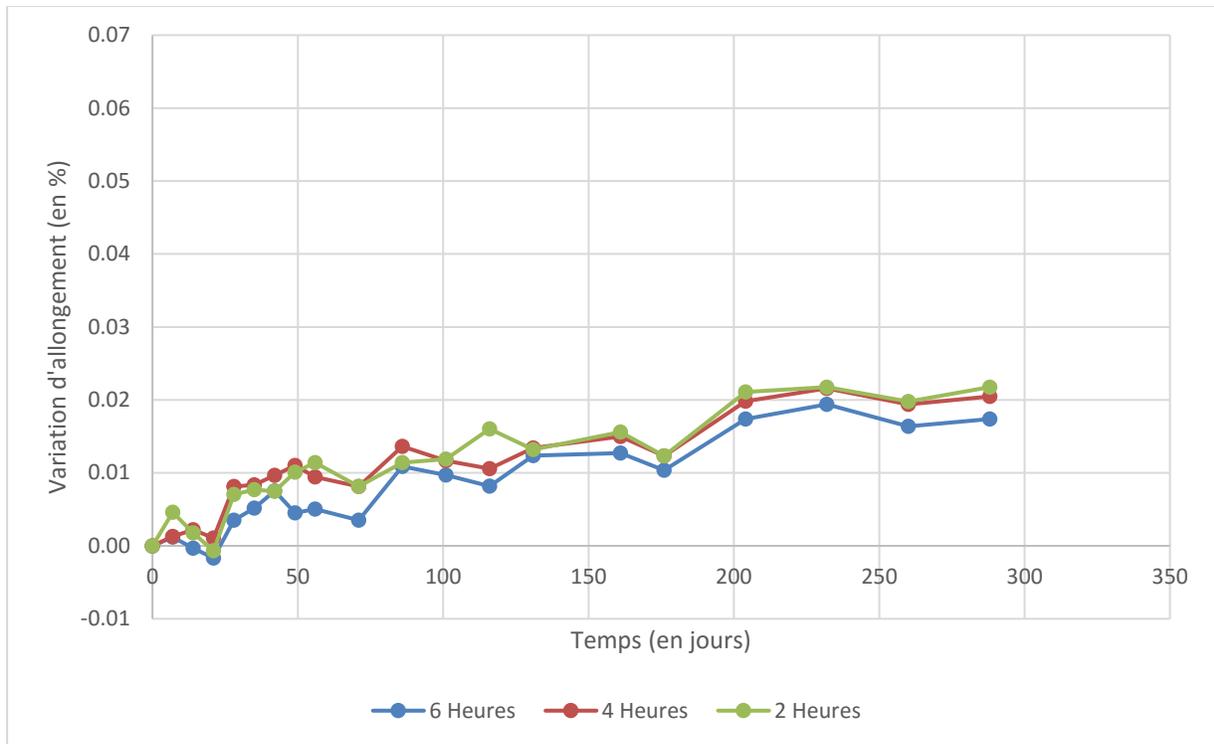


Figure 12-7 : Variation d'allongement Liant D pour le test à 80°C

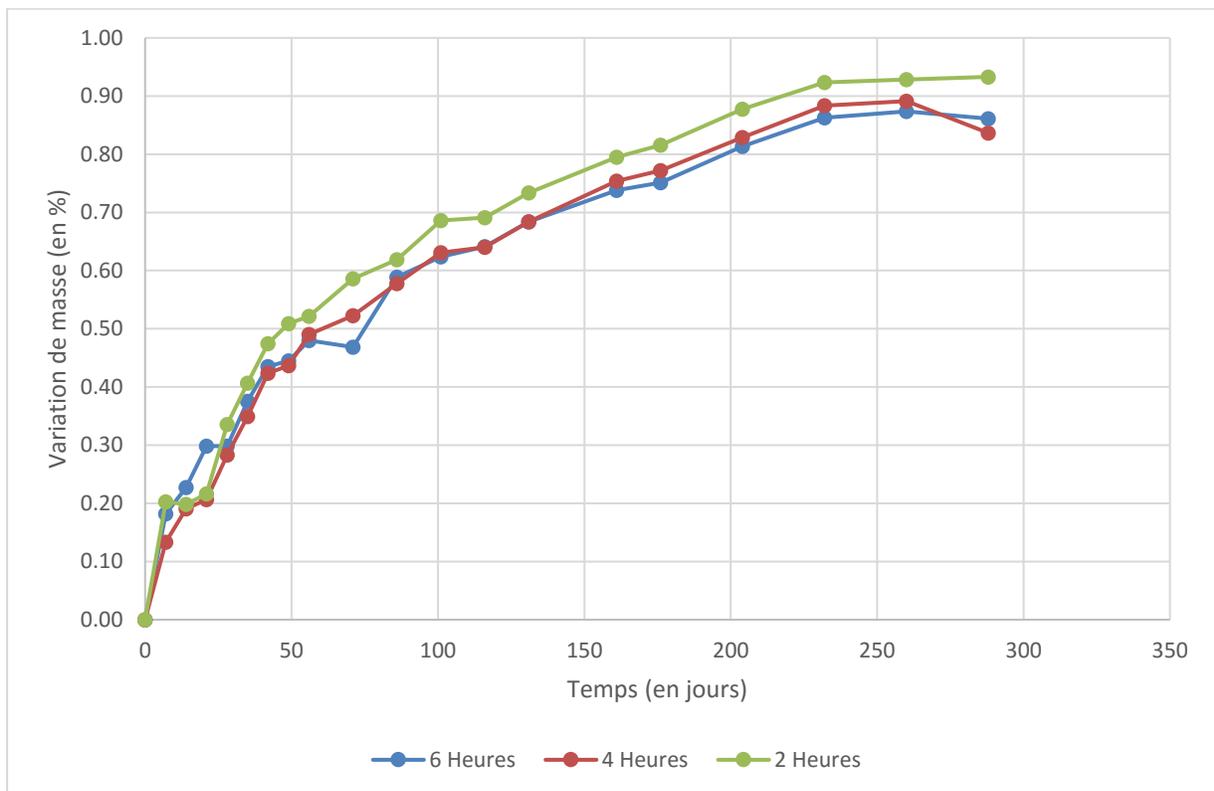


Figure 12-8 : Variation de masse Liant D pour le test à 80°C

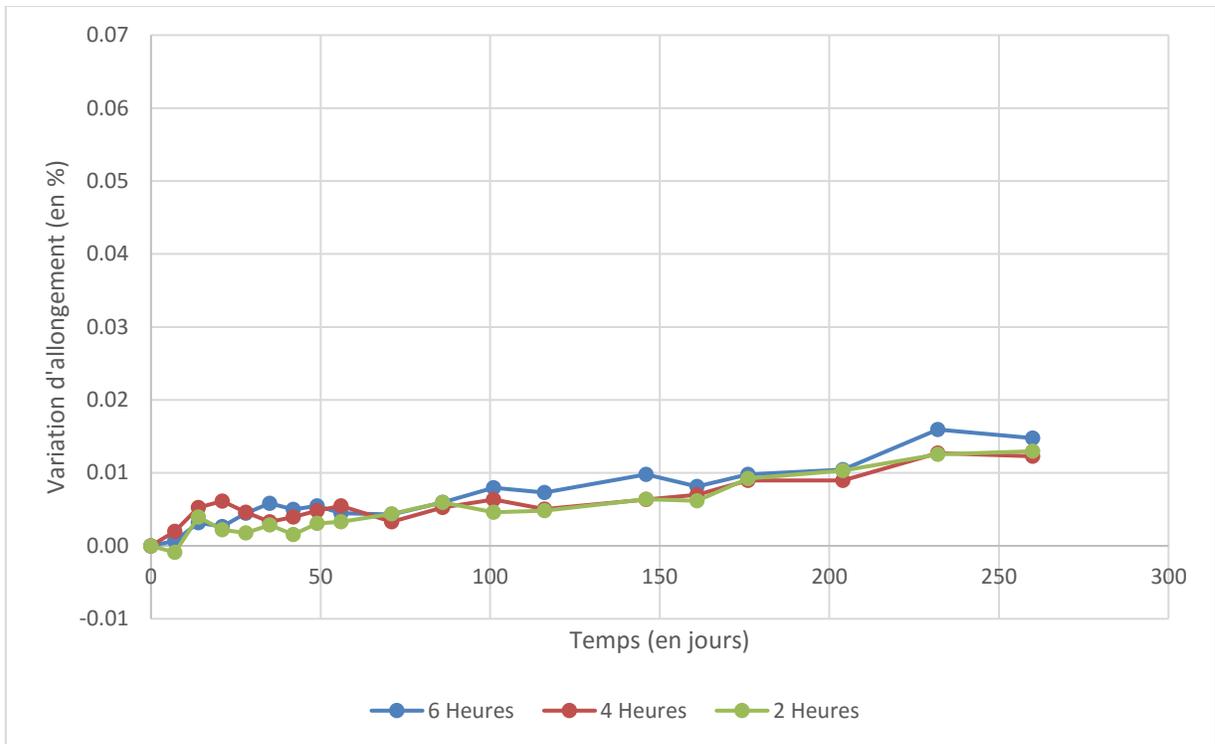


Figure 12-9 : Variation d'allongement Liant E pour le test à 80°C

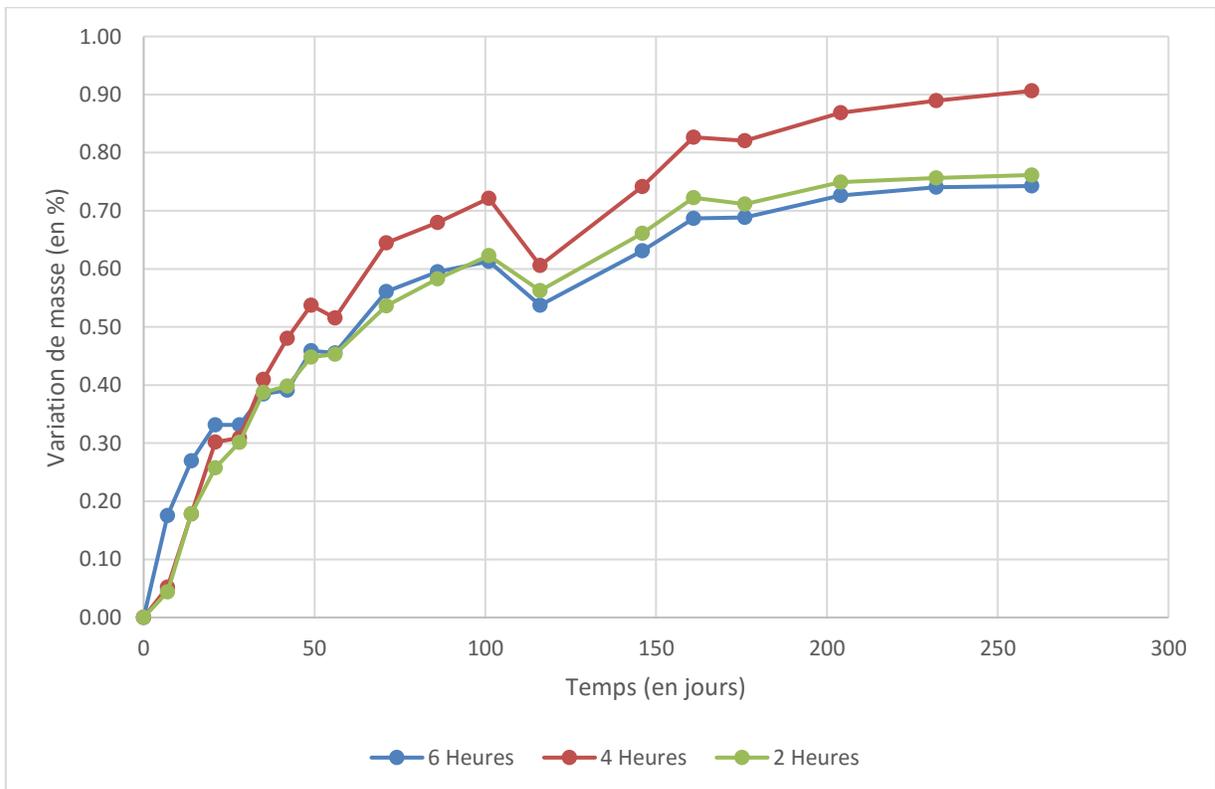


Figure 12-10 : Variation de masse Liant E pour le test à 80°C

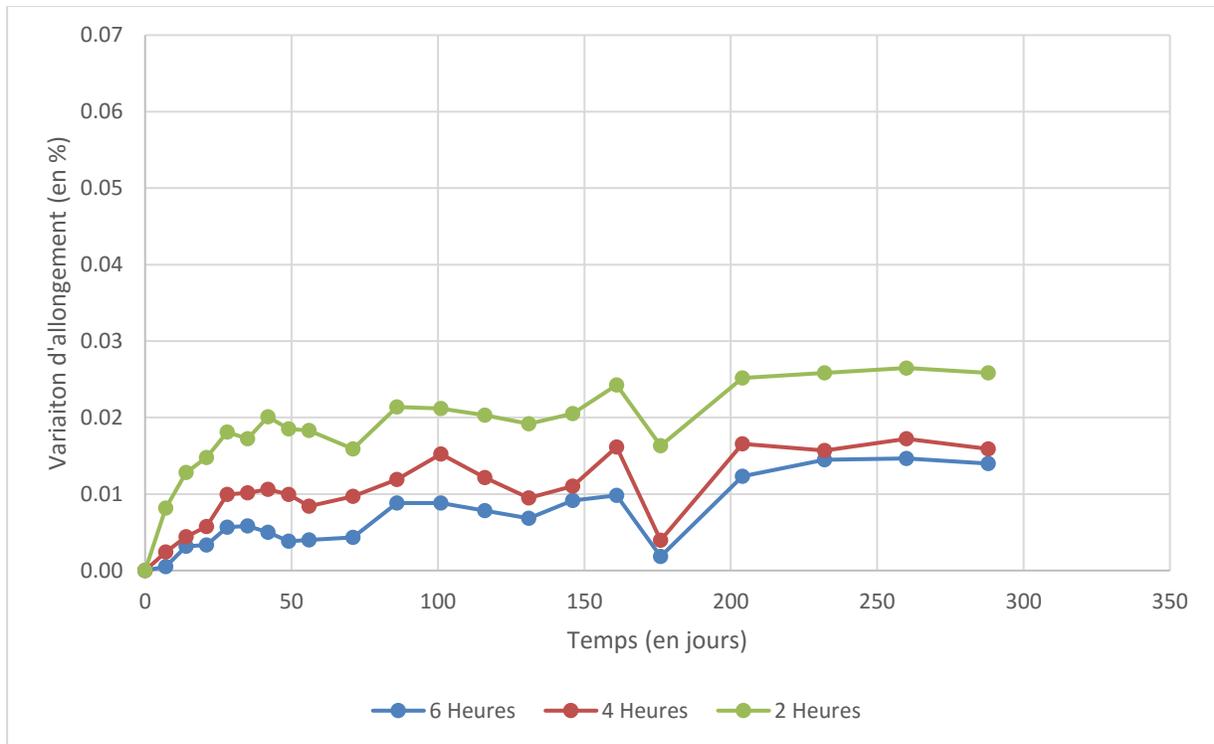


Figure 12-11 : Variation d'allongement Liant F pour le test à 80°C

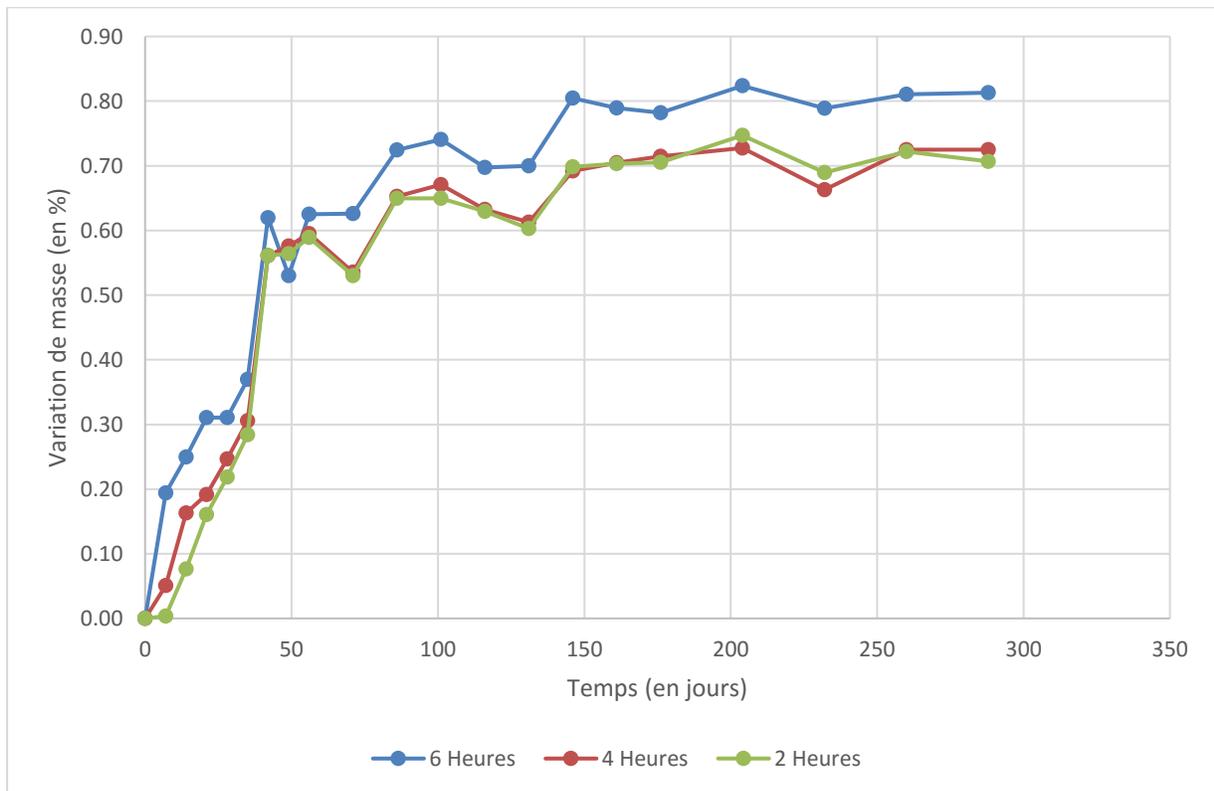


Figure 12-12 : Variation de masse Liant F pour le test à 80°C

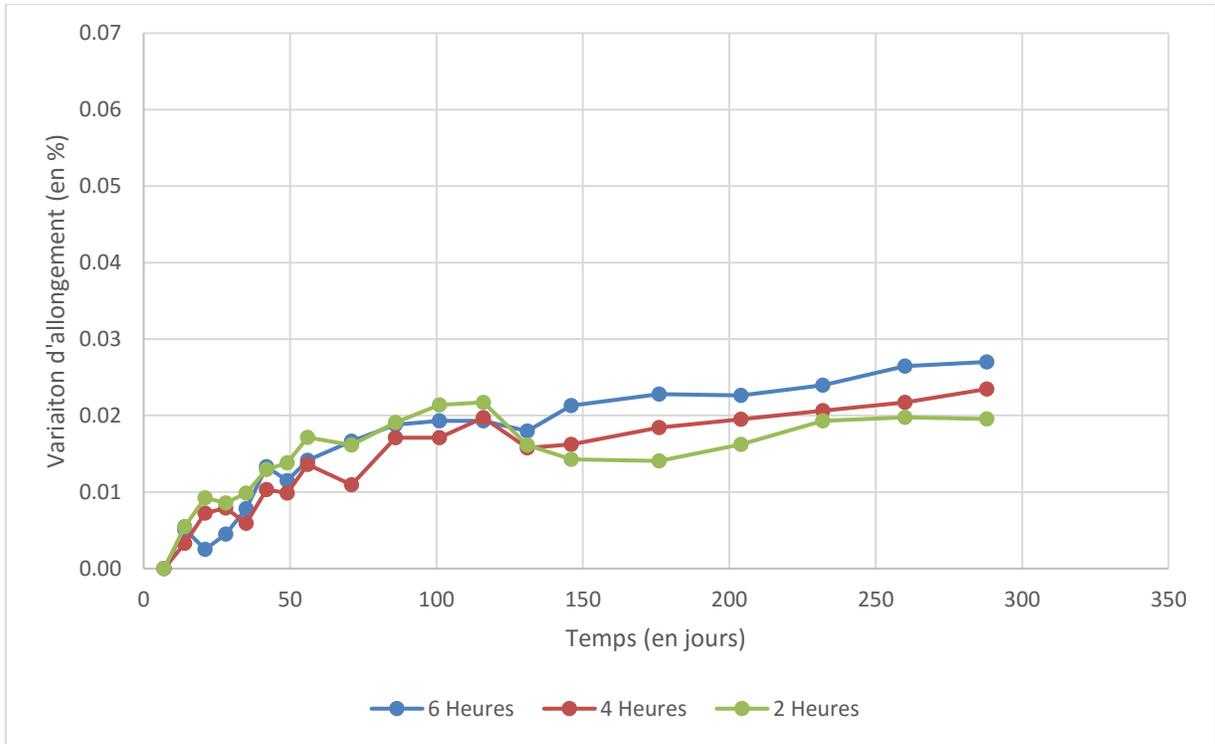


Figure 12-13 : Variation d'allongement Liant G pour le test à 80°C

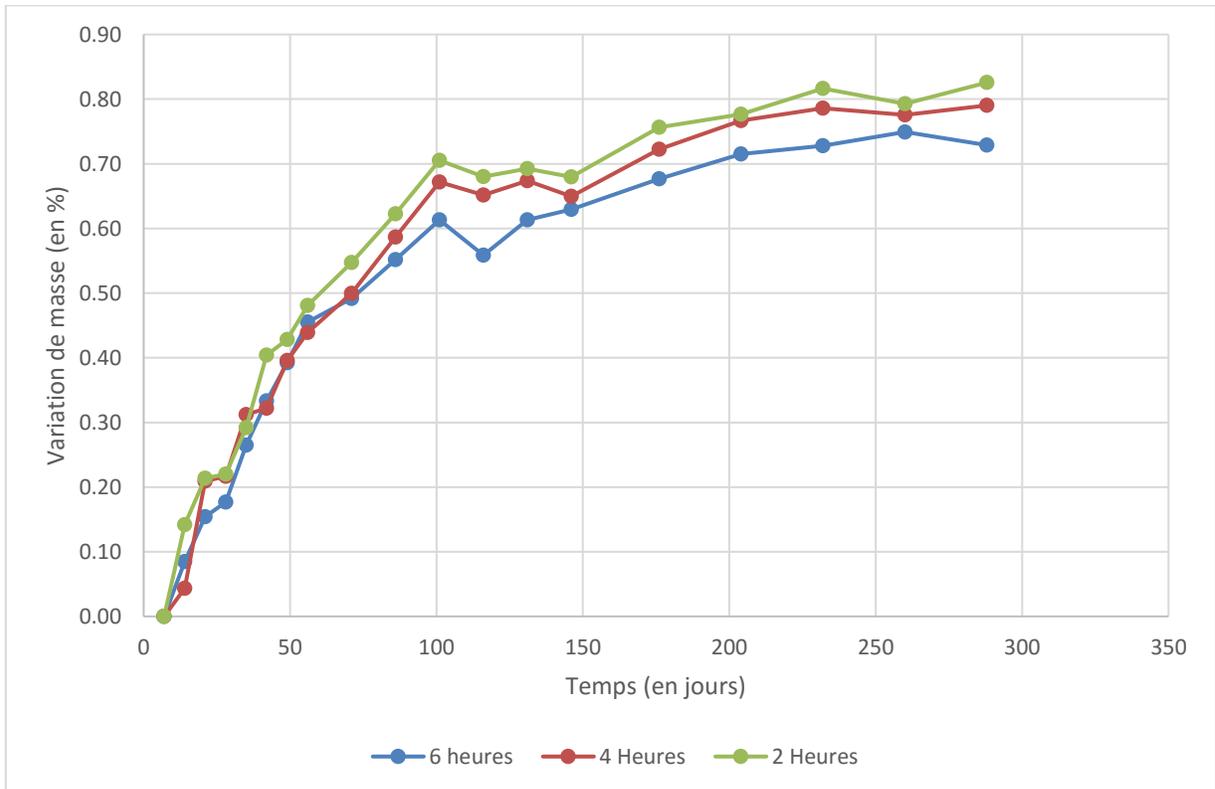


Figure 12-14 : Variation de masse Liant G pour le test à 80°C

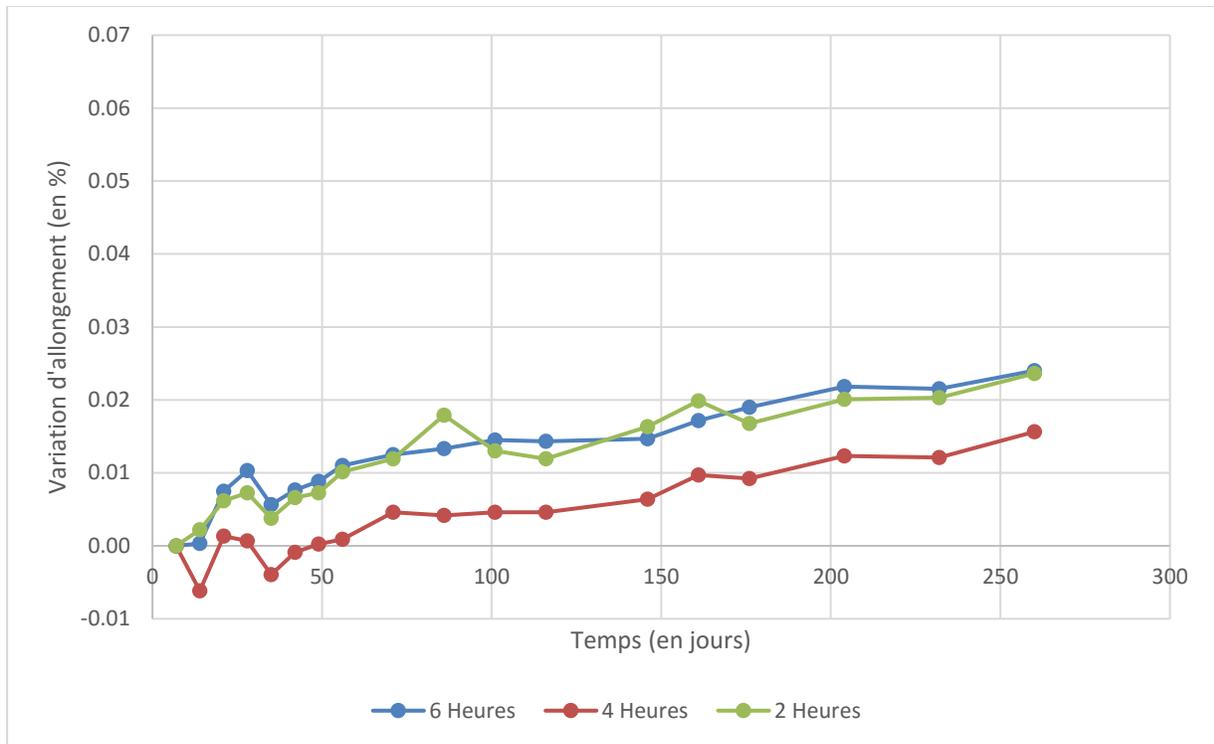


Figure 12-15 : Variation d'allongement Liant H pour le test à 80°C

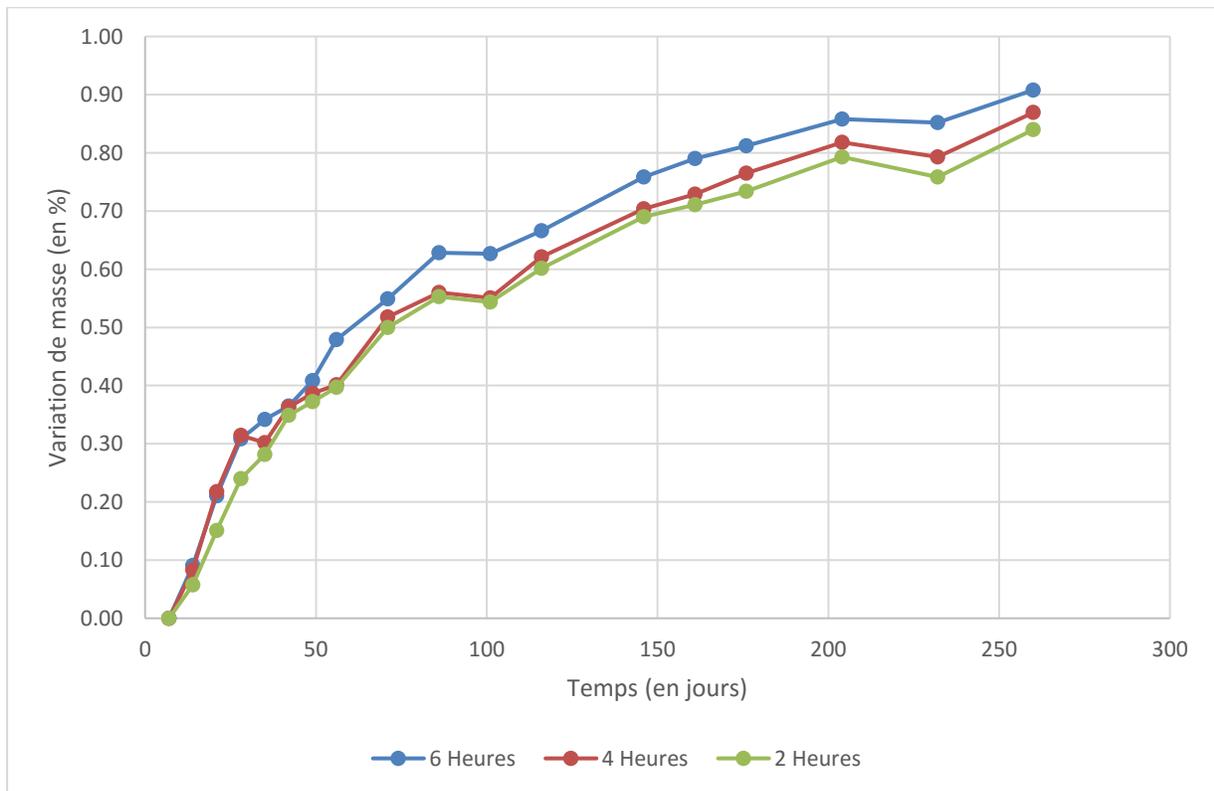


Figure 12-16 : Variation de masse Liant H pour le test à 80°C

13 Annexe 6 : Graphique : test à 75°C pour les préfabriqués

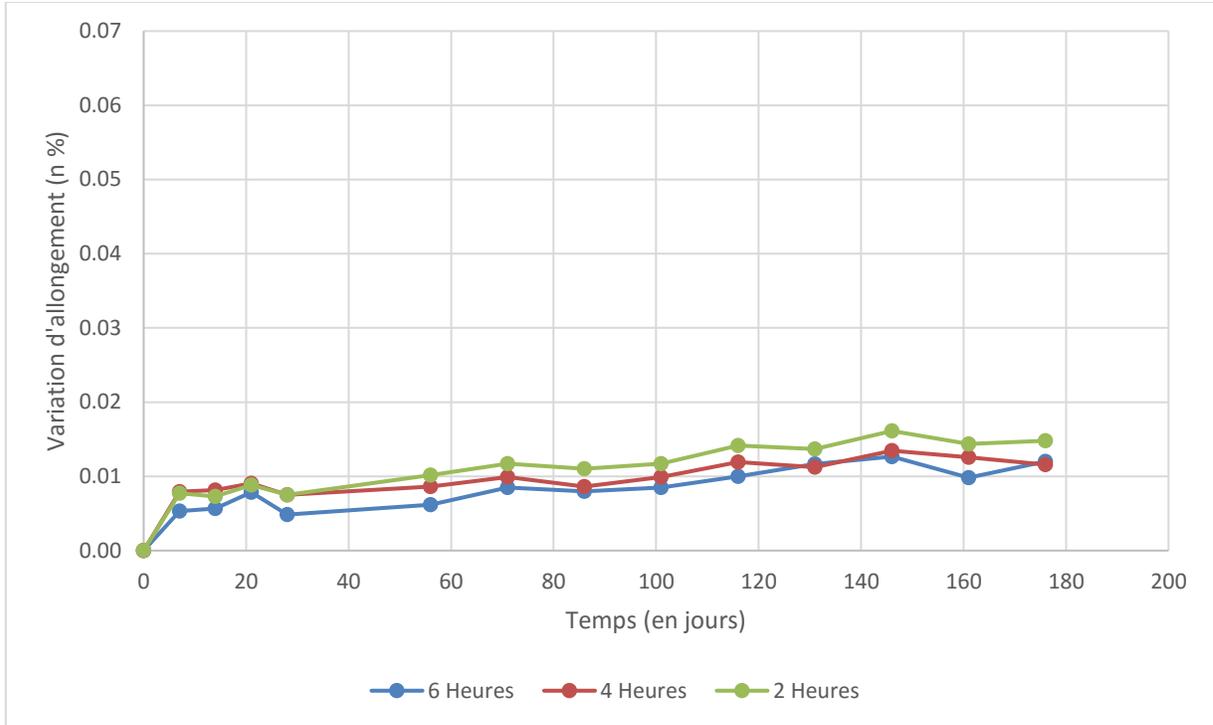


Figure 13-1 : Variation d'allongement Liant A pour le test à 75°C

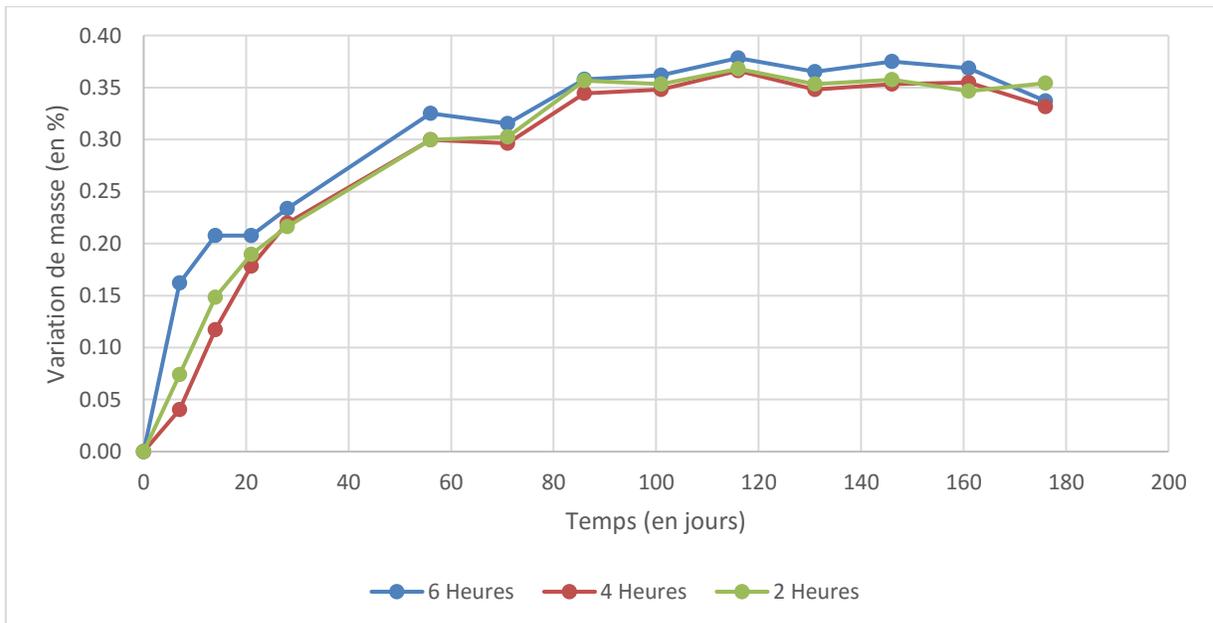


Figure 13-2 : Variation de masse Liant A pour le test à 75°C

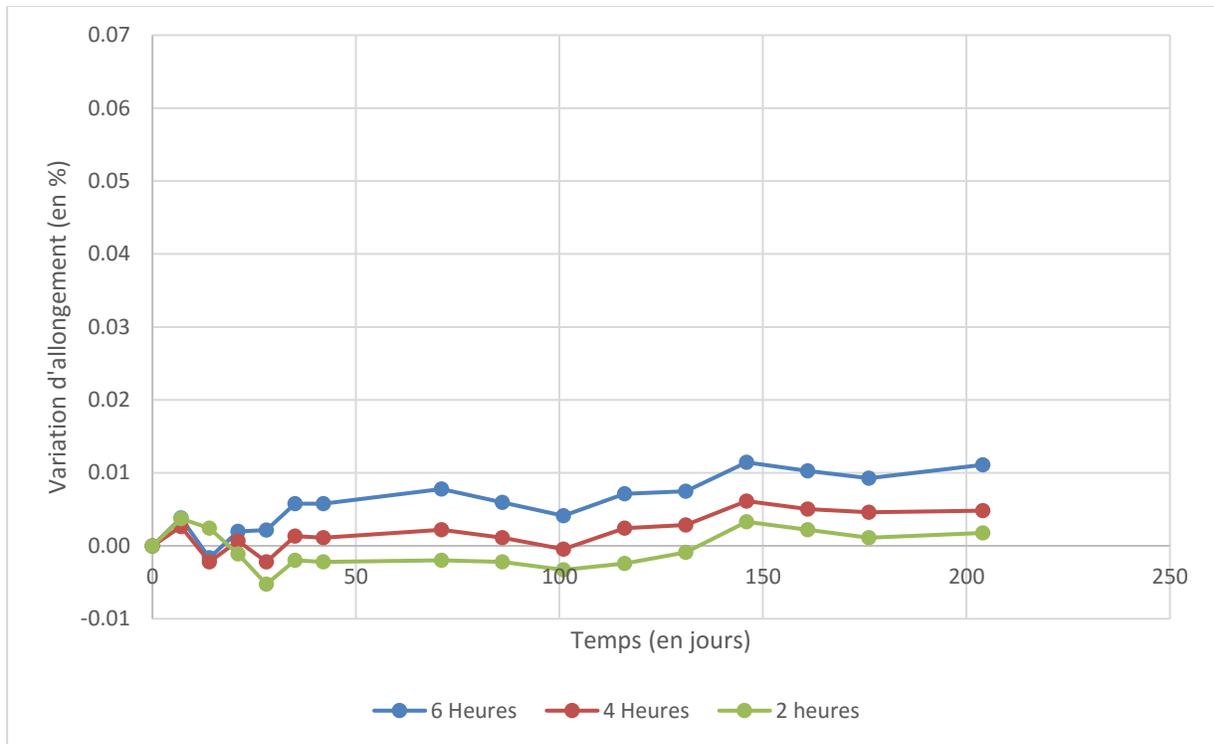


Figure 13-3 : Variation d'allongement Liant B pour le test à 75°C

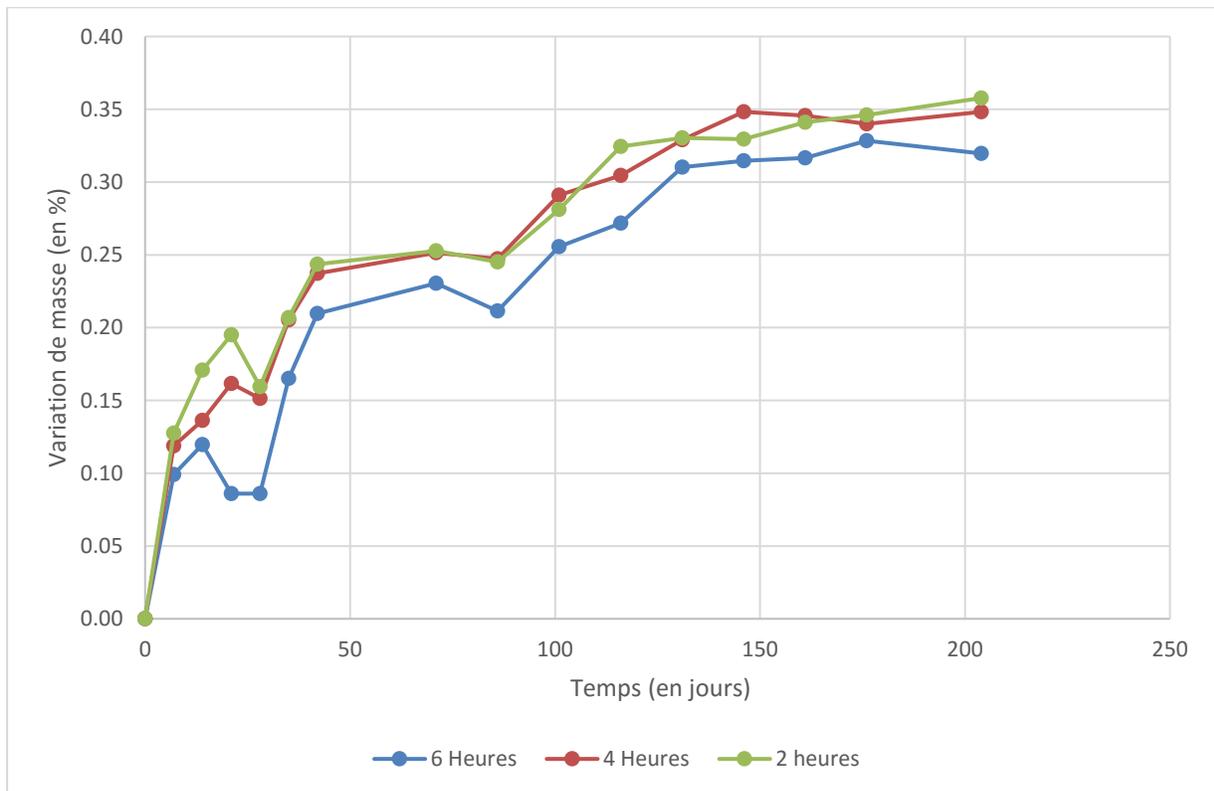


Figure 13-4 : Variation de masse Liant B pour le test à 75°C

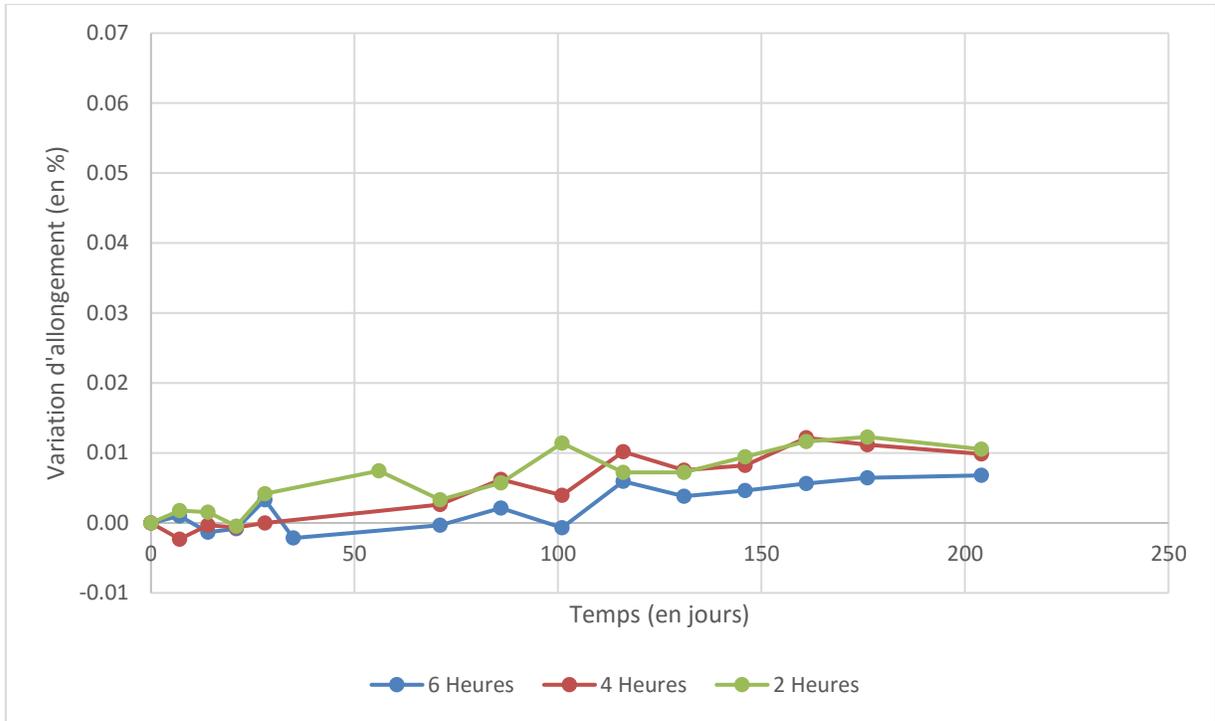


Figure 13-5 : Variation d'allongement Liant C pour le test à 75°C

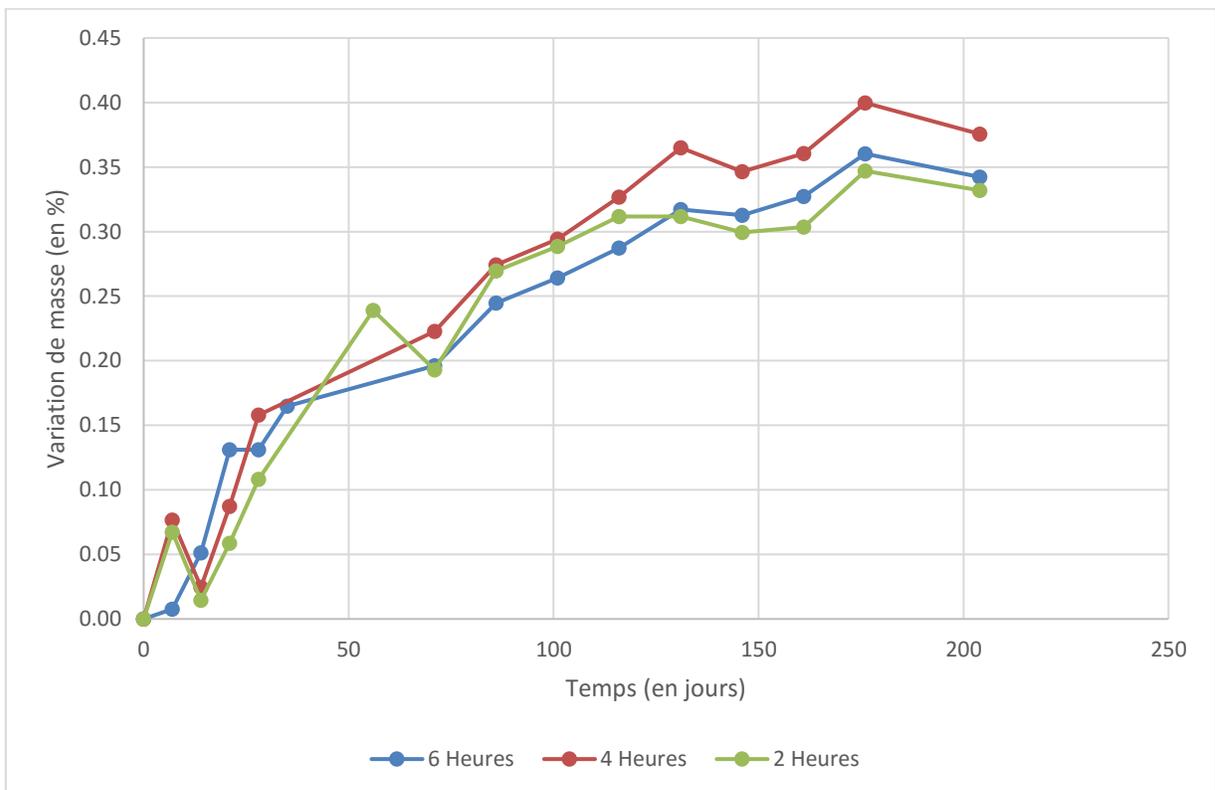


Figure 13-6 : Variation de masse Liant C pour le test à 75°C

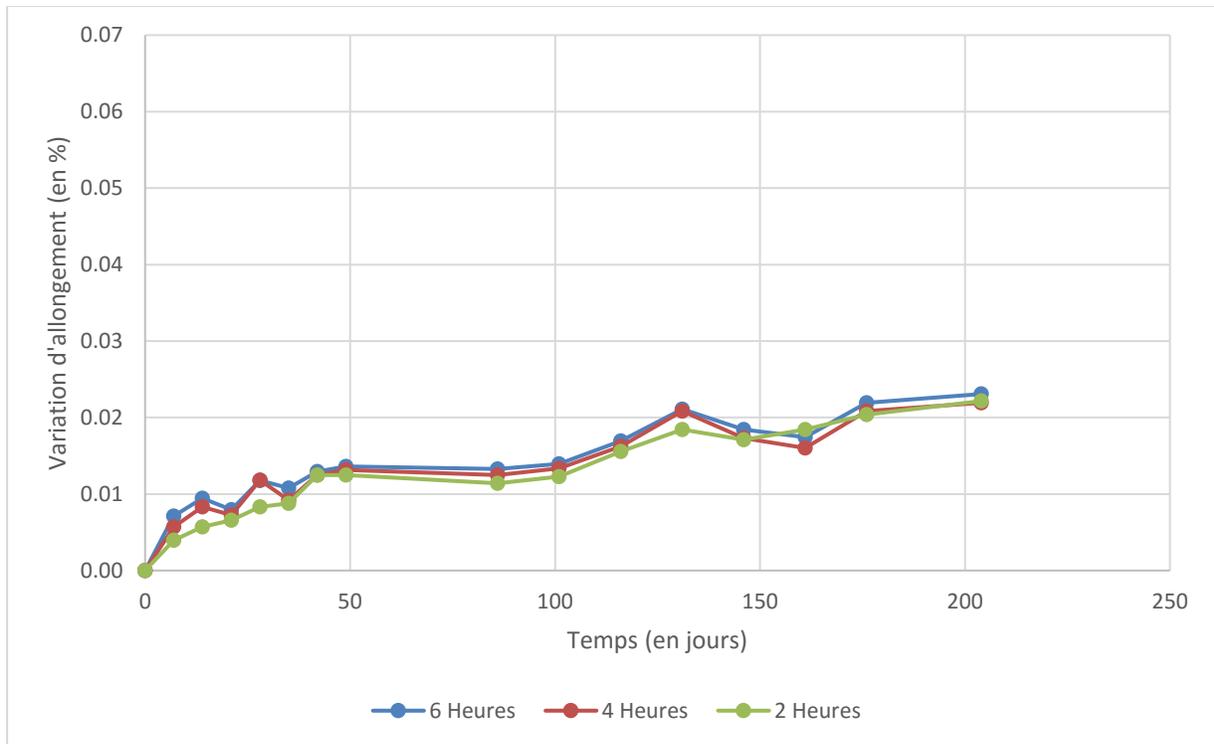


Figure 13-7 : Variation d'allongement Liant D pour le test à 75°C

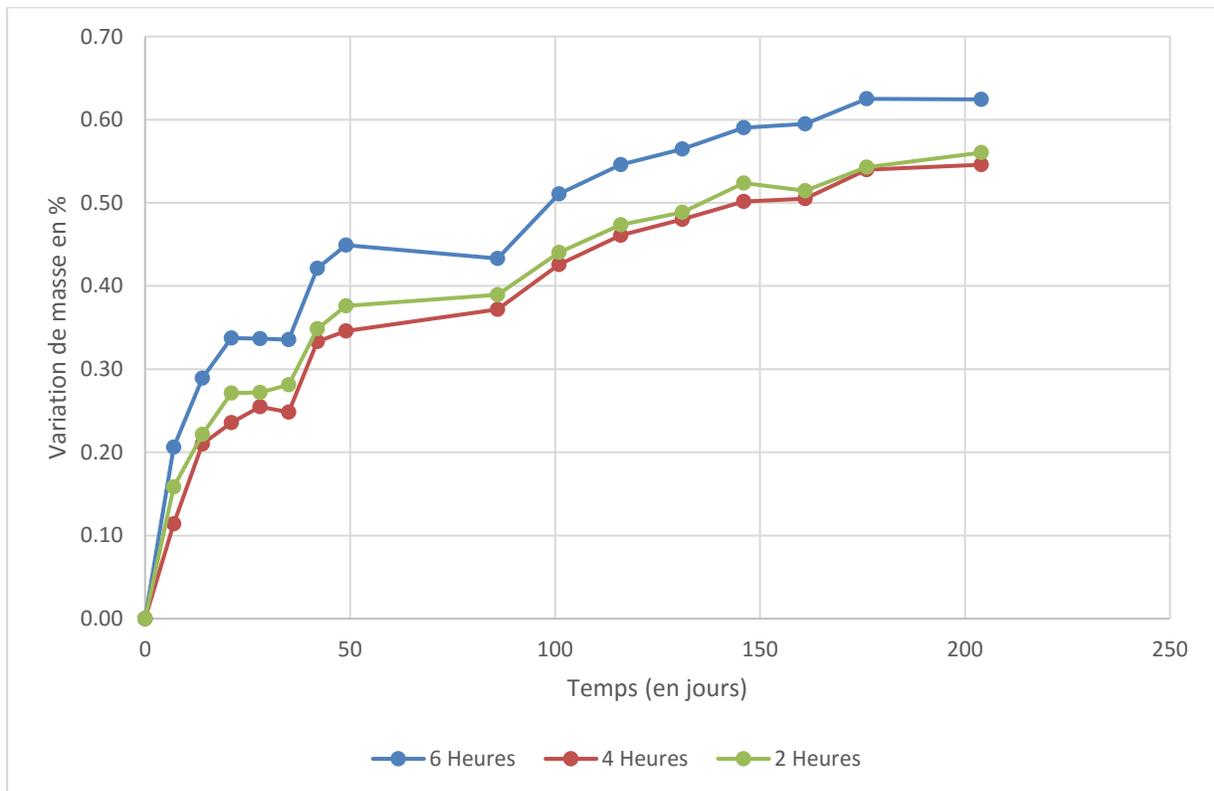


Figure 13-8 : Variation de masse Liant E pour le test à 75°C

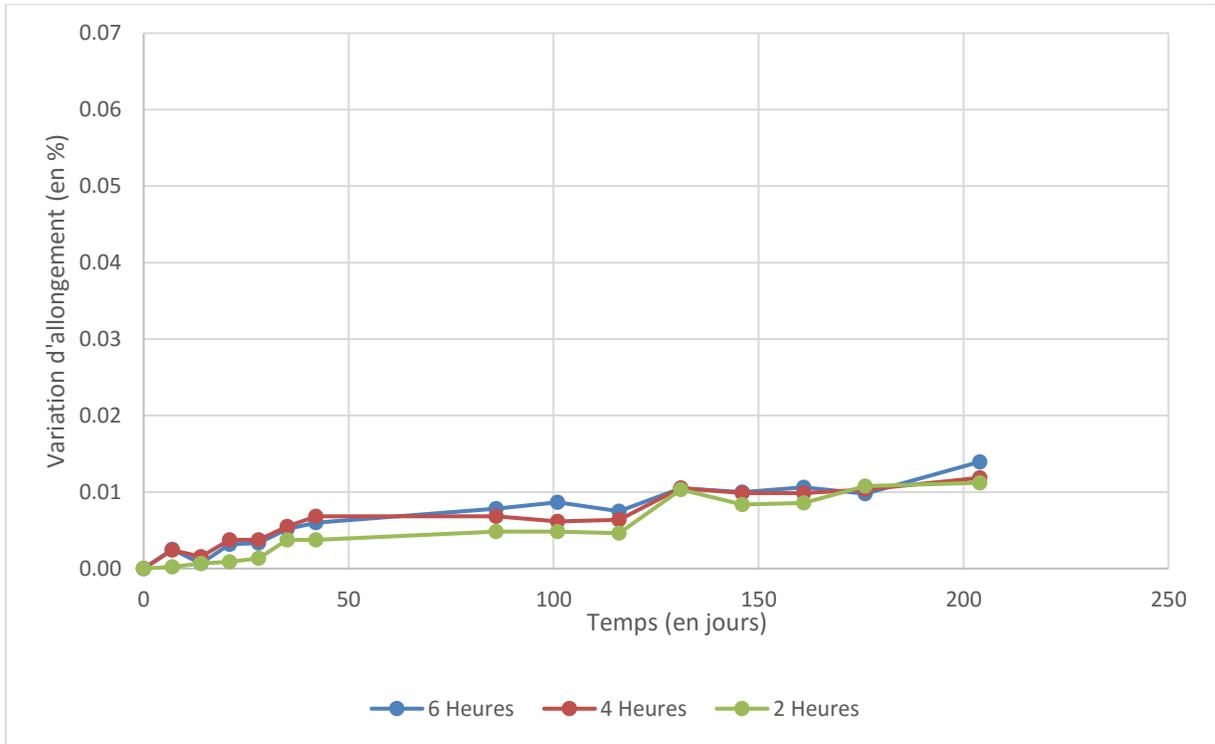


Figure 13-9 : Variation d'allongement Liant E pour le test à 75°C

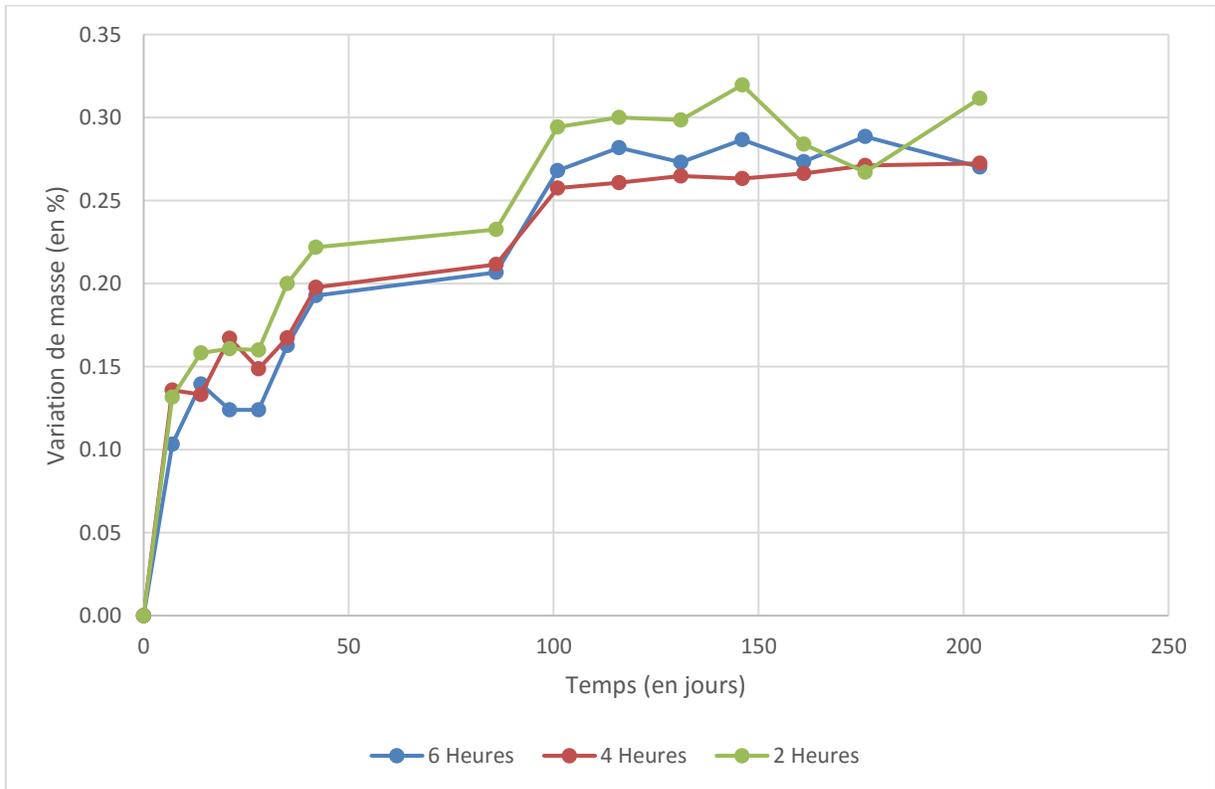


Figure 13-10 : Variation de masse Liant F pour le test à 75°C

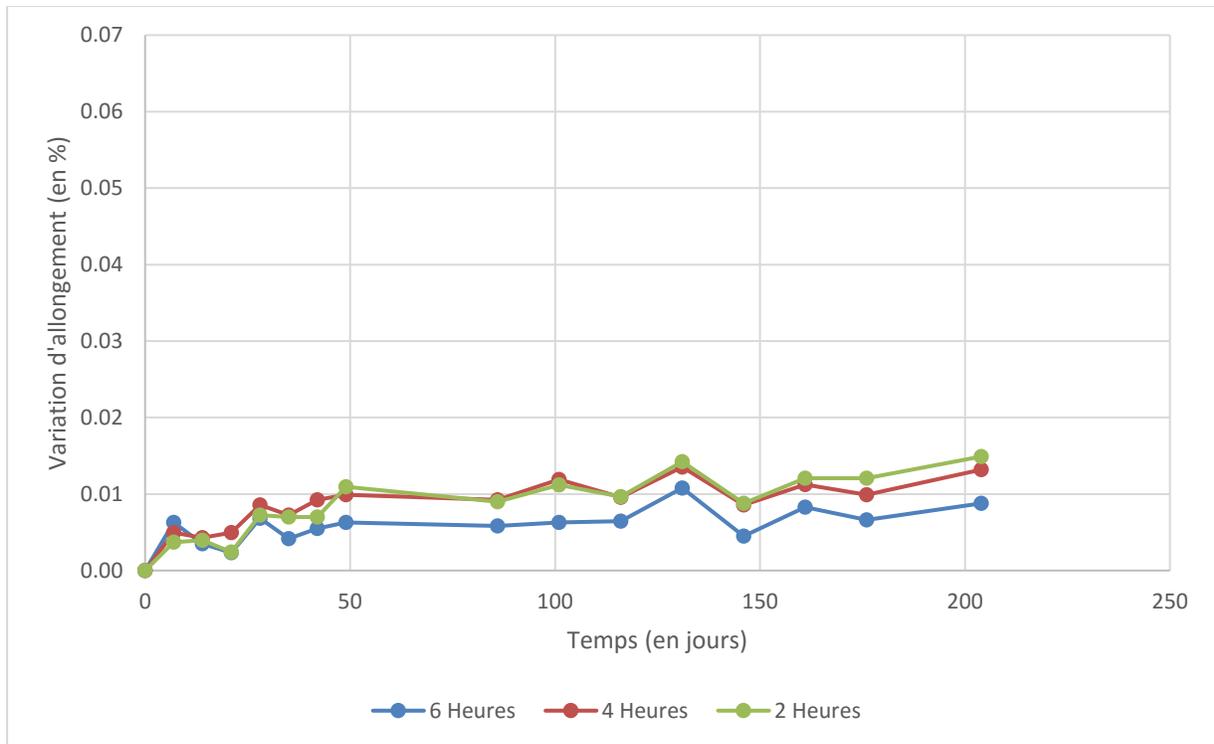


Figure 13-11 : Variation d'allongement Liant F pour le test à 75°C

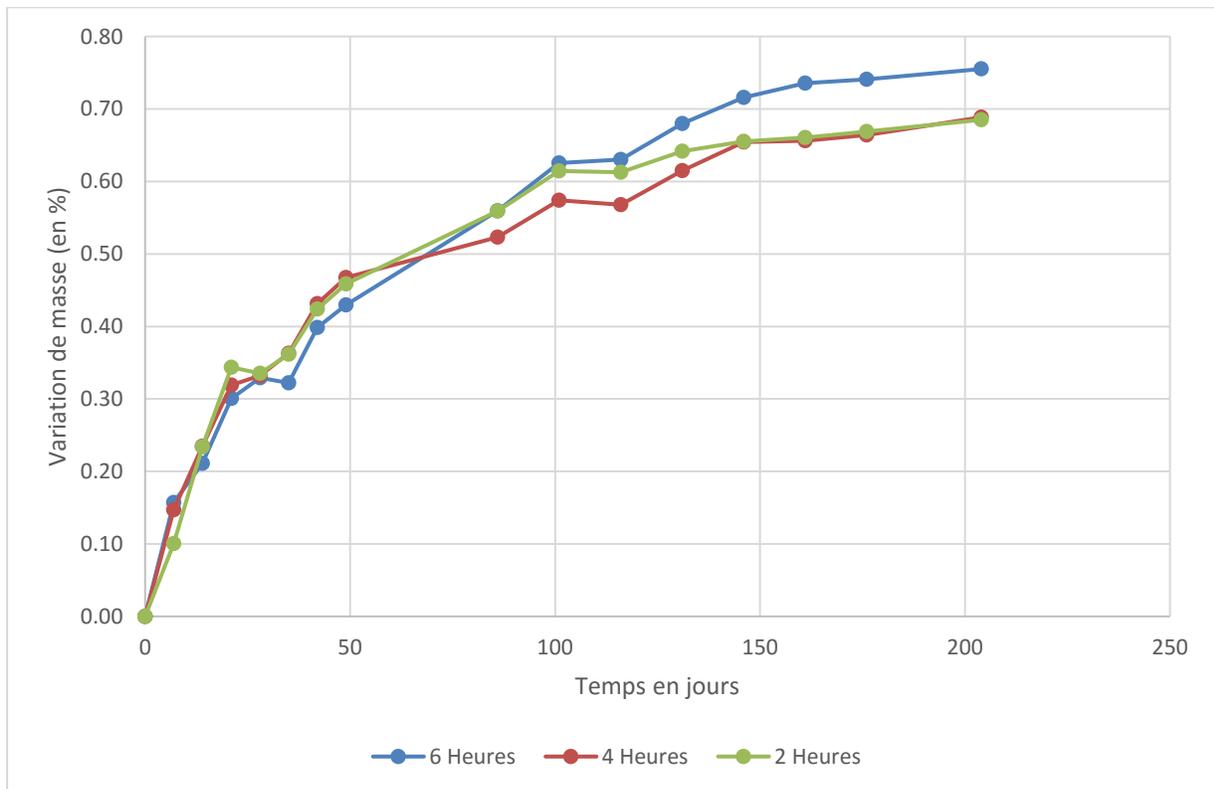


Figure 13-12 : Variation de masse Liant F pour le test à 75°C

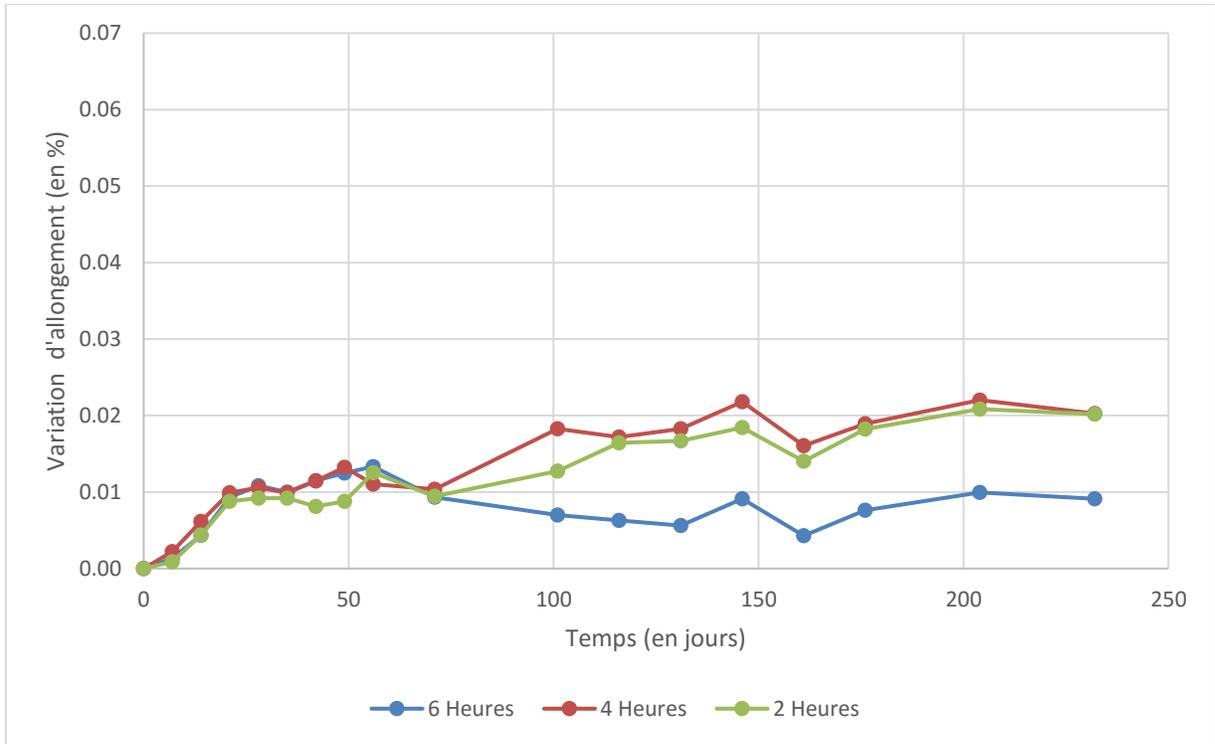


Figure 13-13 : Variation d'allongement Liant G pour le test à 75°C

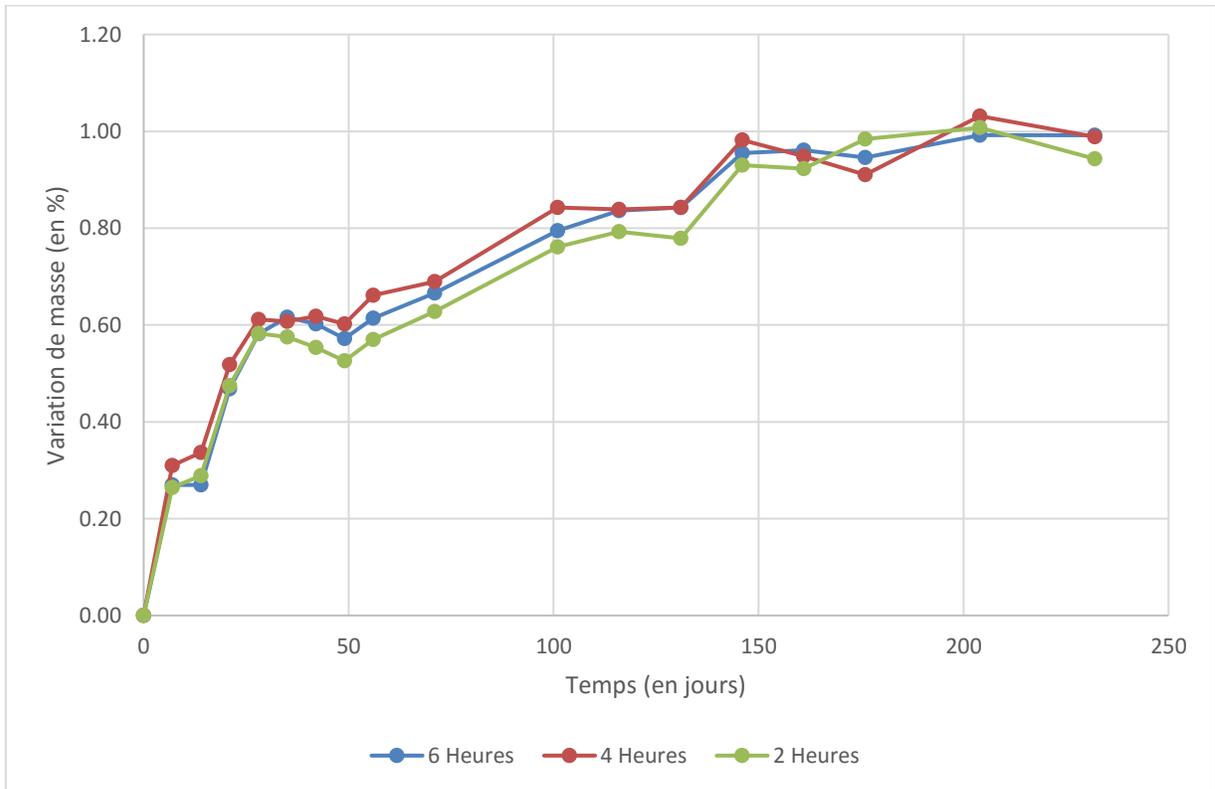


Figure 13-14 : Variation de masse Liant F pour le test à 75°C

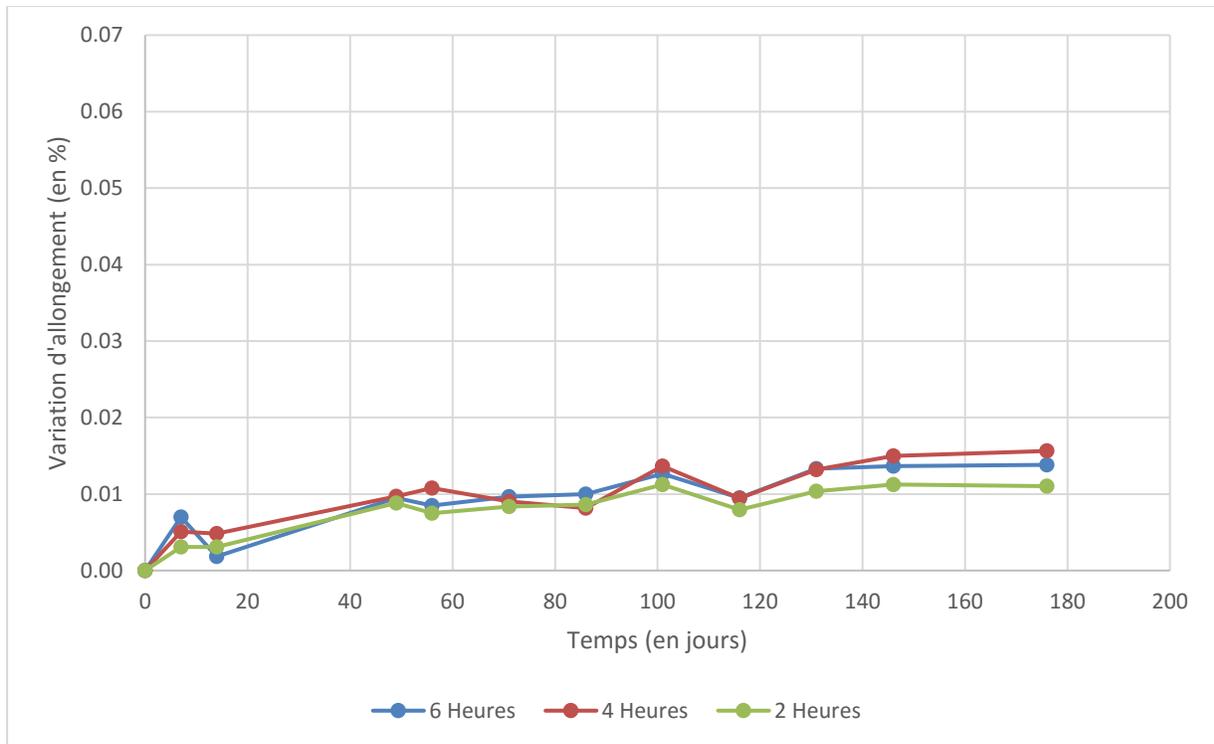


Figure 13-15 : Variation d'allongement Liant H pour le test à 75°C

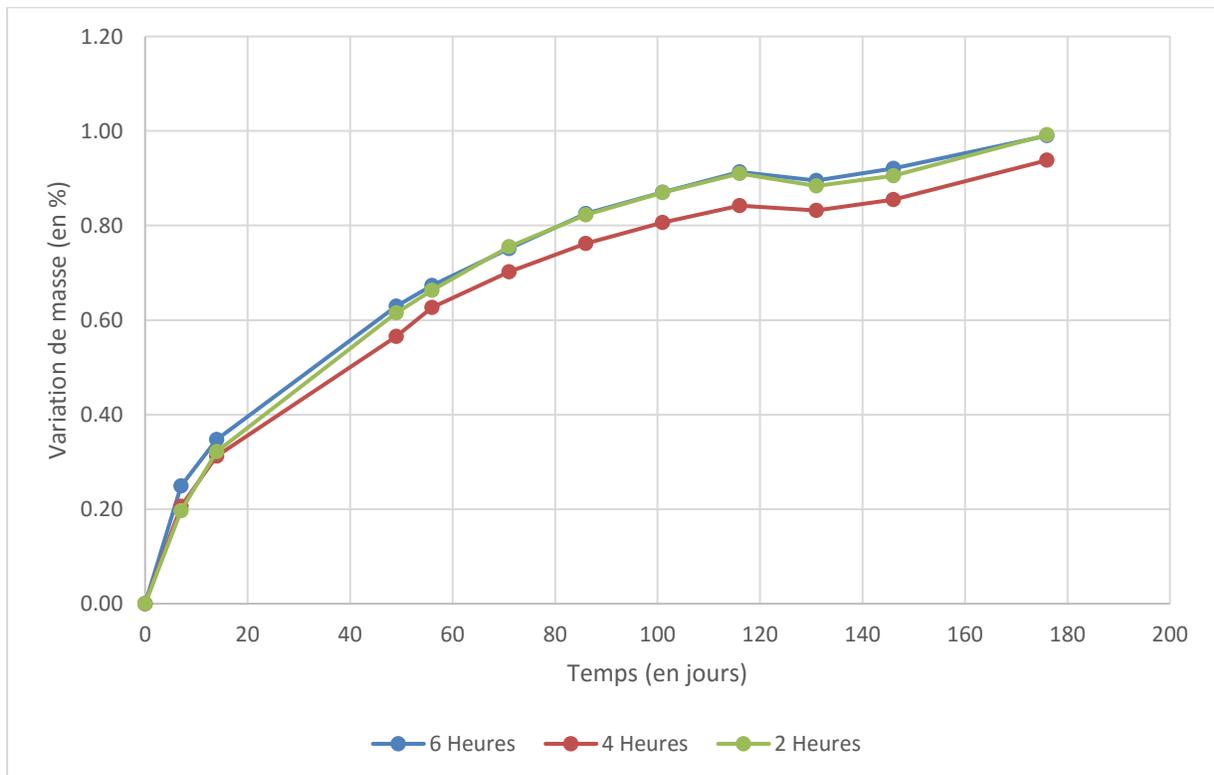


Figure 13-16 : Variation de masse Liant H pour le test à 75°C

14 Annexe 7 : Graphiques : méthode de l'UdeS sur mortier avec cycles de mouillage

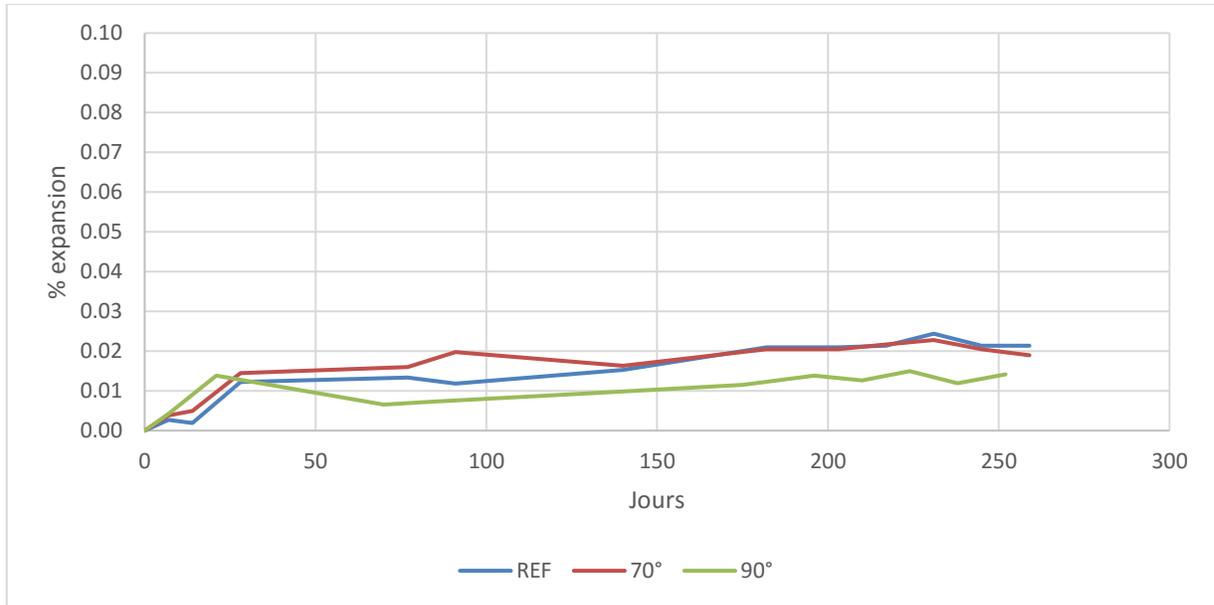


Figure 14-1 : Variation de longueur Liant A pour la méthode de l'UdeS sur mortier



Figure 14-2 : Variation de masse Liant A pour la méthode de l'UdeS sur mortier

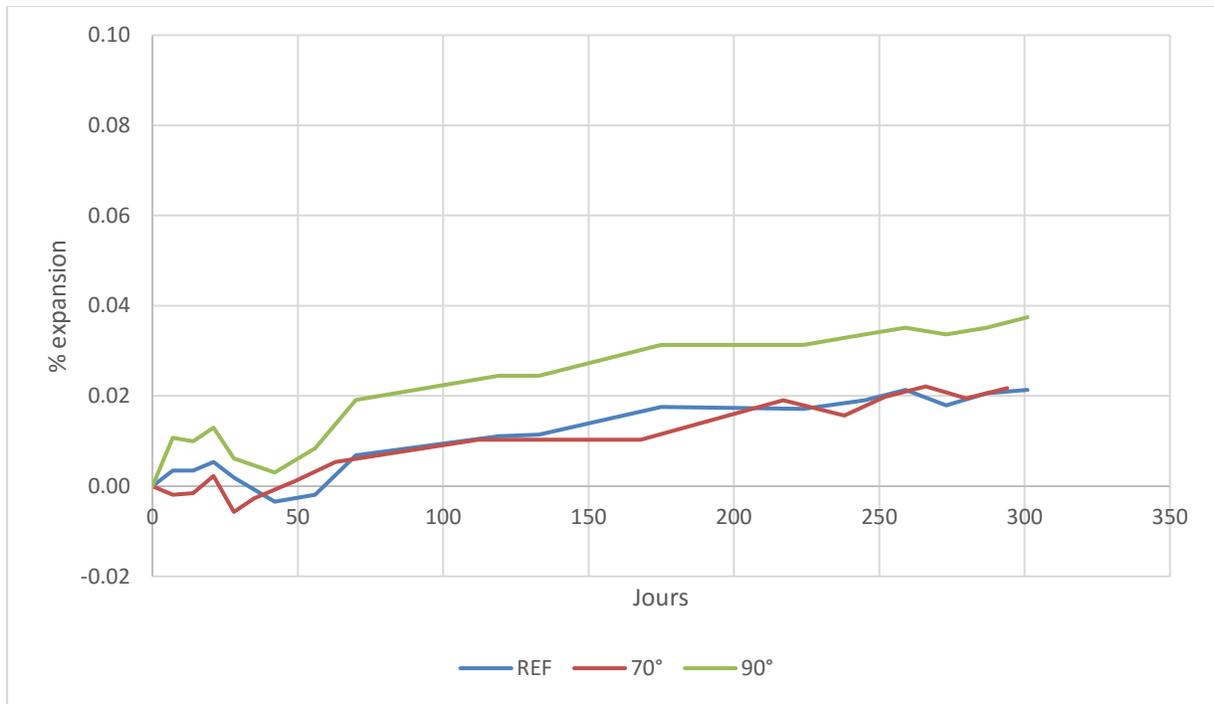


Figure 14-3: Variation d'allongement Liant B pour la méthode de l'UdeS sur mortier

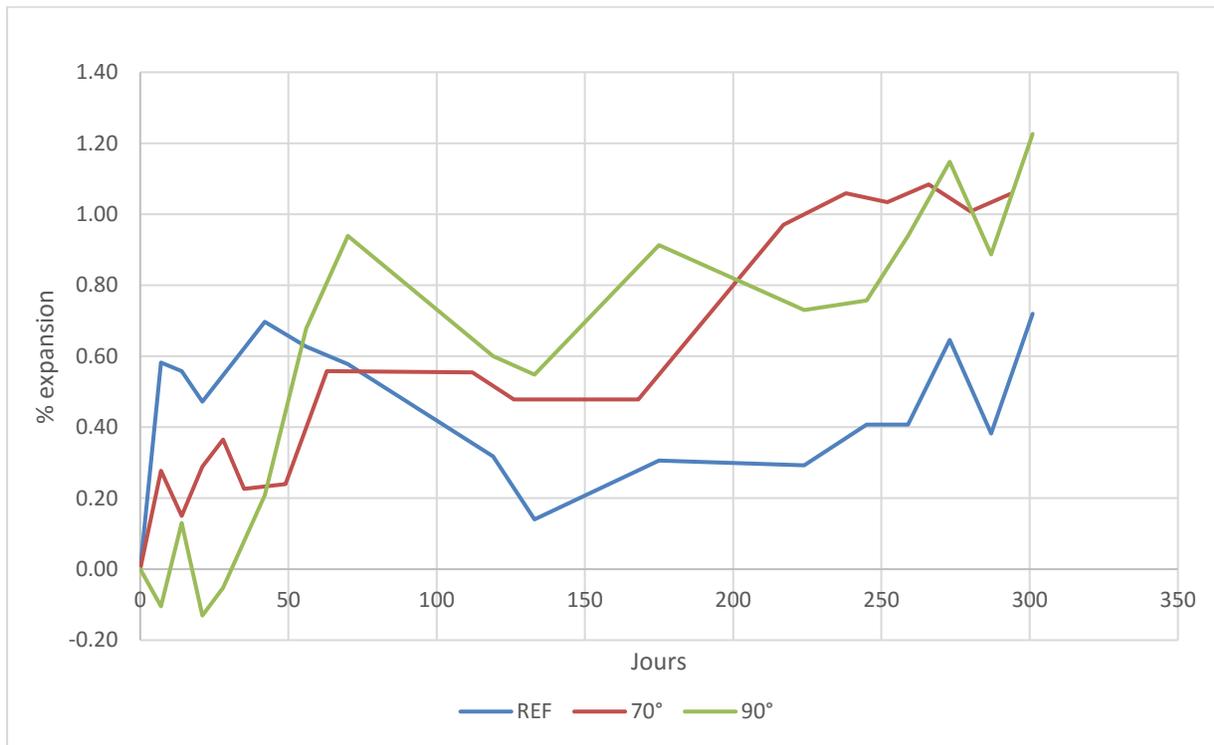


Figure 14-4 : Variation de masse Liant B pour la méthode de l'UdeS sur mortier

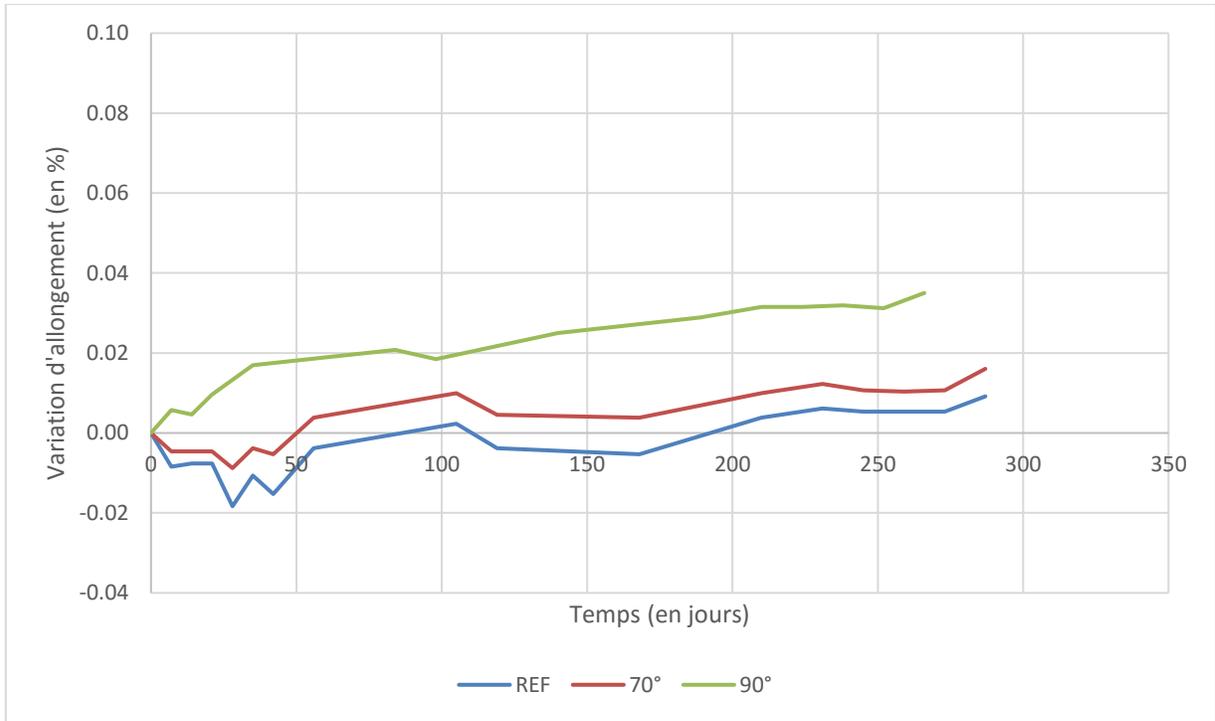


Figure 14-5 : Variation d'allongement Liant C pour la méthode de l'UdeS sur mortier

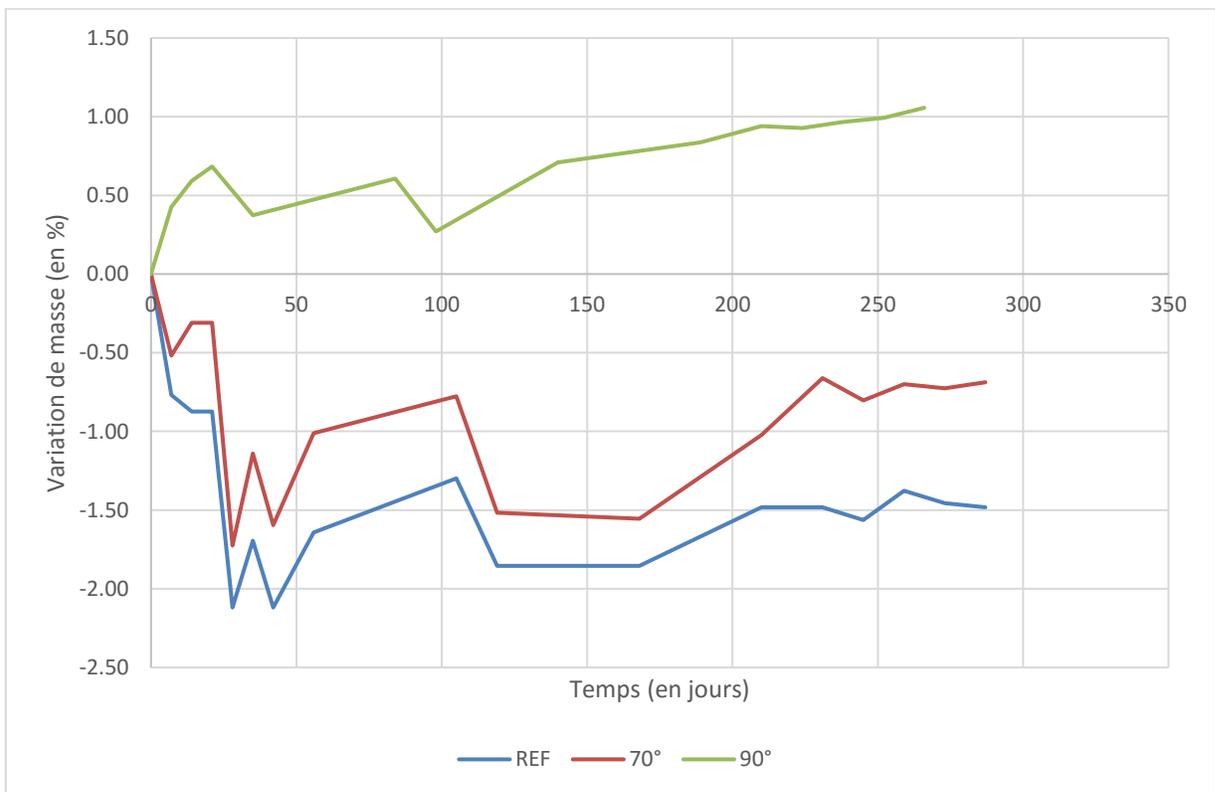


Figure 14-6 : Variation de masse Liant C pour la méthode de l'UdeS sur mortier

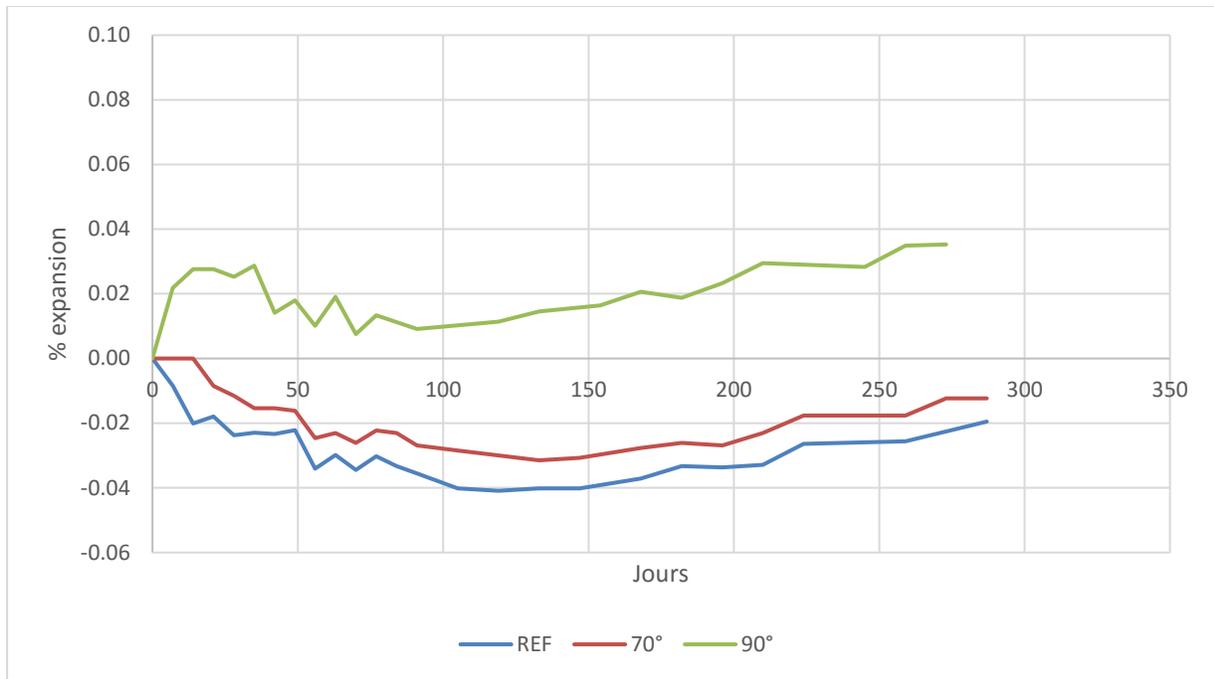


Figure 14-7: Variation de longueur Liant D pour la méthode de l'UdeS sur mortier

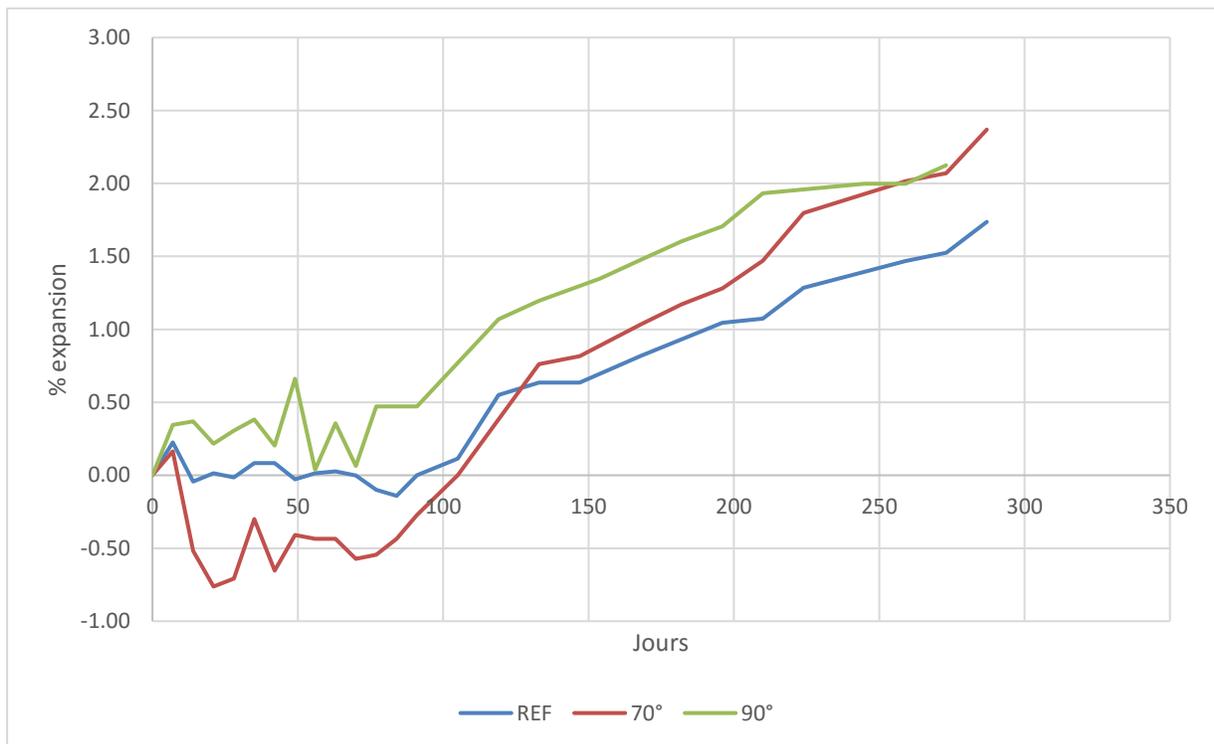


Figure 14-8 : Variation de masse Liant D pour la méthode de l'UdeS sur mortier

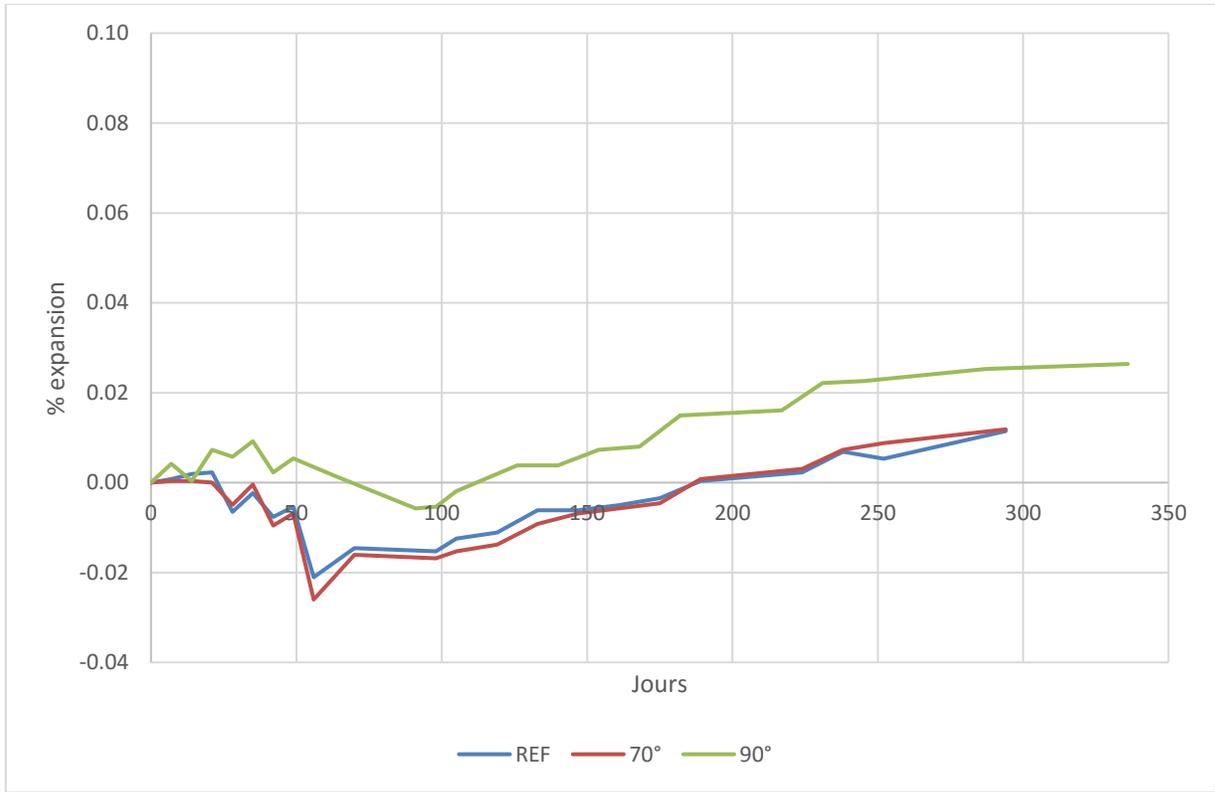


Figure 14-9 : Variation d'allongement Liant E pour la méthode de l'UdeS sur mortier

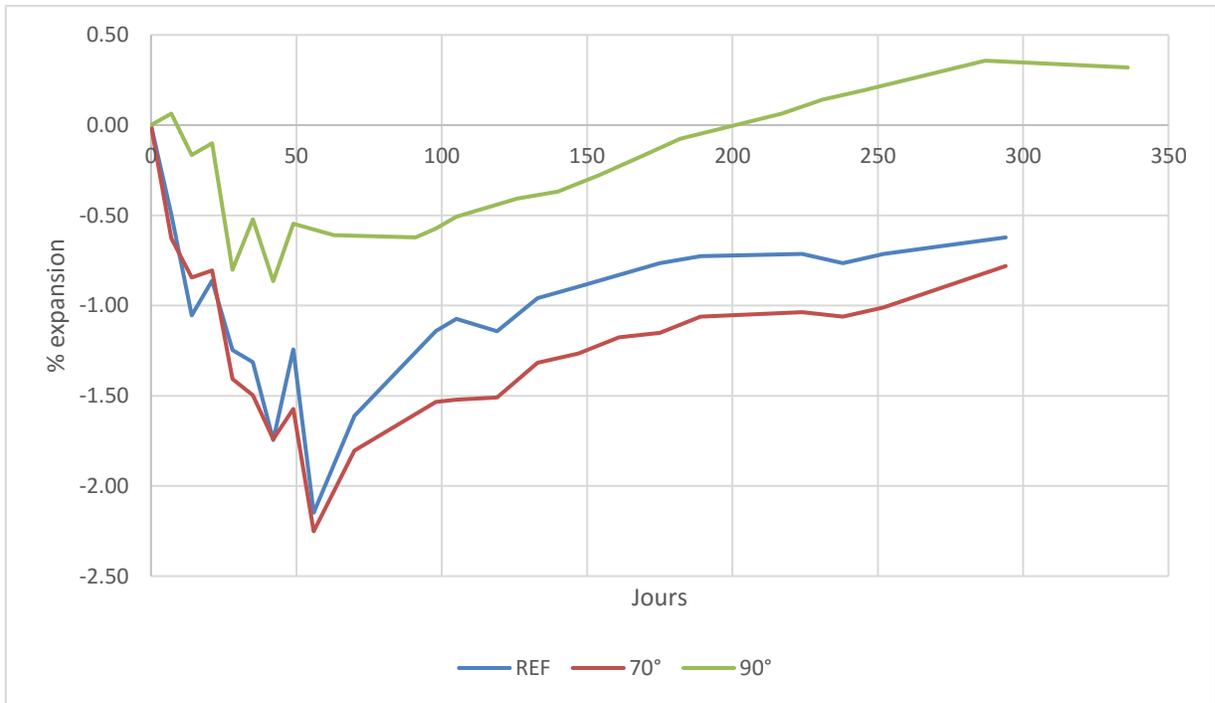


Figure 14-10 : Variation de masse Liant E pour la méthode de l'UdeS sur mortier

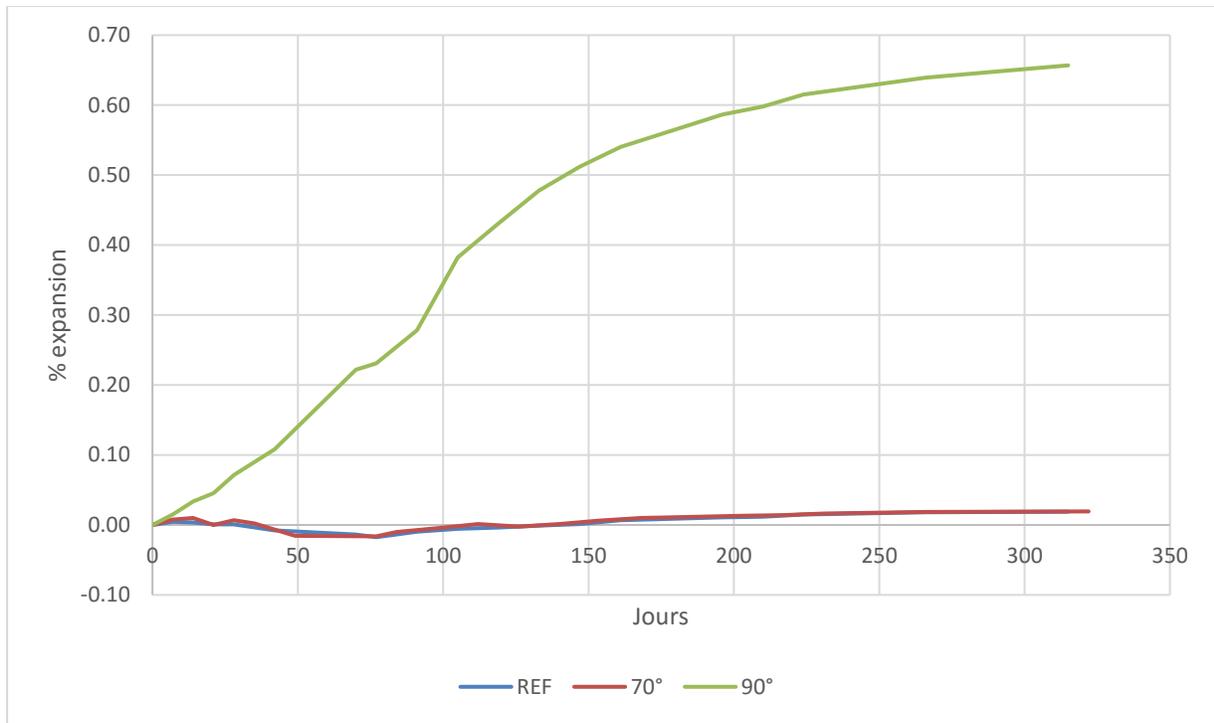


Figure 14-11 : Variation de longueur Liant F pour la méthode de l'UdeS sur mortier

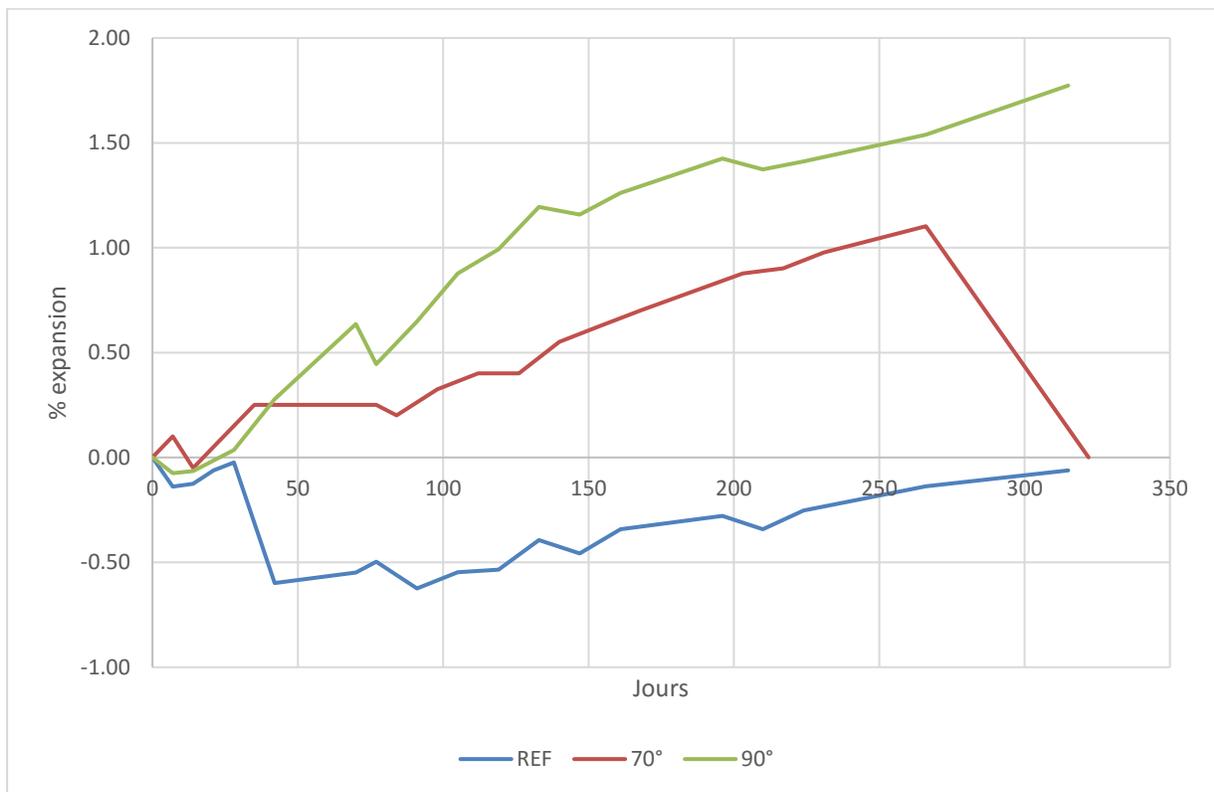


Figure 14-12 : Variation de masse Liant F pour la méthode de l'UdeS sur mortier

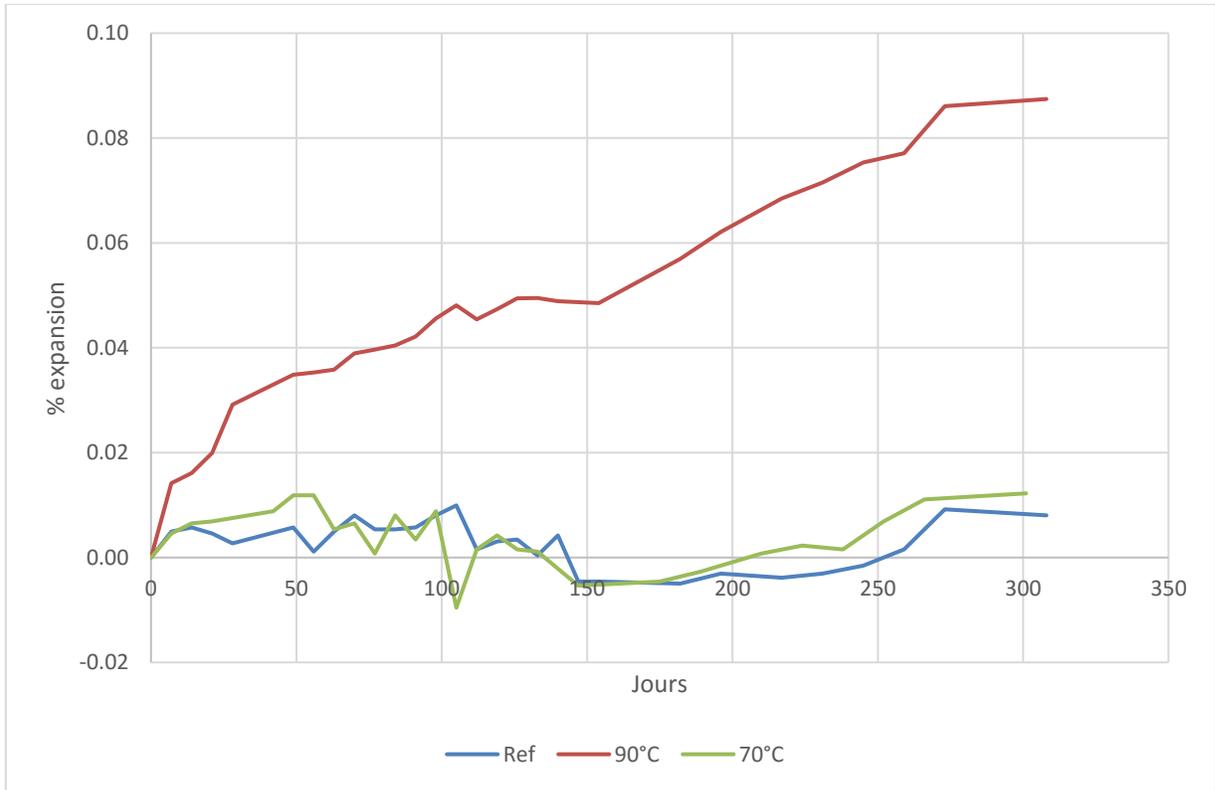


Figure 14-13 : Variation de longueur Liant G pour la méthode de l'UdeS sur mortier

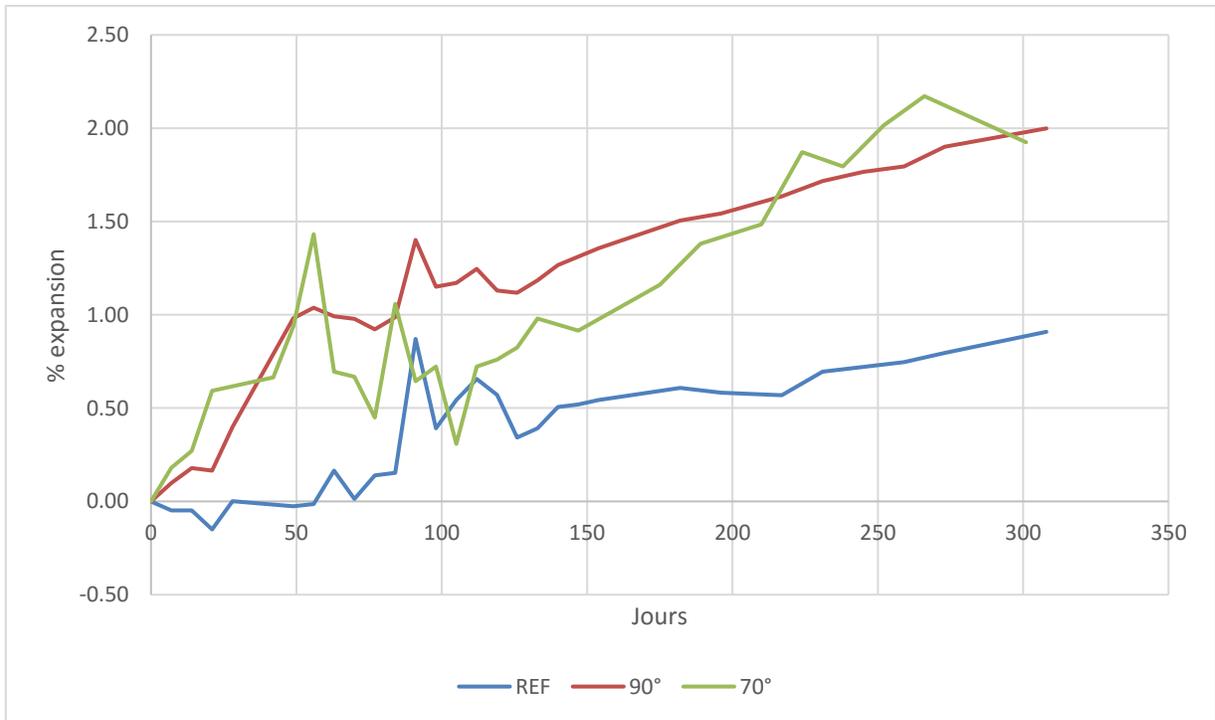


Figure 14-14 : Variation de masse Liant G pour la méthode de l'UdeS sur mortier

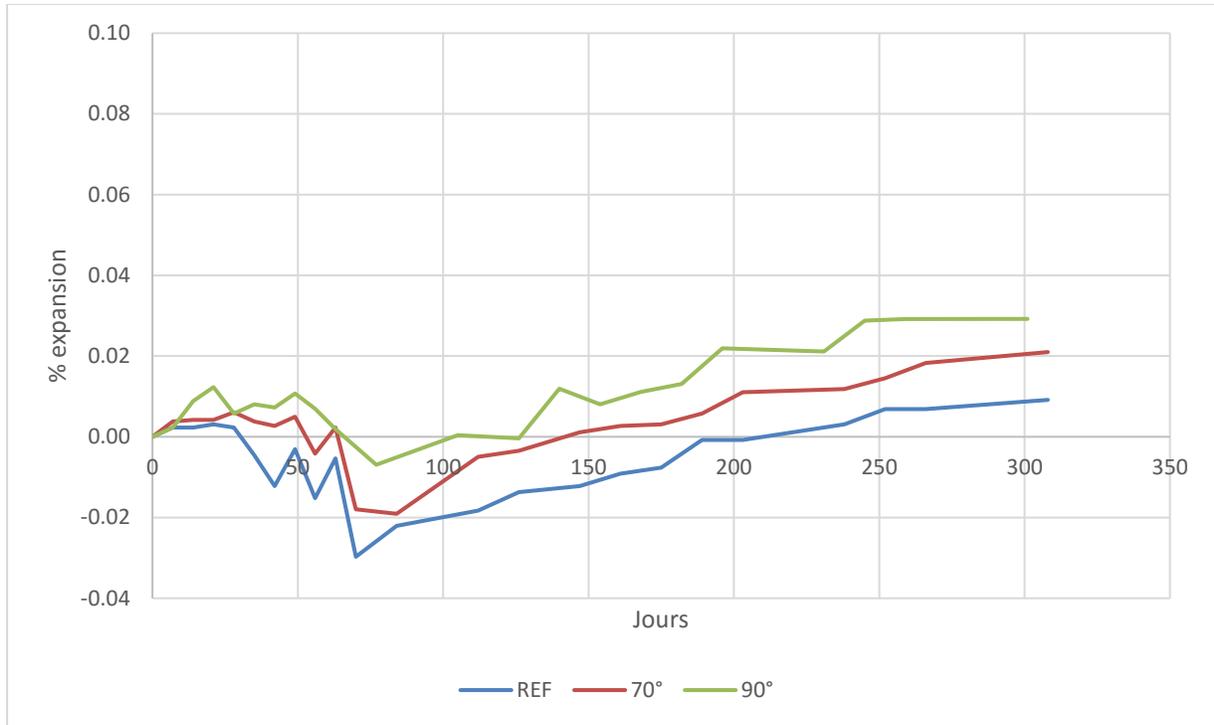


Figure 14-15 : Variation de longueur Liant H pour la méthode de l'UdeS sur mortier

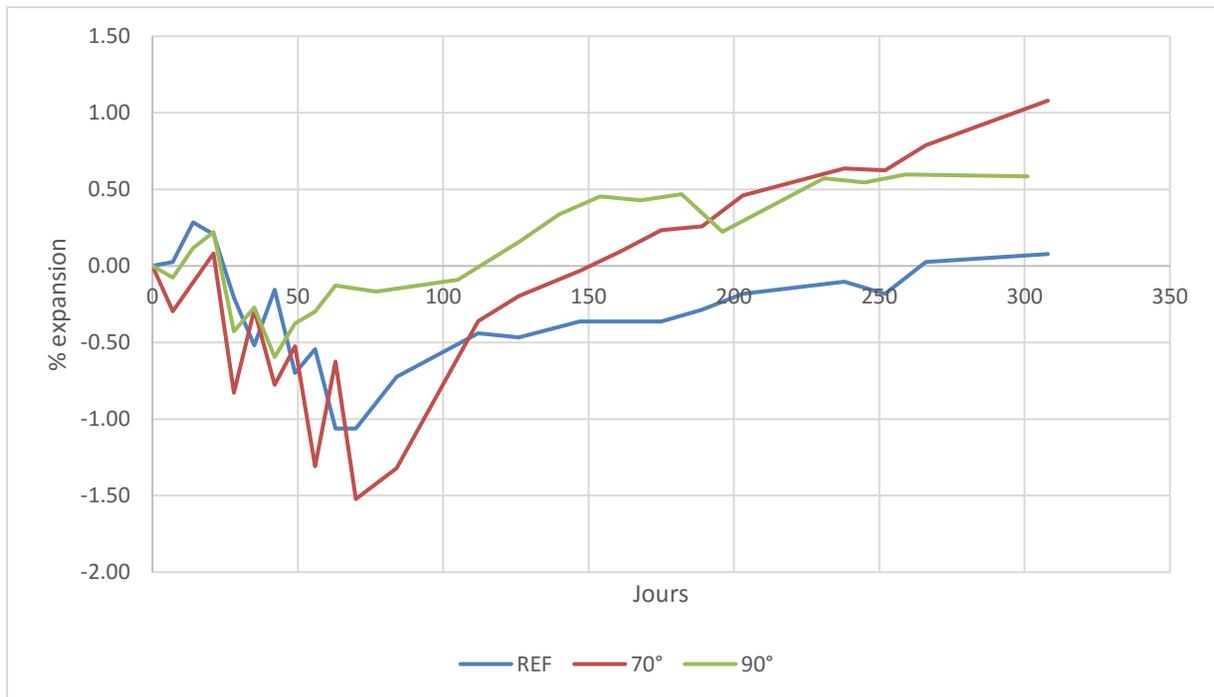


Figure 14-16 : Variation de masse Liant H

15 Annexe 8 : Caractérisation des Liants

15.1 Le test de Blaine

Le test de Blaine permet de mesurer la finesse du ciment. La cinétique d'hydratation d'un ciment peut être proportionnelle à sa finesse.

Ce test consiste à faire traverser un volume d'air donné dans un échantillon de ciment compacté. La durée de traversée est directement reliée à la surface des grains de ciments (en cm^2/g). Plus la surface massique de cette poudre est importante et plus le temps t mis par l'air pour traverser la poudre est long.

15.2 Fluorescence X

La spectrométrie de fluorescence X est une méthode d'analyse chimique qui est souvent utilisée pour les ciments.

Des rayons X excitent les atomes de l'échantillon et leur transmettent de l'énergie. Des électrons près du noyau sont arrachés (là on l'énergie de liaison noyau-électron est la plus forte). L'atome est alors ionisé. Un électron d'une couche périphérique va redescendre pour combler la place laissée vide par l'électron qui a été éjecté. Ainsi, l'électron va perdre de l'énergie, qui va être émise par fluorescence (figure 15-1).

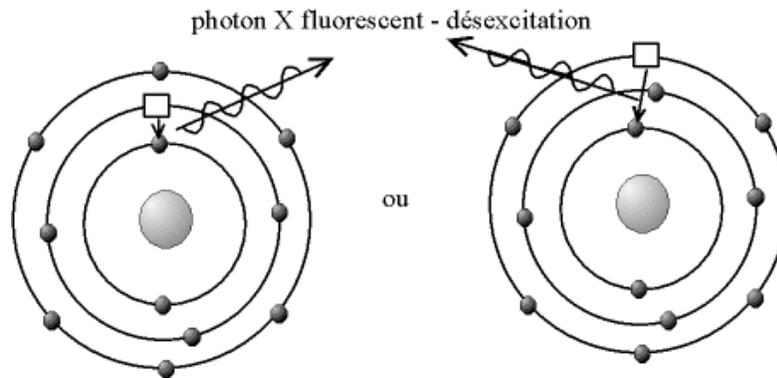


Figure 15-1 : Schéma explicatif pour la fluorescence X (45)

Ainsi, l'analyse des photons émis permet de déterminer la nature des éléments chimiques présents dans l'échantillon.

C'est une méthode qualitative et quantitative de la composition élémentaire de l'échantillon c'est-à-dire la nature et quantité des atomes présents.

15.3 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X permet d'analyser de manière qualitative la composition élémentaire et la structure cristalline des matériaux.

La méthode consiste à soumettre le composé en poudre à un faisceau de rayons X et à recueillir le spectre de diffraction qu'il émet. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc des maxima dans certaines directions ; on parle de phénomène de diffraction. On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau (figure 15-2).

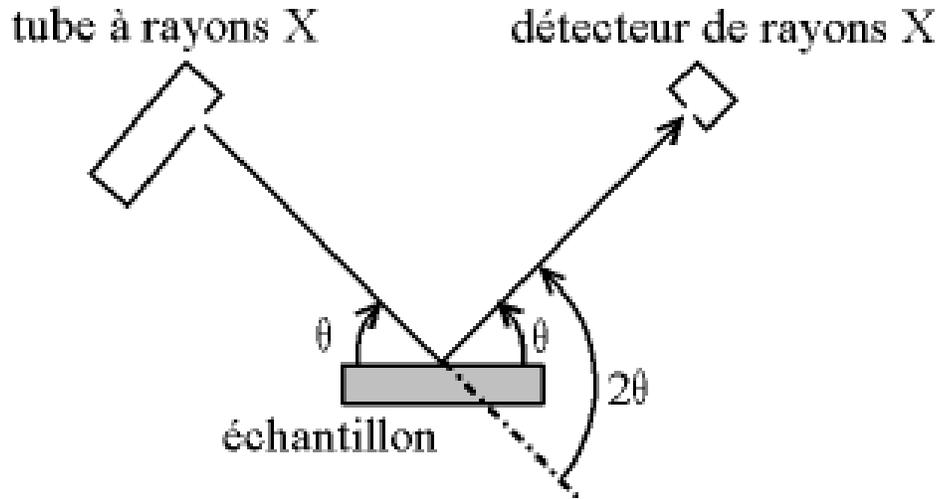


Figure 15-2 : Définition des angles pour la diffraction des rayons X (45)

On obtient alors une courbe que l'on appelle le diffractogramme (figure 15-3).

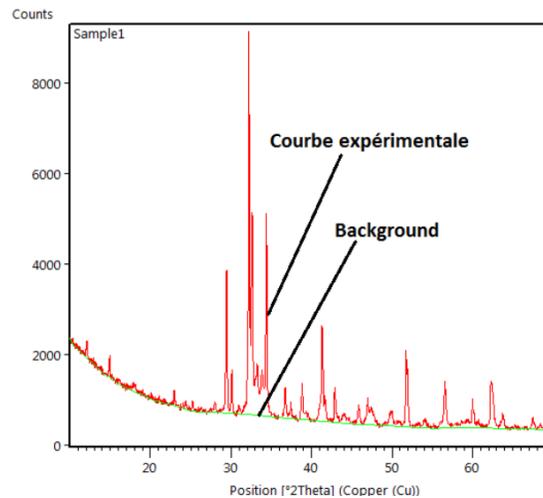


Figure 15-3 : Exemple de diffractogramme (46)

Le background correspond aux phases amorphes. Chaque pic correspond à une phase cristalline particulière.

Cette méthode permet uniquement de détecter la composition élémentaire et les phases cristallines présentes mais pas de les quantifier.

15.4 La méthode Rietveld

La méthode Rietveld est une méthode de quantification des phases cristallines s'appuyant sur la méthode de diffraction des rayons X. Cette méthode consiste à simuler un diffractogramme à partir d'un modèle cristallographique de l'échantillon, puis d'ajuster les paramètres de ce modèle afin que le diffractogramme simulé soit le plus proche du diffractogramme expérimental. Autrefois limitée par la puissance des ordinateurs, cette méthode permet aujourd'hui d'obtenir des résultats satisfaisants.

Cette méthode peut aussi nous donner une approximation sur la quantité de phases amorphes présentes dans les échantillons. En effet, une fois toutes les phases cristallines identifiées et quantifiées, le pourcentage restant correspond aux phases amorphes plus ou moins les erreurs dans la quantification.

La validité de la méthode Rietveld a fait l'objet d'une étude récente (46). Ainsi, un échantillon dont la composition était connue a été analysé par la méthode Rietveld comme le montre le tableau 15-1.

Phases	Moyenne exp (%mass)	Moyenne théo (%mass)	$ \Delta $	Δ_{lim} (Norme)
Alite	55,9	56,55	0,6	4,91
Belite	16,2	15,19	1,0	3,06
Aluminate	3,6	4,34	0,7	1,77
Ferrite	11,7	10,62	1,1	2,04
Periclase	1,3	1,72	0,5	0,64
Arcanite	0,1	0,00	0,1	0,7
Gypse	3,2	3,62	0,4	1,28
Bassanite	1,8	1,91	0,1	1,26
Anhydrite	2,0	3,22	1,2	1,38
Calcite	3,0	2,46	0,5	0,56

Tableau 15-1 : Vérification de la méthode avec le ciment de référence (46)

Les différences entre les pourcentages massiques théoriques et expérimentaux sont inférieures à ce qui est recommandé dans la norme ASTM C1365-06. La méthode a ensuite été testée avec

d'autres ciments dont la composition était connue, la méthode Rietveld a donné des résultats proches de la valeur théorique.

16Annexe 9

Béton ordinaire

Mélange: | Mélange Type V-P 0,45
Rapport E/A 0.45

Date:
Dosage 390 kg/m³
Gâchée (l) 40

Matériaux	Unité	densité	% massiq	témoin	
				1m ³	40 L
Ciment GU	kg	3.1	100	390	15.6
Poudre de verre	kg	2.54		0	0
Cendres volantes	kg	2.36		0	0
Fumée de silice	kg	2.22		0	0
Métakaolin	kg	2.59		0	0
Laitier	kg	2.89		0	0
Eau	kg	1.0	-	175.5	7.02
Sable 0 - 5 mm abs 1,16	kg	2.61	-	758	30.3
Pierre 5 - 14 mm abs 0,47	kg	2.74	79	748.1	29.9
Pierre 10 - 20 mm	kg	2.76	21	199.0	8.0
Entraîneur d'air (Air Mac12)	Dosage	ml/100kg	1.01	-	82
	qtté	ml		-	320
SP (Eucon 37)	Dosage	L/m3	1.21	-	3
	qtté	ml		-	3000

940

MV théorique

teneur en solig

40.5%

fc28j

2270

32 Mpa (rapport Tricentris)

NB: Eau de gâchage à ajuster en tenant compte de la teneur en eau des granulats à l'état d'usage

Eau ajustée = 6933.6

g

(d'après teneur en eau des granulats) qui sera pesée

Date de confection

Résultats à l'état frais	Unité	Essai 1		Essai 2		Essai 3	
		10 min	60 min	10 min	60 min	10 min	60 min
AEA (Air Mac)	qtté	ml	12.8				
SP (Eucon 37)	qtté	ml	120				
Affaissement	mm	165					
Air	%	7.2					
Masse Volumique	kg/m ³	15953					
Température	°C	21.9					

$$\frac{500 - 497.5}{497.5} \times 100 = 0.50\%$$

$$0.5 - 1.3 = -0.8\%$$

$$\frac{-0.8}{100} \times 30 \times 300 = -242.4g$$

$$\text{sable: } 500 + (-242.4g) = 257.6$$

$$\text{eau: } 6933.6 - 242.4 = 7176$$

Béton ordinaire

Mélange: Mélange type V-S
Rapport E/ 0.40

Date: 11/08/2014

Dosage 360 kg/m³
Gâchée (l) 40

Matériaux	Unité	densité	% massiq	témoin	
				1m ³	40 L
Ciment GU	kg	3.1	100	360	14.4
Poudre de verre	kg	2.54		0	0
Cendres volantes	kg	2.36		0	0
Fumée de silice	kg	2.22		0	0
Métakaolin	kg	2.59		0	0
Laitier	kg	2.89		0	0
Eau	kg	1.0	-	144	5.76
Sable 0 - 5 mm abs 1,16	kg	2.61	-	804	32.2
Pierre 5 - 14 mm abs 0,47	kg	2.74	79	793.8	31.8
Pierre 10 - 20 mm	kg	2.76	21	211.1	8.4
Entraîneur d'air (AirMac12)	Dosage ml/100kg	1.007	-	93.0	93.0
	qtté ml		-	335	13.4
SP (Eucon 37)	Dosage L/m ³	1.21	-	5.3	5.3
	qtté ml		-	5333	213.3

940

MV théorique

2313

teneur en solic 40.5%

fc28j

32 Mpa (rapport Tricentris)

NB: Eau de gâchage à ajuster en tenant compte de la teneur en eau des granulats à l'état d'usage

Eau ajustée = 5606.4 g (d'après teneur en eau des granulats) qui sera pesée

Date de confection

Résultats à l'état frais		Unité	Essai 1		Essai 2		Essai 3	
			10 min	60 min	10 min	60 min	10 min	60 min
AEA (AirMac12)	qtté 13	ml						
Px	dosage 35	ml/100kg	+10					0
SP (Eucon 37)	qtté 170	ml	+50					
	dosage	L/m ³						0
Affaissement		mm	55	180				
Air		%		6				
Masse Volumique		kg/m ³		16444				

Eau : 5974g
S.G.C. : 287.902g

T = 20.8°C