
Effet de l'hydratation et du rapport E/C sur les paramètres de la rugosité de surface de pâtes cimentaires

¹Safiullah Omary, ¹Calypso Chadfeau, ¹Essia Belhaj, ¹Françoise Feugeas

¹ ICube, UMR CNRS 7357, INSA de Strasbourg, 24 Boulevard de la Victoire, 67084 Strasbourg, France,

Safiullah.omary@insa-strasbourg.fr; calypso.chadfeau@insa-strasbourg.fr; essia.belhaj@insa-strasbourg.fr; françoise.feugeas@insa-strasbourg.fr;

RÉSUMÉ

Ce travail s'inscrit dans le cadre du projet national à Fond Unique Interministériel, nommé ERGOFORM (ERGOnomic FORMwork - Système de coffrage auto-stable diminuant la pénibilité de chantier), qui vise à mettre au point un procédé de coffrage innovant.

Quatre pâtes de ciment ont été élaborées avec des rapports Eau sur Ciment (E/C) de respectivement 0,30, 0,35, 0,40 et 0,45. L'évolution des propriétés physiques et mécaniques des pâtes de ciment ont été mesurées : la porosité accessible à l'eau sous vide, les résistances à la compression et en flexion trois points. L'évolution des paramètres de rugosité en fonction du temps de cure a été analysée par microscopie interférométrique et microscopie électronique à balayage environnemental (MEB-E).

Les résultats expérimentaux montrent que l'augmentation du dosage en ciment diminue la porosité accessible à l'eau et améliore les propriétés mécaniques à 24h (après décoffrage nommé T_0). L'évolution de la porosité en fonction du temps de cure montre une augmentation se stabilisant après 4 jours d'immersion dans l'eau pour les pâtes cimentaires de rapports E/C de 0,40 et de 0,45 (Groupe 2). En revanche, cette augmentation se prolonge légèrement pour les pâtes de ciment 0,30 et 0,35 (Groupe 1). Par ailleurs, l'évolution des paramètres de rugosité est fonction du dosage en ciment. En effet, les analyses microscopiques et par diffraction des rayons X mettent en évidence une diminution de la quantité des pores en surface, mais aussi l'évolution des paramètres de rugosité par un changement de sa morphologie et la formation de portlandite même après 2 heures de cure normalisée.

ABSTRACT

The experimental study is part of the national project ERGOnomic FORMwork (Self-Stable Formwork System Reducing Site Difficulty) named ERGOFORM, which aims to develop an innovative formwork process for construction field.

Four cement pastes were provided with different water-to-cement ratio (W/C), respectively, 0.30, 0.35, 0.40 and 0.45. The evolution of physical and mechanical properties of cement pastes was measured through water porosity under vacuum, compressive strength and flexural strength. The variation of the roughness parameters was performed by the interferometry microscope. The environmental scanning electron microscopy (E-SEM) was used to analyze the evolution of the surface morphology.

The experimental results show that the increase of cement quantity decreases the water porosity and improves the mechanical properties of studied mix designs at 24 hours (after stripping, called T_0). The evolution of porosity versus curing time shows that the variation stabilizes after 4 days of immersion in water for the ratio W/C 0.40 and 0.45, named G2 (Group 2). On the other hand, this variation slightly continued for cement pastes 0.30 and 0.35, named G1 (Group 1). Moreover, the evolution of roughness parameters is dependent on cement quantity in mix design. Indeed, the MEB coupling EDX and X-ray diffraction analyzes reveal a decrease in the amount of surface pores, but also the evolution of the roughness parameters by a change in its morphology and the formation of portlandite even after 2 hours of standardized cure.

MOTS-CLÉS : Pâte de ciment, rapport E/C, propriétés physique et mécaniques, rugosité.

KEY WORDS: Cement paste, W/C ratio, physical and mechanical properties, roughness.

1. Introduction

Les matériaux cimentaires sont couramment utilisés dans le domaine du génie civil. De nombreux progrès ont été apportés au cours de ces dernières années, en particulier grâce aux études concernant le ciment.

L'une des phases principales du ciment est le clinker. Il est présent dans les ciments à des proportions qui varient de 5 à 95% selon le type de ciment. Le clinker est composé de phases inorganiques complexes : deux phases de silicates et de deux phases d'aluminates de calcium. Les phases silicates se composent d'alite (silicate tricalcique), et de bélite (silicate bicalcique), le pourcentage de ces deux phases est environ respectivement de 60 et de 15%. Les silicates tricalciques et dicalciques sont respectivement désignés C_3S (Ca_3SiO_5) et C_2S (Ca_2SiO_4). Les aluminates sont composés d'aluminate tricalcique ($C_3A=Ca_3Al_2O_6$, environ 7%) et d'aluminoferrites ($C_4AF=Ca_4Al_2Fe_2O_{10}$ environ 8%) [PPC 17]. Ce travail a été réalisé avec un ciment CEMII contenant 67% de clinker, 31% de laitier de haut fourneau et 2% de constituants secondaires. Le clinker est de 57% de C_3S , 7% de C_3A et 10% de C_4AF .

En présence d'eau, les différentes phases du ciment jouent des rôles différents dans le mécanisme d'hydratation et de durcissement de pâte cimentaire. La réaction intervient à différents moments de l'hydratation et tend à former différentes phases solides par rapport à leur taux d'hydratation respectif. Par ailleurs, la distribution de ces phases solides est principalement dépendante de la composition du clinker, de la quantité totale de sulfate (additifs de gypse) et de la durée d'hydratation. Tang et al. [SWT 16] ont notamment souligné que le mécanisme d'hydratation est fonction de différents paramètres tels que le rapport E/C, la température de cure, le taux de substitution de ciment par les cendres volantes, les laitiers et la fumée de silice.

L'hydratation d'un ciment donne progressivement les produits d'hydratation : des hydrates formant le gel de C-S-H et des hydrates cristallins (la portlandite $Ca(OH)_2$ et des sulfo et ferroaluminates hydratés). La forte variabilité de la morphologie des produits d'hydratation est une des principales raisons de la complexité des réactions cimentaires. De plus, la morphologie de ces phases hydratées dépend fortement des conditions de cure qui existent pendant l'hydratation, la structure cristalline, la température de cure et l'espace disponible pour la formation des phases [PWA 17, DAL 93]. Salvador et al. [RPS 16] ont souligné que la procédure de mélange affecte fortement la matrice microstructurale. Par ailleurs, l'effet de rapport E/C sur la porosité et la rugosité de la surface a été rapporté par Ficker et al. [TFI 11].

Ce travail s'inscrit dans le cadre du projet « ERGOFORM », (ERGOnomic FORMwork - Système de coffrage auto-stable diminuant la pénibilité de chantier), qui vise à mettre au point un procédé de coffrage innovant. Dans ce contexte, une meilleure compréhension de la qualité du parement obtenu en fonction du type de surface coffrante est nécessaire. Lorsque le béton est décoffré (24 h après coulage), sa surface de parement continue d'évoluer en fonction du degré d'hydratation des constituants du ciment et des conditions environnementales. Le but de cette étude est d'analyser l'effet de l'hydratation et du rapport E/C sur les paramètres de rugosité de surface d'une pâte cimentaire de ciment CEMII.

2. Matériaux et méthodes expérimentales

Un ciment de type CEM II /BS 42.5 N, a été utilisé pour l'élaboration de quatre pâtes de ciment en faisant varier le dosage en ciment (0,30, 0,35, 0,40, et 0,45). La composition chimique du ciment utilisé est donnée dans le Tableau 1.

Tableau 1. Composition chimique du ciment utilisé.

Composition chimique (% massique)														
PAF	INS	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	S ⁻	Cl ⁻	CO ₂	CaO _{Free}	Na ₂ O _{act.}
0,6	0,4	24,1	6,2	2,4	54,6	5,5	3	0,88	0,31	0,27	0,04	0,4	1,4	0,76
Constituants (%)					Composition du clinker			Régulateurs de prise						
Clinker	Laitier	Haut Fourneau	Constituants secondaires		C ₃ A	C ₃ S	C ₄ AF	Gypse	Anhydres					
67		31	2		7	57	10	0	4,1					

L'évolution des propriétés physiques et mécaniques a été mesurée après décoffrage (24 heures après coulage : temps T_0) et à 4, 7, 14 et 28 jours. La norme française NF P 18-459 a été appliquée pour déterminer la masse volumique et la porosité des pâtes à l'état durci. Les essais de résistance à la compression et à la flexion trois points ont été réalisés à l'aide d'une presse servo-hydraulique 3R, en imposant une vitesse de chargement,

respectivement de 0,5 et 0,05MPa/s. Les éprouvettes sont de forme prismatique 40×40×160 mm stockées dans l'eau à 20±2 °C.

Les paramètres de rugosité sont déterminés avec un microscope interférométrique Bruker Contour GT-K® avec un objectif de ×50 et une lumière verte dont la résolution latérale est de 2,2 μm et la résolution verticale est de 5 nm. La surface analysée est une surface qui était en contact avec le coffrage polystyrène, sans traitement (polissage), présente les dimensions 64×48 μm illustré dans la **Figure 1a**. Pour chaque zone 5 mesures ont été réalisées (1, 2, 3, 4 et 5), où, sur un même échantillon, 40 mesures ont été effectuées pour l'analyse des paramètres de rugosité.

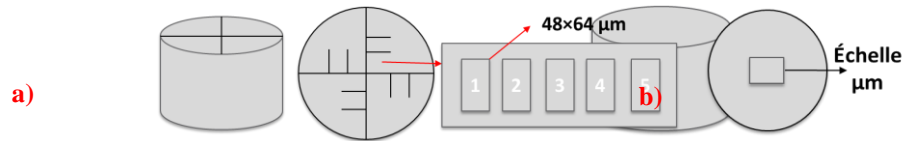


Figure 1. échantillon pour le microscope interférométrique (a) et MEB (b).

Des observations MEB et des analyses EDX ont été effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage environnemental de type PHILIPS XL 30 ESEM en mode vide partiel et électrons rétrodiffusés sous une tension de l'ordre de 20KV. Les éprouvettes se présentent sous forme cylindrique φ20×18 mm (**Figure 1b**).

3. Résultats expérimentaux

Les résultats obtenus après décoffrage (nommé T0 égal à 24h) ont été regroupés dans le Tableau 2. On remarque que la masse volumique diminue avec l'augmentation du dosage en ciment qui est liée à la diminution de la porosité accessible à l'eau. Par ailleurs, les propriétés mécaniques montrent une amélioration avec la diminution du rapport E/C, ces résultats sont cohérents par rapport à la littérature [SCA 00, IYU 03 & EGU 04].

Tableau 2. Les propriétés physiques et mécaniques des pâtes après décoffrage.

E/C	Masse vol. : ρ_d (g/cm ³)	Porosité : n (%)	Rés. à la compression : f_{cm} (Mpa)	Rés. à la flexion : f_x (Mpa)
0,30	2,17 ^{±0,01}	42,0 ^{±0,2}	23,3 ^{±0,6}	4,4 ^{±0,2}
0,35	2,05 ^{±0,01}	45,6 ^{±0,4}	18,2 ^{±0,3}	3,7 ^{±0,1}
0,40	1,90 ^{±0,01}	49,5 ^{±0,2}	11,0 ^{±0,3}	3,0 ^{±0,1}
0,45	1,80 ^{±0,01}	52,2 ^{±0,3}	8,7 ^{±0,2}	2,5 ^{±0,2}

L'effet du rapport E/C sur l'amélioration des propriétés physiques et mécaniques sont corroborées par les images MEB de la surface des échantillons (**Figure 2**). Elles montrent que la quantité et les tailles des pores augmentent avec l'augmentation de rapport E/C, ainsi que Bentz *et al.* et Chen l'ont montré [DPB 99 & WCH 11].

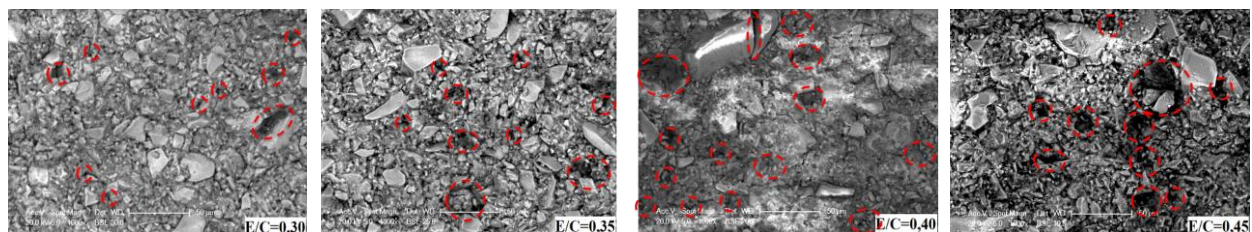


Figure 2. images MEB des pâtes cimentaires après décoffrage. (T₀) pour les quatre rapport E/C.

L'évolution de la porosité (n), de la résistance à la compression (f_{cm}) et de celle à la flexion (f_x) sont représentées graphiquement dans la **Figure 3**. Les résultats expérimentaux montrent que les propriétés physiques et mécaniques sont proportionnellement liées au rapport E/C. Une augmentation du rapport E/C de 0,30 à 0,45 conduisant à une augmentation de la porosité d'environ 12 %. Par ailleurs, la porosité diminue en fonction du temps de cure. De plus, on peut remarquer que l'évolution est plus significative au cours des 4 premiers jours ce qui peut s'expliquer par la présence de grains non-hydratés à T₀, en quantité importante. Après cette période, on observe une stabilisation pour les mélanges avec des rapports E/C de 0,40 et 0,45 (nommé Groupe 1, G1) ce qui est moins le cas pour les deux autres mélanges (G2). L'évolution des propriétés mécaniques étudiées est en bon accord avec les remarques concernant l'évolution de la porosité. On peut souligner que la résistance à la compression et à la flexion sont dépendants de la phase hydratée et du rapport E/C [SCA 00, IYU 03 & EGU 04].

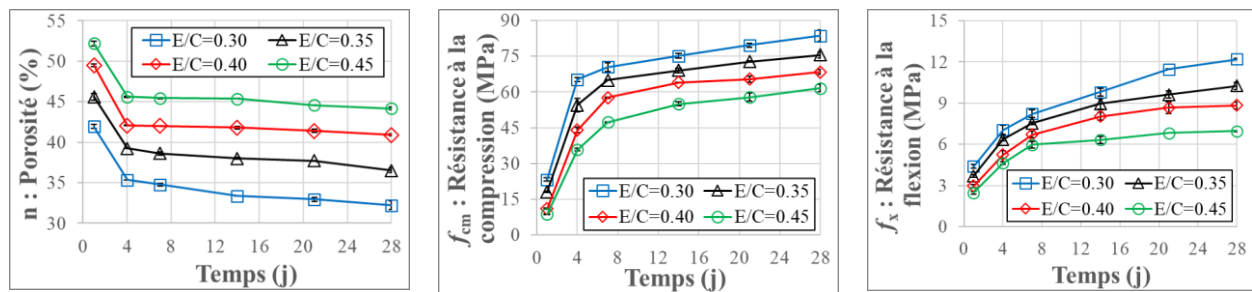


Figure 3. L'évolution des propriétés physiques et mécaniques en fonction de la durée de cure normalisé.

Des analyses de MEB (**Figure 4**) montrent l'évolution de la porosité de surface des échantillons de rapport E/C= 0,30. On peut noter que la morphologie de la surface change et que la quantité des pores diminue déjà après 3 heures de cure normalisée. Certains pores de surface ont été entourés par rouge sur les images MEB à T_0 et celle après 3 heures d'immersion dans l'eau, qui ne sont pas visible sur l'image après 28 jours de cure normalisée.

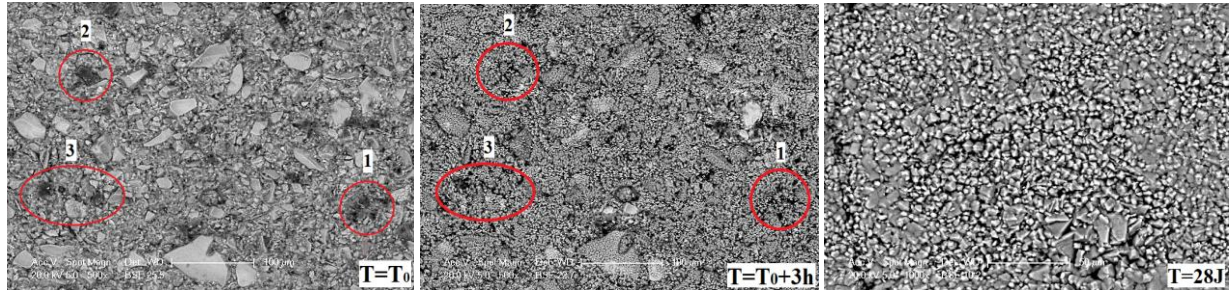


Figure 4. changement morphologique à T_0 , après 3 heures et 28 jours pour E/C=0,30 immergé dans l'eau. Les zones entourées de rouge présentent les pores sur la surface de l'échantillon.

L'évolution des paramètres de rugosité (S_a : Hauteur moyenne arithmétique et S_z : Hauteur maximale) est présentée dans la **Figure 5**. Tout d'abord, à T_0 on peut voir que S_a et S_z diminuent avec l'augmentation du rapport E/C. De plus, pendant les 24 premières heures une évolution similaire des paramètres est assez notable, quel que soit le dosage en ciment. D'autre part, après 24h de cure, cette évolution se stabilise pour le deuxième groupe, G2, contrairement au groupe G1 (0,30 et 0,35). La stabilisation des paramètres de rugosité pour G2 est due à la stabilisation de l'hydratation en surface, cette dernière peut être corrélée avec la stabilisation de la porosité totale des échantillons (**Figure 3**). On peut souligner que l'évolution de S_a et S_z dépendent du rapport E/C. Les analyses MEB valident que le changement morphologique de surface est significatif pendant les premières 24 heures d'immersion dans l'eau, au-delà, il se stabilise légèrement pour G2. Les analyses semi-quantitatives par EDX montrent que la quantité de calcium (Ca) augmente et que celle en silicium (Si) diminue en surface. Cela est lié à la création de la portlandite en surface des échantillons. Ce résultat est en accord avec l'étude de Huang et al. [HHU 13], les auteurs ont souligné le rôle signifiant de CH pour la réparation des micro-fissures d'une surface de pâte cimentaire.

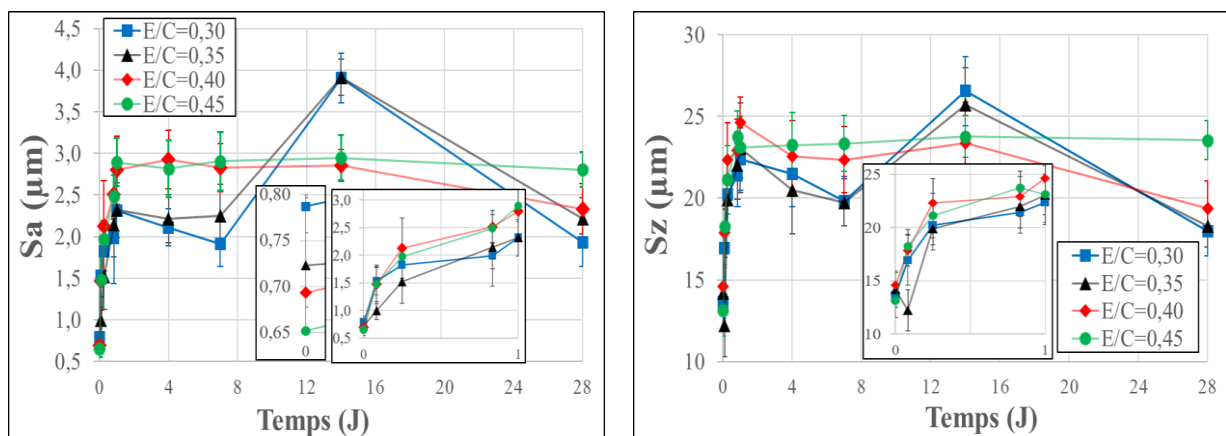


Figure 5. évolution des paramètres de rugosité (S_a et S_z) au cours de temps d'immersion dans l'eau.

4. Conclusion

Ce travail présente l'effet du dosage en ciment sur les propriétés physiques et mécaniques de pâtes de ciment CEMII immédiatement après décoffrage et après différents temps de cure normalisée. De plus, des analyses de surfaces ont été effectuées en fonction des temps de cures pour ces différents types d'échantillons. L'évolution des certains paramètres de rugosité (S_a et S_z) a ainsi pu être mise en évidence en liaison avec la formation d'hydrates.

La masse volumique, la porosité accessible à l'eau, la résistance à la compression et à la flexion sont dépendants du rapport E/C. Les propriétés étudiées s'améliorent proportionnellement avec l'augmentation du dosage en ciment. En ce qui concerne les paramètres S_a et S_z de rugosité, leurs valeurs sont identiques (à l'incertitude de valeur près) pour les rapports E/C de 0,30 à 0,40 et légèrement supérieures pour E/C de 0,45 à 28 jours.

La porosité se stabilise après 4 jours pour le groupe G2 (rapports E/C de 0,40 et 0,45), par contre, cette dernière continue de chuter pour le groupe G1 (rapports E/C de 0,30 et 0,35). Les analyses MEB montrent que l'amélioration des propriétés physiques et mécaniques est liée à une diminution de la quantité de pores visibles en surface, liée aux changements morphologiques observés et à l'évolution des paramètres de rugosité de surface.

5. Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier les responsables du projet ERGOFORM pour le soutien financier.

6. Bibliographie

- [DAL 93] David A. Lange, Hamlin M. Jennings, Surendra P. Shah, « Relationship between Fracture Surface Roughness and Fracture Behavior of Cement Paste and Mortar », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 76, 1993, p. 589–597.
- [DPB 99] Dale P. Bentz, Edward J. Garboczi, Claus J. Haecker. « Effects of cement particle size distribution on performance properties of Portland cement-based materials », *Cement and concrete research*, 1999, vol. 29, no 10, p. 1663-1671.
- [EGU 04] Emmanuel Guillon, « Durabilité des matériaux cimentaires - Modélisation de l'influence des équilibres physico-chimiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résiduelles », *ENS Cachan/CNRS/Université Paris 6*, thèse doctorat, 2004.
- [IYU 03] Ismail Yurtdas, « Couplage comportement mécanique et dessiccation des matériaux a matrice cimentaire : Etude expérimentale sur mortiers », *Ecole Centrale de Lille*, thèse doctorat, 2003.
- [HHU 13] Haoliang Huang, Guang Ye, Denis Damidot, « Characterization and quantification of self-healing behaviors of micro-cracks due to further hydration in cement paste », *Cement and Concrete Research*, vol. 52, 2013, p. 71–81.
- [PCC 17] PORTLAND CEMENT CLINKER - OVERVIEW, *Understanding Cement, Portland clinker ciment - aperçu*, <https://www.understanding-cement.com/clinker.html#>, 2017.
- [PWA 17] Peiming Wang, Nan Li, Linglin Xu, « Hydration evolution and compressive strength of calcium sulphoaluminate cement constantly cured over the temperature range of 0 to 80 °C », *Cement and Concrete Research*, vol. 100, 2017, p. 203–213.
- [RPS 16] Renan P. Salvador, Sergio H.P. Cavalaro, Miguel Cano, Antonio D. Figueiredo, « Influence of spraying on the early hydration of accelerated cement pastes », *Cement and Concrete Research*, vol. 88, 2016, p. 7–19.
- [SCA 00] S. Caré, R. Linder, V. Baroghel-Bouny, F. de larrard, Y. Charonnat, « effet des additions minérales sur les propriétés d'usage des bétons plan d'expérience et analyse statistique », *Lab. Central des Ponts et Chaussées*, ISSN 1161-028X, 2000.
- [SWT 14] S.W. Tang, Z.J. Li, H.Y. Shao, E. Chen, « Characterization of early-age hydration process of cement pastes based on impedance measurement », *Construction and Building Materials*, vol. 68, 2014, p. 491–500.
- [TFI 11] T. Ficker, D. Martisek, H. M. Jennings, « Surface Roughness and Porosity of Hydrated Cement Pastes », *Acta Polytechnica*, vol. 51, 2011, n° 3.
- [WCH 11] Wei Chen, « Etude expérimentale de la perméabilité du béton sous conditions thermiques et hydriques variables », *Lab. de mécanique de Lille/Ecole Doctroale SPI 072*, thèse doctorat, 2011.