

أوزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة حسيبة بن بوعلي بالشلف
Université Hassiba Benbouali de Chlef
كلية الهندسة المدنية والمعمارية
Faculté de Génie Civil et d'Architecture
قسم الهندسة المدنية
Département de Génie Civil



Thèse

En vue de l'obtention du diplôme de Doctorat en Sciences

Spécialité : Génie Civil

Présentée par :

BOUBEKEUR Toufik

Magister en Génie Civil de l'UHB Chlef

**Vérification du principe de la maturité en présence
d'un ciment composé durcissant sous une
température variable**

Soutenu publiquement le : 19/10/2015

Devant le jury composé de :

KASSOUL Amar	Professeur	UHB Chlef	Président
KENAI Said	Professeur	USD Blida	Examineur
MENADI Belkacem	Professeur	USD Blida	Examineur
GHRICI Mohamed	Professeur	UHB Chlef	Examineur
EZZIANE Karim	Professeur	UHB Chlef	Directeur de thèse
KADRI El-Hadj	Professeur	U. Cergy Pontoise (France)	Co-Directeur de thèse

Dédicace

Je dédie ce travail à mes parents dont le soutien et les encouragements ininterrompus ont permis à ce travail de voir le jour.

Je tiens à exprimer tout au fond de mon cœur mes reconnaissances à toute ma famille.

Remerciements

Je voudrais saisir l'occasion qui m'est offerte pour exprimer ma profonde gratitude et tous mes remerciements à mon directeur de thèse Mr Ezziane Karim, Professeur à l'Université Hassiba Ben-Bouali de Chlef, pour son dévouement, ses précieux conseils, ses critiques constructives et l'intérêt qu'il a porté tout au long de l'élaboration de ce travail. Ainsi je tiens à remercier mon Co-directeur de thèse Mr Kadri el Hadj, professeur à l'université Cergy pontoise en France, pour sa précieuse collaboration dans l'achèvement de certains essais au laboratoire L2MGC de Cergy pontoise en France ainsi que dans le suivi de ma thèse.

Il m'est particulièrement agréable de remercier sincèrement Professeur Kassoul, Amar pour avoir accepté de présider le jury de cette soutenance. Je tiens à remercier et à exprimer toute ma gratitude à messieurs Ghrici Mohamed Professeur de l'université de Chlef, Kenai Said Professeur de l'université de Blida et Menadi Belkacem Professeur de l'université de Blida pour avoir accepté d'examiner avec toute l'attention voulue le présent travail.

Je suis reconnaissant envers l'ensemble des responsables du département de génie civil de l'Université Chlef et de l'université de Cergy Pontoise en France qui m'ont facilité les tâches pour l'accès aux laboratoires et la réalisation des essais. Sans oublier par cette occasion, de remercier l'ensemble des enseignants de Génie civil qui ont contribué à ma formation et grâce à eux je me suis initié dans la recherche et en particulier Messieurs Makhlouf Ali et Boulekbache Bensaid.

Enfin, je souhaite adresser mes remerciements à tous ceux qui par leur aide et leur soutien m'ont permis de réaliser cette étude et par leur présence à cette soutenance ont témoigné de leur reconnaissance et leur soutien à la recherche.

B. Toufik

RÉSUMÉ

Cette recherche est consacrée pour étudier le comportement mécanique, de l'hydratation et les propriétés de durcissement d'un ciment composé sous une température de cure variable, ainsi que de trouver une relation reliant certaines propriétés telles que la résistance en fonction de la maturité. Une étude expérimentale est menée pour suivre le développement des résistances et de la chaleur d'hydratation des mortiers sous des conditions de cure variables. Ceci a conduit à mieux comprendre le comportement des ciments à base d'additions minérales sous des températures élevées. Les résultats obtenus ont montré que le nouveau indice de maturité proposé a une fiabilité plus élevée pour la prévision des résistances mécaniques, ce modèle a présenté une grande précision pour la prévision des résistances à long terme par rapport au modèle classique, avec des coefficients de correction qui varient entre 0.90 et 0.99. Ainsi que l'analyse des résultats obtenus a permis de bien comprendre le comportement d'hydratation des ciments composés sous des températures variables et de trouver une relation qui prédit la chaleur dégagée ainsi de déterminer certaines propriétés de durcissement tel que le demi-âge de résistance, les résistances ultimes et l'énergie d'activation.

Mots clés : *ciment, addition minérale, température, maturité, résistance, chaleur d'hydratation*

ABSTRACT

Current research is devoted to study the mechanical behavior, hydration heat and curing properties of blended cement according to various curing temperature, and to find a relationship between some properties, such as compressive strength according to maturity. An experimental study is made to follow the development of compressive strength and hydration heat of mortars under various curing conditions. This lets to better understand the behavior of cement with mineral additions under temperatures rise. The results show that the proposed model of maturity presents higher reliability for the prediction of compressive strength, the model presented high accuracy for predicting long-term strength compared to conventional existing model, with correction coefficients varying between 0.90 and 0.99. The analysis of the results allows us to understand the behavior of cement compounds hydration under high curing temperatures, to find a relationship that allows us to predict the hydration heat and to establish some curing properties such as half-aging strength, ultimate strength and the activation energy.

Keywords: *cement, mineral addition, temperature, maturity, strength, hydration heat.*

الملخص

يخصص هذا البحث لدراسة السلوك الميكانيكي، الإماهة وخصائص لتصلب المونة الاسمنتية لأسمنت مركب معالج تحت درجة حرارة متغيرة، كما تهدف الى ايجاد علاقة رياضية تربط هذه الخصائص مع درجة النضوج. اجريت دراسة تجريبية لمتابعة تطور مقاومة الإسمنت والحرارة المنبعثة من الإماهة تحت ظروف معالجة مختلفة من درجة الحرارة. أدى ذلك إلى فهم أفضل لسلوك الاسمنت المحتوي على مضافات معدنية في ظل ارتفاع درجات الحرارة. أظهرت النتائج أن النموذج المقترح لمعامل النضوج يقدم نتائج أكثر ملائمة للتنبؤ بالقوى الميكانيكية. قدم هذا النموذج الجديد دقة عالية للتنبؤ بمقاومة الاسمنت على المدى الطويل مقارنة بالنموذج التقليدي كانت معاملات التصحيح تتراوح بين 0.90 و0.99 كما سمحت هذه الدراسة بفهم جيد لسلوك إماهة الاسمنت المركب تحت درجة حرارة مرتفعة ومتغيرة. وقدمت نموذج لتنبؤ الحرارة المنبعثة من تفاعل الاسمنت مع الماء. تحليل هذه النتائج سمح بفهم تأثير المضافات المعدنية على سلوك الاسمنت في درجات حرارة مختلفة وتحديد خصائص معينة مثل طاقة التفاعل، نصف عمر المقاومة والمقاومة النهائية.

الكلمات المفتاحية: الإسمنت، المضافات المعدنية، حرارة، النضج، المقاومة، حرارة الاماهة

Liste des Figures

N°	Titre	Page
Figure 1.1 :	<i>Courbe classique calorimétrique de l'hydratation d'une pâte de ciment.</i>	25
Figure 1.2 :	<i>Variation de chaleur d'hydratation en fonction du rapport E/C (Kadri et Duval, 2009).</i>	27
Figure 1.3 :	<i>Evolution du retrait endogène en fonction du rapport E/C (Baroghel-Bouny et al., 2006)</i>	29
Figure 1.4 :	<i>Evolution de la fonction de fluage à 20°C en fonction du taux et des âges de chargement (Gutsch et al., 1994).</i>	30
Figure 1.5 :	<i>L'évolution des résistances des différents produits d'hydratation du ciment.</i>	31
Figure 1.6 :	<i>Chaleur d'hydratation des ciments composés aux pouzzolanes (Turanli et al., 2005).</i>	36
Figure 1.7 :	<i>Evolution du flux et de la chaleur d'hydratation d'un ciment en fonction du taux de substitution du laitier (Bouguarra et al., 2008).</i>	37
Figure 1.8 :	<i>Réduction de la demande en eau apportée par l'introduction de deux cendres volantes dans une formulation de béton (Lewandowski et al., 1983).</i>	40
Figure 1.9 :	<i>Variation de l'ouvrabilité d'un béton en fonction du pourcentage de fumée de silice pour différents rapports eau/liant (Kwan. 2000)</i>	41
Figure 1.10 :	<i>Valeurs de retraits en fonction de l'âge pour les différents types de Ciments (Khatri et al., 1995)</i>	42
Figure 1.11 :	<i>Résultats des valeurs de retrait de trois bétons différents en fonctions de l'âge (Jianyong et Yan, 2001)</i>	43
Figure 1.12 :	<i>Résultats des valeurs de retrait en fonctions de l'âge pour des mortiers aux cendres volantes (Atis et al., 2004)</i>	43
Figure 1.13 :	<i>Résistance à la compression des mortiers en fonction des quantités de calcaire. (Yilmaz et Olgun, 2008).</i>	44
Figure 1.14 :	<i>Les résistances des différents mortiers en fonction des dosages des cendres volantes. (Yilmaz et Olgun, 2008).</i>	45
Figure 1.15 :	<i>Résistances à la compression des différents mortiers en fonction des dosages en pouzzolane et en calcaire (Ghrici et al., 2007)</i>	46
Figure 2.1 :	<i>Micrographies caractéristiques après 1 jour et 1 an d'hydratation (Gallucci, et al., 2013)</i>	51
Figure 2.2 :	<i>Evolution des degrés d'hydratation (mesurés par analyse d'image). (Gallucci et al., 2013).</i>	52
Figure 2.3 :	<i>Effet de la température sur l'évolution de la porosité de la pâte de ciment. (Gallucci et al., 2013).</i>	54
Figure 2.4 :	<i>Dosage en eau en fonction de la température (L'ACI committee 305, 1982).</i>	55
Figure 2.5 :	<i>Effet de la température sur l'affaissement du béton (Kleiger. P., 1958).</i>	55
Figure 2.6 :	<i>Influence de la température sur le début et fin de prise (Alahmadi, 2000).</i>	56
Figure 2.7 :	<i>Variation du temps début et fin de prise en fonction de la température pour un ciment au calcaire. (Ezziane et al., 2010)</i>	57
Figure 2.8 :	<i>Variation du temps début et fin de prise en fonction de la température pour un ciment à la pouzzolane. (Ezziane et al., 2010)</i>	58
Figure 2.9 :	<i>Variation du temps début et fin de prise en fonction de la température</i>	

	<i>pour un ciment au laitier. (Ezziane et al., 2010)</i>	
Figure 2.10 :	<i>Développement de résistance des bétons en fonction de la température (Galluci et al., 2013)</i>	59
Figure 2.11 :	<i>Evolution de la résistance à la compression du ciment portland en fonction de la température (Boubekeur et Ezziane, 2013).</i>	59
Figure 2.12 :	<i>Développement de résistance des bétons pour le ciment sans ajouts (Jin-Keun Kim et al., 2002).</i>	60
Figure 2.13 :	<i>Développement de résistance des bétons pour le ciment contenant des cendres volantes (Jin-Keun Kim et al., 2002).</i>	61
Figure 2.14 :	<i>Influence de la température sur l'évolution du retrait endogène pour le CEM I (Lura et al., 2001)</i>	62
Figure 2.15 :	<i>Influence de la température sur l'évolution du retrait endogène pour le CEM III (Lura et al., 2001)</i>	62
Figure 2.16 :	<i>Relations entre le fluage et la durée du chargement pour des bétons conservés à différentes températures (rapport contrainte/résistance de 0,70) (Neville. A. M., 2000)</i>	64
Figure 2.17 :	<i>Evolution de la perte de masse relative en fonction du temps et de la température donnée par ATG (Sabeur et Meftah, 2006).</i>	65
Figure 2.18 :	<i>Temps de prise mesurés en fonction des temps de prise calculés pour les 4 compositions. (Arnaud, 2008)</i>	66
Figure 2.19 :	<i>Résistance à la compression en fonction de la maturité (Ilker et Mehmet, 2005).</i>	71
Figure 2.20 :	<i>Résistance à la compression en fonction de la maturité pour le ciment portland. (Boubekeur et al., 2014)</i>	71
Figure 2.21 :	<i>Comparaison entre les résultats expérimentaux et le nouveau modèle proposé pour T=50 et E/C égale 0.43 (Yahia A. Abdel-Jawad, 2006)</i>	72
Figure 2.22 :	<i>Application du principe de maturité sur le retrait volumique endogène (Turcry et al., 2002)</i>	73
Figure 2.23 :	<i>Application du principe de maturité sur le retrait volumique endogène (Mounanga et al., 2006)</i>	73
Figure 2.24 :	<i>Application du principe de maturité sur le fluage propre en traction (Atrushi, 2003)</i>	74
Figure 3.1 :	<i>Analyse par diffraction aux rayons X du calcaire. (Salhi, 2012)</i>	79
Figure 3.2 :	<i>Analyse par diffraction aux rayons X de pouzzolane naturelle.</i>	80
Figure 3.3 :	<i>Analyse par la diffraction aux rayons X du laitier granulé d'El-Hadjar</i>	80
Figure 3.4 :	<i>Courbe granulométrique du sable normalisé utilisée.</i>	81
Figure 3.5 :	<i>Balance numérique</i>	82
Figure 3.6 :	<i>Malaxeur automatique</i>	82
Figure 3.7 :	<i>Table à secousses pour le compactage des éprouvettes.</i>	83
Figure 3.8 :	<i>Photo des étuves utilisées pour la conservation des éprouvettes.</i>	84
Figure 3.9 :	<i>Cure sous des températures constante.</i>	84
Figure 3.10 :	<i>Cure sous température variable de 30°C</i>	85
Figure 3.11 :	<i>Cure sous température variable de 40°C.</i>	86
Figure 3.12 :	<i>Cure sous température variable de 50°C.</i>	87
Figure 3.13 :	<i>Essais de résistance à la flexion.</i>	89
Figure 3.14 :	<i>Schéma du dispositif de charge en flexion pour les éprouvettes de mortiers.</i>	89
Figure 3.15 :	<i>Essais de résistance à la compression.</i>	90
Figure 3.16 :	<i>Constituants principaux d'un calorimètre semi-adiabatique.</i>	91
Figure 3.17 :	<i>Dispositif utilisé de mesure relié à la chaîne d'acquisition.</i>	93

Figure 3.18 :	<i>Chaîne d'acquisition des températures.</i>	93
Figure 4.1 :	<i>Evolution de la résistance à la flexion en fonction de l'âge pour les différents types des ciments.</i>	97
Figure 4.2 :	<i>Evolution des résistances à la flexion en fonction de la température pour les différents types de ciments.</i>	99
Figure 4.3 :	<i>Résistance à la flexion à 03 jours pour une durée de cure de 01 jour.</i>	100
Figure 4.4 :	<i>Résistance à la flexion à 07 jours pour une durée de cure de 01 jour.</i>	101
Figure 4.5 :	<i>Résistance à la flexion à 28 jours pour une durée de cure de 01 jour.</i>	101
Figure 4.6 :	<i>Résistance à la flexion à 07 jours pour une durée de cure de 03 jours.</i>	102
Figure 4.7 :	<i>Résistance à la flexion à 28 jours pour une durée de cure de 03 jours.</i>	102
Figure 4.8 :	<i>Résistance à la flexion à 28 jours pour une durée de cure de 07 jours.</i>	103
Figure 4.9 :	<i>Résistance à la flexion à 90 jours pour plusieurs durées de cure.</i>	103
Figure 4.10 :	<i>Evolution de la résistance à la compression en fonction de l'âge pour les différents types des ciments.</i>	104
Figure 4.11 :	<i>Evolution des résistances à la compression en fonction de la température pour les différents types de ciments.</i>	106
Figure 4.12 :	<i>Résistance à la compression à 03 jours pour une durée de cure de 01 jour.</i>	108
Figure 4.13 :	<i>Résistance à la compression à 07 jours pour une durée de cure de 01 jour.</i>	108
Figure 4.14 :	<i>Résistance à la compression à 28 jours pour une durée de cure de 01 jour.</i>	109
Figure 4.15 :	<i>Résistance à la compression à 07 jours pour une durée de cure de 03 jours.</i>	109
Figure 4.16 :	<i>Résistance à la compression à 28 jours pour une durée de cure de 03 jours.</i>	110
Figure 4.17 :	<i>Résistance à la compression à 28 jours pour une durée de cure de 07 jours.</i>	110
Figure 4.18 :	<i>Résistance à la compression à 90 pour plusieurs durées de cure.</i>	112
Figure 4.19 :	<i>Demi-âge de résistances en fonction de la température de cure.</i>	114
Figure 4.20 :	<i>Résistances finales ultime en fonction de la température de cure.</i>	117
Figure 4.21 :	<i>Résistance à la compression en fonction de la maturité pour le ciment portland.</i>	118
Figure 4.22 :	<i>Résistance à la compression en fonction de la maturité pour le ciment au calcaire.</i>	119
Figure 4.23 :	<i>Résistance à la compression en fonction de la maturité pour le ciment à la pouzzolane.</i>	119
Figure 4.24 :	<i>Résistance à la compression en fonction de la maturité pour le ciment au laitier.</i>	119
Figure 4.25 :	<i>Comparaison entre les résistances expérimentales et calculées.</i>	121
Figure 4.26 :	<i>Relation entre les résistances expérimentales et calculées de différents ajouts.</i>	122
Figure.5.1 :	<i>Evolution de la chaleur d'hydratation pour différents types d'ajout (T=20°C).</i>	127
Figure.5.2 :	<i>Evolution de la chaleur d'hydratation pour les différents types d'ajouts à 12 heures</i>	128
Figure.5.3 :	<i>Evolution de la chaleur d'hydratation pour les différents types d'ajouts à 24 heures</i>	129
Figure.5.4 :	<i>Evolution de la chaleur d'hydratation pour les différents types d'ajouts à 48 heures</i>	129
Figure 5.5 :	<i>Evolution de la chaleur d'hydratation pour les différents types d'ajouts</i>	130

	à 120 heures	
Figure 5.6 :	Flux de chaleur dégagée pour les différents types des ciments pour $T=20^{\circ}\text{C}$.	132
Figure 5.7 :	Flux de chaleur dégagée pour le ciment ordinaire sous différentes température.	133
Figure 5.8 :	Flux de chaleur dégagée pour le ciment au calcaire sous différentes température.	134
Figure 5.9 :	Flux de chaleur dégagée pour le ciment à la pouzzolane naturelle sous différentes température	135
Figure 5.10 :	Flux de chaleur dégagée pour le ciment au laitier sous différentes température.	135
Figure 5.11 :	Relation entre les résistances expérimentales et calculées pour le ciment ordinaire.	138
Figure 5.12 :	Relation entre les résistances expérimentales et calculées pour le ciment au calcaire.	139
Figure 5.13 :	Relation entre les résistances expérimentales et calculées pour le ciment à la pouzzolane.	139
Figure 5.14 :	Relation entre les résistances expérimentales et calculées pour le ciment au laitier.	140

Liste des Tableaux

N°	Titre	Page
Tableau 1.1 :	<i>Principaux minéraux du ciment Portland et leurs caractéristiques. (Mehta, 1986).</i>	21
Tableau 1.2 :	<i>Variation du temps de début et de fin de prise pour des pâtes de consistance normales avec différents taux de substitution de la pouzzolane naturelle (Uzal et Turanli, 2003)</i>	39
Tableau 1.3 :	<i>Variation du temps de prise, demande en eau et l'étalement d'un ciment en fonction du dosage en laitier. (Kourounis et al., 2007).</i>	40
Tableau 2.1 :	<i>Temps de prise de deux ciments (sur pâte pure de ciment) (Venuat, 1979) (Normes Vicat).</i>	56
Tableau 2.2 :	<i>Amplitude de retrait endogène maximal [$\mu\text{m/m}$] des bétons en fonction de la température (Brue, 2009).</i>	63
Tableau 3.1 :	<i>Caractéristiques physico-chimiques des matériaux utilisés.</i>	78
Tableau 3.2 :	<i>Composition minéralogique du clinker</i>	78
Tableau 3.3 :	<i>Compositions des échantillons de mortier pour la résistance mécanique.</i>	82
Tableau 3.4 :	<i>Description des opérations de malaxage.</i>	83
Tableau 3.5 :	<i>Détails de l'histoire de température de cure.</i>	88
Tableau 3.6 :	<i>Compositions des échantillons de mortier pour la chaleur d'hydratation.</i>	92
Tableau 4.1 :	<i>Valeurs de t_{50} en heure et des résistances finales pour les différents types des ciments.</i>	113
Tableau 4.2 :	<i>Variation de l'énergie d'activation en présence pour les différents ajouts en kJ/mole</i>	116
Tableau 4.3 :	<i>Relation entre la résistance et la maturité ($M < 300$ (Cx heures)) : $R = a + b \ln(M)$</i>	120
Tableau 4.4 :	<i>Relation entre la résistance et la maturité équivalente ($M > 350$) : $R = a + b \ln(M_e)$</i>	121
Tableau 5.1 :	<i>Valeurs de la chaleur d'hydratation dégagée en J/g pour différents types de ciment à $T = 20^\circ\text{C}$.</i>	125
Tableau 5.2 :	<i>Temps nécessaire en heures pour atteindre la chaleur d'un ciment ordinaire.</i>	130
Tableau 5.3 :	<i>Valeurs du flux de chaleur du second pic et son temps de parution.</i>	133
Tableau 5.4 :	<i>Variation de la chaleur dégagée en fonction de l'indice de basicité</i>	136
Tableau 5.5 :	<i>Valeurs des paramètres de l'équation 5.4 pour les différents types des ciments.</i>	138

Tables des matières

Liste des figures	
Liste des tableaux	
Tables des matières.....	
Introduction générale.....	16

Chapitre 1 : Caractéristique physico-chimique et mécaniques des pâtes de ciment

1.1. Introduction	20
1.2. Principaux minéraux d'un ciment.....	20
1.3. Classification des ciments	Erreur ! Signet non défini.
1.4. Hydratation du ciment	21
1.4.1 Hydratation des silicates	21
1.4.2 Hydratation des aluminates	22
1.4.3 Hydratation de l'aluminoferrite de calcium (C_4AF).....	23
1.4.4 Séquences de l'hydratation.....	23
1.5. Propriétés du ciment	25
1.5.1. Propriétés physiques et chimique	25
1.5.1.1 Finesse de mouture	25
1.5.1.2 La prise	26
1.5.1.3. Chaleur d'hydratation	26
1.5.1.4 Retrait	27
1.5.1.5 Expansion	29
1.5.1.6 Fluage	29
1.5.2. Propriétés mécaniques	31
1.6. Propriétés des ciments avec ajouts	32
1.6.1. Classification des ajouts cimentaires	33
1.6.1.1 Additions de type I	33
1.6.1.2. Additions de type II	33
1.6.2. Propriétés chimiques et physiques des ciments avec ajouts	35
1.6.2.1. Hydratation des ciments avec ajouts	35
1.6.2.2. Temps de prise.....	38
1.6.2.3. Ouvrabilité.....	40
1.6.2.4. Retrait	42
1.6.3. Propriétés mécaniques des ciments avec ajouts	44
1.7. Conclusion.....	47

Chapitre 2 :
Effet de la température de cure sur les propriétés des ciments composées.

2.1. Introduction	50
2. 2. Effet de la température sur les propriétés du béton au jeune âge	50
2. 2.1. Développement microstructural	50
2.2.2. Chaleur d'hydratation	52
2.2.3. Évolution de la porosité.....	54
2. 2.4 Ouvrabilité.....	55
2.2.5. Temps de prise.....	57
2.3 Effet de la température sur les propriétés du béton à long terme	60
2.3.1. Résistance mécanique.....	60
2.3.2. Retrait	63
2.3.3. Fluage	65
2.4. Principe de maturité.....	67
2.4.1. Définition et mécanismes	67
2.4.2. Analyse théorique du principe de maturité.....	67
2.4.3. Application du principe de maturité sur les propriétés du béton.....	69
2.4.3.1. Temps de prise.....	69
2.4.3.2. Chaleur d'hydratation	70
2.4.3.3. Résistance mécanique.....	71
2.4.3.4. Retrait endogène	73
2.4.3.5. Fluage	75
2.5. Conclusion	76

Chapitre 3 :
Etude expérimentale et méthodes d'essais

3.1. Introduction	78
3.2. Description des matériaux utilisés.....	78
3.2.1. Ciment	78
3.2.2. Calcaire.....	80
3.2.3. Pouzzolane.....	80
3.2.4. Laitier	81
3.2.5. Sable	82
3.2.6. L'eau.....	82
3.3 Essais mécaniques	82
3.3.1 Composition des mortiers.....	82
3.3.2 Confection et préparation des mortiers.....	83

3.3.3 Conservation des éprouvettes	84
3.3.4 Essai de la résistance en traction par flexion.....	89
3.3.5 Essai de la résistance en compression	91
3.4 Essai de la chaleur d'hydratation.....	91
3.4.1 Calorimétrie isotherme	92
3.4.2 Chaleur de dissolution	92
3.4.3 Calorimétrie adiabatique.....	92
3.4.4 Description du calorimètre utilisé.....	92
3.4.5. Composition des mortiers	93
3.4.6. Procédure expérimentale	94
3.4.7. Mesure de la chaleur dégagée.....	94
3.5. Conclusion.....	96

Chapitre 4 :
Prédiction des résistances mécaniques par l'approche de la maturité

4.1. Introduction	98
4.2. Résistance en traction par flexion.....	98
4.2.1. Effet du type d'ajout sur les résistances à la traction	98
4.2.2. Effet de la température sur les résistances à la traction.....	99
4.3. Résistance en compression	105
4.3.1. Effet du type d'ajout sur les résistances à la compression	105
4.3.2. Effet de la température sur les résistances à la compression.....	107
4.4. Propriétés de durcissement	113
4.4.1. Demi-âge de résistance.....	115
4.4.2. Energie d'activation.....	116
4.4.3. Résistances ultimes.....	117
4.5. Prévion des résistances mécaniques	118
4.5.1. Principe de maturité.....	118
4.5.2. Nouveau modèle de prévion des résistances.....	119
4.5.3. Validation du modèle	122
4.6. Conclusion.....	124

Chapitre 5 :
Hydratation des ciments composés sous des températures élevée

5.1. Introduction	126
5.2. Cinétique d'hydratation	126
5.2.1. Influence du type d'ajout utilisé	126
5.2.2. Influence de la température	128

5.3. Analyse du flux thermique	132
5.3.1 Effet de type d'ajout sur le flux thermique.....	132
5.3.2 Effet de la température	133
5.4. Effet de l'indice de basicité	137
5.5. Prévion de la chaleur dégagée par le principe de la maturité	138
5.6. Conclusion.....	142
Conclusions générales	144
References bibliographies.....	149

Introduction générale

Introduction générale

La réalisation des ouvrages en béton, dans un climat chaud, peut causer des effets néfastes sur la qualité du béton à l'état frais ainsi qu'à l'état durci. Ceci accélère la réaction d'hydratation, augmente la porosité de la matrice cimentaire et favorise l'évaporation de l'eau du béton ce qui engendre une accélération de la prise et du durcissement, sans pour autant augmenter la résistance à long terme. Les conditions météorologiques qui règnent dans certaines régions du pays et en certaines saisons de l'année à savoir l'élévation de la température, la baisse d'humidité relative, le vent et l'ensoleillement rendent ces cas très répandus d'où il est nécessaire de donner une grande importance aux précautions qui doivent être prises lors du bétonnage et durant la cure du béton.

La présence de substances minérales dans la composition du ciment contribue à améliorer les propriétés du béton telles que l'ouvrabilité, les résistances mécaniques et la durabilité. Ces additions minérales affectent de manière significative la rhéologie des matériaux cimentaires à l'état frais, qui est directement reliée avec le développement de la résistance et la durabilité des matériaux durcis. De plus, les ajouts sont très utilisés pour des raisons écologiques à cause de leur effet bénéfique dans la réduction de l'émission du CO₂ et l'élimination de son effet négatif sur la nature. Aujourd'hui, la plupart des pays du monde sont engagés à produire chaque année un taux minimal de ciment composé en relation avec la qualité des émissions de gaz à effet de serre dégagées par les fours de leurs cimenteries. En plus de ces avantages écologiques, les ajouts cimentaires influent positivement sur l'augmentation du taux de production du ciment en engendrant une grande économie sur le coût du ciment produit. De même, certains bétons (bétons teintés, bétons à faible chaleur d'hydratations) ne pourraient pas être fabriqués sans l'utilisation des ajouts cimentaires. La large production des ciments contenant des additions minérales a incité les chercheurs à s'intéresser de plus en plus sur leurs comportements et en particulier lorsqu'ils subissent des traitements sous des températures élevées.

Le principe de maturité est souvent utilisé pour prédire l'avancement d'une réaction chimique et prédire son évolution sous des historiques de température non uniformes. Plusieurs chercheurs se sont intéressés pour suivre les résistances mécaniques et d'autres caractéristiques du béton subissant un historique de température de cure variable durant son

durcissement. Cet historique de température de cure variable est souvent rencontré lors du bétonnage en climat chaud ou lors de la confection des éléments préfabriqués. La résistance à la compression du béton aux jeunes âges peut être estimée par le principe de la maturité. Par contre à long terme son application est limitée, où la relation entre la résistance mécanique et l'indice de maturité n'est plus unique à partir d'une certaine valeur. Cela a conduit plusieurs chercheurs à développer de nouvelles fonctions de maturité améliorées qui tiennent en compte de certaines propriétés telles que la température, l'âge et le type de ciment utilisé.

Le but de cette thèse est l'étude de l'effet des additions minérales sur l'amélioration des propriétés mécaniques des mortiers, sous des températures variables, afin de contribuer à dégager des règles permettant de choisir la formulation des bétons en présence des additions minérales et de maîtriser leur utilisation dans la réalisation des ouvrages en climat chaud. Ainsi, une étude minutieuse a été menée pour trouver des relations adéquates reliant certaines propriétés telles que la résistance mécanique et la chaleur d'hydratation en fonction de la variation de la maturité au cours du temps et sous différentes températures de cure. Cette étude a été renforcée par une série d'essais au laboratoire sur des éprouvettes de mortier d'où les résultats sont élucidés afin de mieux caractériser les matériaux locaux sous des conditions atmosphériques locales. L'utilisation de ces additions minérales dans le ciment permettra de valoriser une catégorie de matériaux naturels ou sous-produits industriels qui, en raison de leurs caractéristiques chimiques, permettront de conférer aux nouveaux bétons de meilleures performances et en particulier sous des conditions sévères de températures.

Cette thèse se compose de cinq chapitres regroupant les différentes parties de ce travail.

Le premier chapitre synthétise les principales caractéristiques physicochimiques et mécaniques des ciments ainsi que leurs hydratations. Une présentation de la classification des différentes additions minérales est introduite avec un détail des principales modifications apportées au ciment et en particulier l'hydratation, la prise, l'ouvrabilité, retrait et les résistances mécaniques.

Ce chapitre est suivi d'une synthèse de l'effet de la température de cure sur les propriétés des ciments composés. Ces effets concernent ceux produits au jeune âge tels que la

chaleur d'hydratation, l'ouvrabilité, la prise et le développement de la microstructure. Ils seront suivis par les effets à long terme concernant les résistances mécaniques, le retrait et le fluage. En plus, l'approche de la maturité est présentée où son application permet de suivre l'évolution des propriétés des ciments subissant des traitements sous des températures élevées.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation de l'étude expérimentale entamée pour étudier l'effet de l'historique de température de cure sur l'évolution des résistances mécaniques et la chaleur d'hydratation des différents mortiers. Cette étude regroupe une présentation des matériaux, la préparation des échantillons et les appareils de mesures.

Les résultats des résistances mécaniques des différents mortiers sont récapitulés dans le chapitre quatre. L'analyse des résultats obtenus a été illustrée par une application du principe de la maturité pour mieux prédire les résistances mécaniques sous n'importe quel historique de température de cure et selon le type de ciment utilisé. Son application a permis de définir, à partir d'un certain seuil, un nouvel indice de maturité où son application unifie toutes les courbes des résistances mécaniques quel que soit l'historique de cure qu'elle a subi.

Dans le cinquième chapitre, on présente les résultats de la chaleur d'hydratation dégagée de quatre types de mortiers contenant différentes additions minérales et subissant différentes températures de cure. Il s'avère que la sensibilité de l'hydratation du mortier à l'élévation de température est strictement liée au type d'addition qu'il contient. Ce dégagement de chaleur peut être quantifié en appliquant l'approche de maturité avec une nouvelle définition de son indice.

Ce travail est achevé par une conclusion générale et des recommandations pour les futurs chercheurs dans ce domaine.

Chapitre 01 :

*Caractéristiques
physico-chimiques
et mécaniques des
pâtes de ciment*

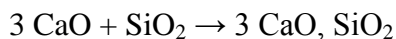
1.1. Introduction

Le ciment portland est une poudre minérale ayant la propriété de durcir sous l'eau, en formant ainsi une pierre artificielle résultant d'un processus complexe d'hydratation. Ce ciment est un mélange de clinker et de sulfate de calcium. Le clinker est obtenu à la suite de réactions chimiques qui se produisent à haute température (environ 1450°C) et qui transforment la matière première constituée essentiellement de calcaire (80%), d'argile (20%) et de fer en silicates et en aluminates de calcium.

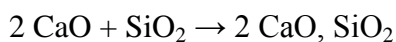
1.2. Principaux minéraux d'un ciment

La composition chimique d'un ciment portland telles que les silicates et les aluminates de calcium proviennent de la combinaison de la chaux (CaO) avec la silice (SiO₂), l'alumine (Al₂O₃) et l'oxyde de fer (Fe₂O₃). Le calcaire (CaCO₃) apporte essentiellement le CaO et l'argile comble le manque en oxydes SiO₂, Al₂O₃ tandis que l'oxyde de fer Fe₂O₃ manquant est apporté par le fer. L'analyse minéralogique du clinker donne quatre principaux minéraux qui forment la majeure partie de ce produit :

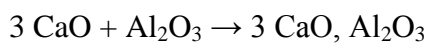
- Silicates tricalciques C₃S Alite (3CaO, SiO₂):



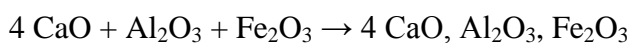
- Silicates bicalciques C₂S Bélite (2CaO, SiO₂):



- Aluminates tricalciques C₃A Célite (3CaO, Al₂O₃):



- Aluminoferrites tetracacliques C₄AF Célite (4CaO, Al₂O₃, Fe₂O₃):



Les caractéristiques des principaux composants du ciment Portland sont présentées dans le tableau 1.1 (Mehta, 1986).

Tableau 1.1 : Principaux minéraux du ciment Portland et leurs caractéristiques. (Mehta, 1986).

Composition approximative	3CaOSiO_2	$\beta\text{-}2\text{CaOSiO}_2$	$3\text{CaOAl}_2\text{O}_3$	$4\text{CaOAl}_2\text{O}_4\text{Fe}_2\text{O}_3$
Formule abrégée	C_3S	$\beta\text{C}_2\text{S}$	C_3A	C_4AF
Nom	Alite	Bélite		Phase ferrite
Principales impuretés	MgO , Al_2O_3 , Fe_2O_3	MgO , Al_2O_3 , Fe_2O_3	SiO_2 , MgO , Alcalis....	SiO_2 , MgO
Forme cristalline commune	Monoclinique	Monoclinique	Cubique Orthorhombique	Orthorhombique
Proportion des composés présents(%)	35-65	10-40	0-15	5-15
Moyenne dans le ciment normal	50	25	8	8
Réactivité avec l'eau	Rapide	Lente	Rapide	Moyenne
Contribution à la résistance : • Jeune âge • Long terme	Bonne Bonne	Faible Excellente	Bonne Moyenne	Bonne Moyenne
Chaleur d'hydratation typique (Kj/Kg)	Moyenne 120	Basse 60	Elevée 320	Moyenne 100

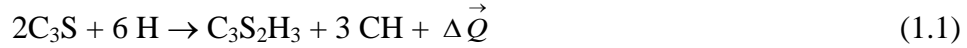
1.3. Hydratation du ciment

L'hydratation du ciment Portland est un phénomène complexe mettant en jeu des réactions chimiques entre les composants du ciment et l'eau de gâchage. Ce processus physico-chimique est à l'origine de la prise et du durcissement de la matrice cimentaire. Les réactions d'hydratation s'accompagnent d'un dégagement de chaleur qui peut être mesuré par calorimétrie. La chaleur dégagée donne alors une indication sur l'avancement du processus d'hydratation.

1.3.1 Hydratation des silicates

Au contact de l'eau, les silicates se dissolvent sous forme d'ions: Ca^{2+} , OH^- et $\text{H}_2\text{SiO}_4^{2-}$. Ces ions interagissent alors entre eux et forment des silicates de calcium hydratés (C-S-H) et de la portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$). Ces réactions sont exothermiques et peuvent servir de catalyseur à la réaction d'hydratation. Dans le cas du C_2S , la cinétique d'hydratation est plus

lente et la quantité de portlandite formée est plus faible. Les équations générales traduisant l'hydratation des silicates tricalciques (C₃S) et des silicates bicalciques (C₂S) sont : (Neville et al., 2000)



Les principaux produits de l'hydratation des silicates sont :

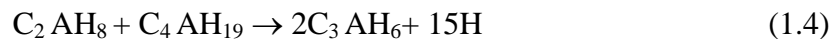
- Les silicates de calcium hydratés, habituellement appelés C-S-H. Leur composition chimique est. : C₃ S₂H₃.
- La chaux hydratée CH ayant une composition chimique (Ca (OH) ₂) appelée souvent la portlandite.

1.3.2 Hydratation des aluminates

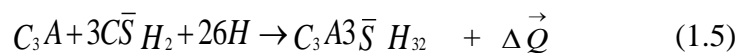
Les aluminates sont moins abondants que les silicates dans un ciment Portland. L'hydratation du C₃A avec l'eau peut être schématisée de la manière suivante :



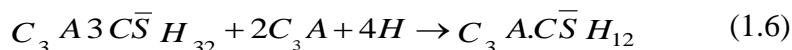
Le C₂AH₈ est métastable et se présente sous forme de cristaux hexagonaux. Il est éventuellement converti en C₃AH₆, plus stable et de forme cubique. Selon la norme NF EN 206, des formes différentes d'aluminates de calcium hydratés peuvent également apparaître et donnent des formes plus stables telles que :



D'après la norme NF P 18-508, l'hydratation du C₃A est contrôlée par l'ajout au clinker de 3 à 5% de gypse, qui joue le rôle de régulateur de prise. Avec l'eau, une partie de gypse se dissout et conduit à la réaction suivante : (Neville, 2000)

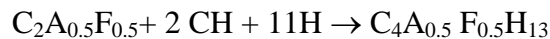


S'il y a excès d'aluminate et manque de gypse, l'ettringite peut être utilisée pour former du monosulfoaluminate de calcium hydraté en plaquettes hexagonales contenant moins de sulfate pour la même quantité d'aluminate : (Neville, 2000)

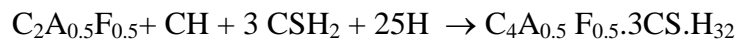


1.3.3 Hydratation de l'aluminoferrite de calcium (C_4AF)

L'hydratation du C_4AF est similaire à celle du C_3A au sens où elle conduit d'abord à la formation de trisulfoaluminoferrite de calcium hydraté et de monosulfoaluminoferrite de calcium hydraté après épuisement du gypse. Cependant l'hydratation de ce composé demeure moins connue que celle du C_3A . La mesure dans laquelle le fer et l'aluminate C_4AF réagissent demeure imprécise. En présence de chaux, la phase ferrite s'hydrate pour former du $C_4(AF)H_{13}$.



En présence de gypse, la phase ferrite produit l'ettringite contenant du fer dans sa structure.



Quand le gypse est consommé et que le $C_2A_{0.5}F_{0.5}$ n'est pas complètement hydraté, alors l'ettringite se transforme en monosulfoaluminate tétracalcique contenant du fer dans sa structure $C_3A_{0.5}F_{0.5}.CS.H_{12}$. Le gypse réagit aussi avec le C_4AF pour donner un sulfoferrite de calcium qui peut accélérer l'hydratation des silicates (Neville, 2000).

1.4.4 Séquences de l'hydratation

Le dégagement de chaleur qui accompagne les réactions d'hydratation peut être mesuré par calorimétrie. La chaleur dégagée donne alors une indication sur l'avancement du processus d'hydratation et peut être représentée comme celle sur la figure 4.1, d'où on peut définir les phases suivantes (Taylor et al., 1990) :

Etape 1 :

Dès que le ciment entre en contact avec l'eau, la dissolution partielle des grains anhydres engendre un premier pic important de dégagement de chaleur. Les réactions entre le C_3S , le C_3A et l'eau commencent et génèrent également un dégagement important et rapide de chaleur. Il se forme alors des C-S-H et de l'ettringite. La durée de cette période est très courte, environ 10 minutes.

Etape 2 :

Cette phase est appelée "période dormante". Elle correspond à un dégagement de chaleur relativement faible, bien que non nul. Durant cette période, des ions Ca^{2+} et OH^- sont libérés. Ceci augmente alors le pH de la solution jusqu'à environ 12,5 et ralentit la dissolution

des constituants. Les transformations physiques durant cette période sont détectées par l'augmentation du raidissement de la pâte (Stark et Bolimann, 2000).

Etape 3 :

Cette étape met fin à la période dormante. Il se produit alors une accélération du dégagement de chaleur. Ce dégagement atteint un pic généralement entre 9 et 10 heures pour une pâte de ciment Portland conservée à 20°C. Cette phase débute lorsque la concentration de la solution en ions Ca^{2+} et OH^- devient critique. Cette sursaturation induit la précipitation de la portlandite. Il s'ensuit alors les mécanismes de dissolution, de nucléation et de précipitation des différentes phases, permettant la formation des hydrates (C-S-H) et des phases cristallines (principalement portlandite et l'ettringite). Cette grande activité chimique dégage beaucoup de chaleur et augmente la température du matériau. Les hydrates formés commencent à s'enchevêtrer et permettent alors la formation d'un solide rigide.

Etape 4 :

On assiste à une décélération de la réaction d'hydratation du C_3S . La couche d'hydrates s'épaissit autour des grains anhydres et rend plus difficile les échanges ioniques. Les réactions de précipitation-dissolution sont alors progressivement remplacées par un processus diffusionniste.

Etape 5 :

Cette dernière période, dite de réaction lente, correspond à un dégagement de chaleur faible et décroissant (non nul) mais continu. Le système réagit lentement et les réactions d'hydratation se déroulent uniquement par un processus diffusionniste, pendant des mois, voire des années. La courbe du flux de chaleur d'hydratation présente généralement trois pics qui correspondent à trois maxima comme l'indique la figure 1.1.

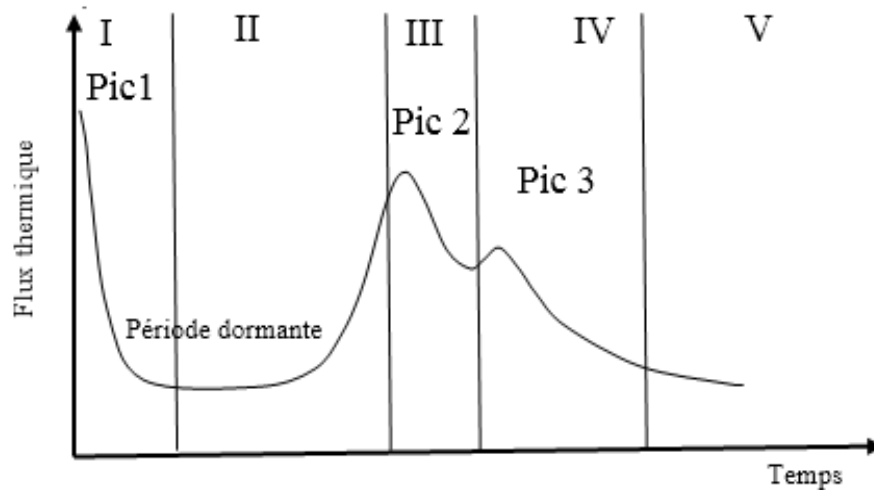


Figure 1.1 : Courbe classique calorimétrique de l'hydratation d'une pâte de ciment.

Ces cinq périodes sont caractéristiques des ciments Portland. Selon le type de ciment et les conditions d'hydratation (E/C, température, etc...), elles varient en intensité et se déroulent à des instants différents. En ce qui concerne les ciments aux laitiers, l'allure des courbes calorimétriques est sensiblement différente. La période « dormante » (étape 2) peut être rallongée et la période d'accélération (étape 3) est déplacée vers des échéances plus longues (Shi et al., 1995 ; Van Rompaey et al., 2006). Le second pic apparaît à environ 12 heures pour le ciment Portland et environ 24 heures pour des ciments à base de laitier. Ces phénomènes sont directement reliés à l'évolution de l'hydratation des ciments à base de laitiers qui est plus lente par rapport au celle du ciment portland.

1.4. Propriétés du ciment

1.4.1. Propriétés physiques et chimique

1.4.1.1 Finesse de mouture

La finesse du ciment est caractérisée par la surface spécifique des grains, exprimée en (cm^2/g). Dans les cas courants, elle est de l'ordre de 3000 à 3500 cm^2/g . Plus la finesse de mouture est grande, plus la vitesse des réactions d'hydratation sont élevées et plus ses résistances mécaniques au jeune âge sont élevées.

En outre, la finesse de mouture influence la plasticité et la cohésion de la pâte de ciment à l'état frais, ainsi que son pouvoir de rétention d'eau et la ressuée. L'appareil utilisé

pour déterminer la finesse de mouture de ciment est appelé «Perméabilimètre de Blaine» décrit selon la norme NF EN 196.6 (1996).

1.4.1.2 La prise

La prise est un terme employé pour décrire le raidissement de la pâte de ciment. Elle est définie comme étant le changement d'un état fluide à un état solide. Le début de prise correspond à l'augmentation brusque de la viscosité correspondant à l'hydratation du ciment et à la formation des premiers hydrates. La fin de prise correspond à la transformation régulière et progressive de la pâte de ciment en un bloc rigide qui peut supporter des charges extérieures. Pour mesurer le temps de début et de fin de prise, on utilise généralement l'essai de pénétration de l'aiguille de Vicat décrit par la norme NF EN 196-3(1996).

Le phénomène de prise du ciment est lié à de nombreux paramètres tels que :

- ✓ la nature du ciment ;
- ✓ la finesse de mouture du ciment ; plus son broyage est poussé, plus le temps de prise est court.
- ✓ la température ; alors qu'à zéro degré la prise est stoppée, plus la température ambiante est élevée plus la prise est rapide, pour un ciment donné le début de prise sera de 18 heures à 2 °C, de 5 heures à 10 °C, de 3h 30 à 20 °C et de 30 min à 35 °C.
- ✓ la présence de matières organiques dans l'eau ou dans l'un des autres constituants du béton ralentit la prise ;
- ✓ l'excès d'eau de gâchage a une action retardatrice sur la prise du ciment.

1.4.1.3. Chaleur d'hydratation

La chaleur d'hydratation est l'un des facteurs qui régit les performances d'un ciment. Elle représente la conversion de masse entre les différentes phases de la pâte de ciment et qui sont généralement accompagnées par un dégagement de chaleur. Plusieurs instruments sont normalisés pour suivre et quantifier cette chaleur qui reste liée à plusieurs paramètres :

- Composition du ciment,
- Finesse de mouture du ciment,
- Rapport E/C,
- Température,

Kadri et Duval (2009) ont observé que la chaleur d'hydratation d'un mortier de ciment mesurée pendant 10 jours, varie en fonction du rapport E/C. La chaleur libérée diminue de 40% lorsque le rapport E/C passe de 0.45 à 0.25, due à la réduction de la quantité d'eau, dans les pores, disponible pour l'hydratation. La figure 1.2 montre l'influence du rapport E/C sur le développement de la chaleur d'hydratation.

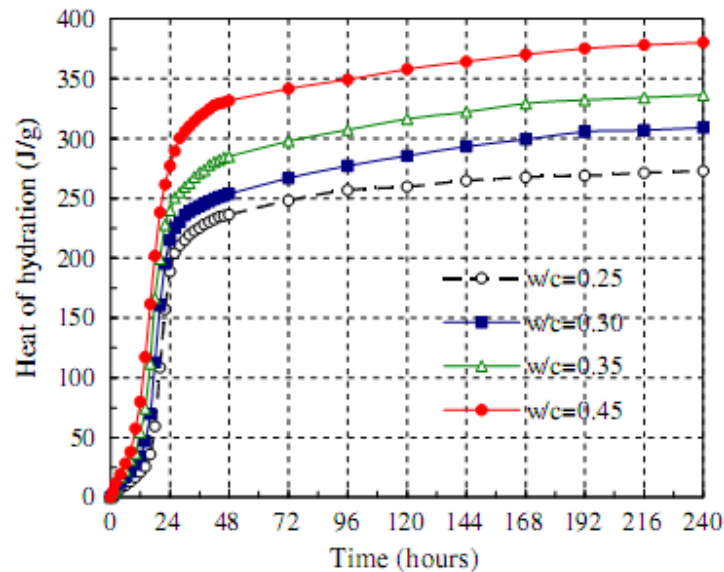


Figure 1.2 : Variation de chaleur d'hydratation en fonction du rapport E/C (Kadri et Duval, 2009).

1.4.1.4 Retrait

Le retrait est la diminution d'une ou plusieurs dimensions d'un matériau par suite de solidification, de refroidissement ou de transformation chimique. Ce concept est transposé au cas des bétons et mortiers où des changements volumiques sont observés au cours de l'hydratation de ces matériaux, même en absence de toute charge appliquée. Étant donné que le durcissement du béton est un processus continu dans le temps, il sera ainsi judicieux de suivre ces réductions dimensionnelles au fur et à mesure que les réactions d'hydratation évoluent. Le retrait du béton possède différentes origines d'où on peut distinguer les différents retraits qui caractérisent le séchage du béton. Les déformations endogènes d'une pâte de ciment ou d'un béton sont définies comme les déformations qui ont lieu en condition isotherme lorsque le matériau est isolé de tout échange hydrique avec le milieu extérieur. Ces déformations sont une conséquence directe de l'hydratation du ciment. En effet, le bilan volumique de la réaction d'hydratation se traduit par une diminution du volume absolu, ce

dernier étant inférieur à la somme des volumes absolus initiaux du ciment anhydre et de l'eau. Ce phénomène est connu sous le terme de contraction Le Chatelier. A partir d'un certain degré d'hydratation (dès que le matériau devient suffisamment rigide), cette diminution de volume absolu devient incompatible avec les déformations mécaniquement admissibles par le squelette minéral naissant ; un volume gazeux apparaît alors dans la porosité de la pâte initialement saturée en eau. Ce phénomène, conséquence directe de la contraction Le Chatelier, est appelé autodessiccation. Il se traduit physiquement par une baisse de l'humidité relative interne du matériau et, mécaniquement, par un retrait global du matériau (retrait d'autodessiccation). Les déformations endogènes se traduisent donc, avant prise, par la contraction Le Chatelier, puis, après prise, par le retrait d'auto-dessiccation.

Le retrait d'auto-dessiccation dépend de l'état de liaison de l'eau avec le solide. L'étude des mécanismes de retrait revient à celle de la liaison eau/surface solide. Trois mécanismes permettent d'expliquer le retrait endogène (Lura et al., 2003 ; Garcia Boivin, 1999 ; Hua et al., 1995) :

- ✓ le retrait par variation de la dépression capillaire ;
- ✓ le retrait par variation de la tension superficielle due à la diminution de l'épaisseur de la couche d'eau adsorbée ;
- ✓ le retrait par variation de la pression de disjonction liée à la diminution d'épaisseur de la couche d'eau.

La figure 1.3 présente les résultats obtenus par Baroghel-Bouny et al. (2006) sur le retrait endogène de pâtes de ciment Portland CEM I. On constate une augmentation significative du retrait entre les rapports E/C de 0,35 et de 0,30. De plus, pour des rapports élevés de 0,6 par exemple, on enregistre très peu de retrait et il se produit même un gonflement.

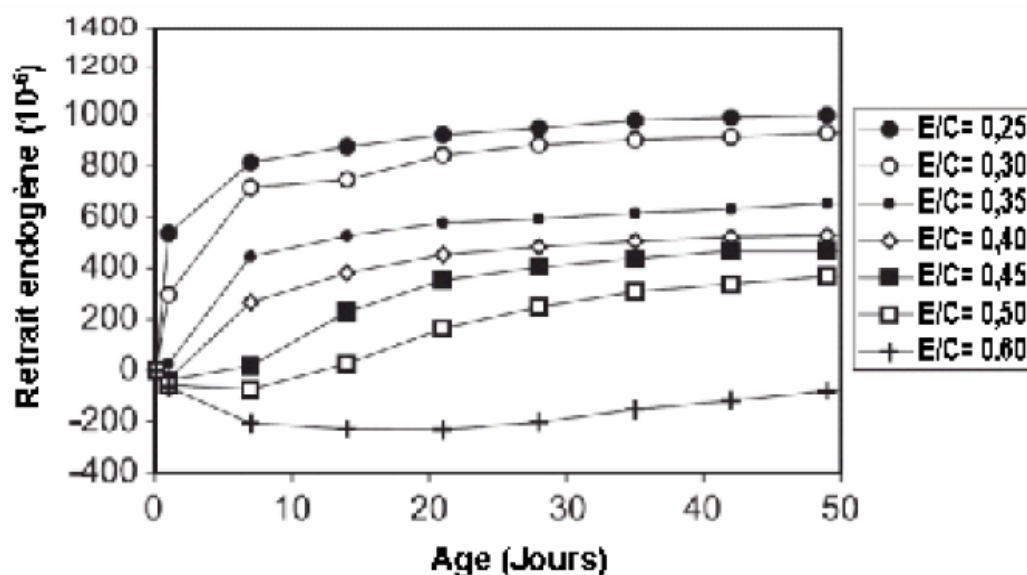


Figure 1.3 : Evolution du retrait endogène en fonction du rapport E/C (Baroghel-Bouny et al., 2006).

1.4.1.5 Expansion

Les volumes des pâtes de ciment, des mortiers et des bétons gonflent en présence d'humidité ou d'eau et peuvent atteindre des valeurs de 1000 à 2000 μm (Neville, 1995). Le Chatelier (Le Chatelier, 1991) suppose que ce gonflement soit lié à l'augmentation du volume apparent contre la diminution du volume absolu que génère le retrait. Selon Wittmann (Wittmann, 1992), les produits de réaction ayant une surface totale supérieure à celle des réactants ; les forces de répulsion entre les particules solides vont agir sur une surface croissante ce qui produira l'expansion. L'expansion est mesurée selon la norme NF EN 196-3(1996).

- ✓ pour l'essai à chaud : la pâte est mise dans l'eau 3h : 30 min jusqu'à ébullition.
- ✓ pour l'essai à froid : la pâte est conservée 7 jour dans l'eau à $(20 \pm 0,2)$ °C.

Si le gonflement excède 10 mm, il y a trop de gypse ou de chaux dans la pâte. Selon la norme NF P 15-432, l'expansion doit avoir une valeur inférieure à 10 mm.

1.4.1.6 Fluage

La réponse d'une matrice cimentaire à une sollicitation mécanique est composée d'une partie instantanée et une autre différée comme le cas de la déformation représentée sur la figure 1.4. Ainsi la déformation augmente sous chargement constant : cette propriété est appelée fluage. On distingue deux types de fluage suivant la nature de la sollicitation : le

fluage en compression et celui en traction. En effet, dans le cas de réparations minces, le fluage en traction devient un facteur déterminant pour la durabilité de la réparation. Peu de travaux (Atrushi, 2003 ; De Schutter, 1999) ont été réalisés sur l'étude du fluage en traction des bétons au jeune âge et son rôle dans le processus de fissuration précoce. L'effet du fluage est très important au jeune âge et peu de données sont disponibles sur le fluage des matrices cimentaires durcissantes. Ceci est probablement dû à la complexité du comportement du matériau au jeune âge et aux difficultés à réaliser des essais de fluage à ce stade de maturité.

Des nombreux chercheurs (Gutsch et Rotasy, 1994 ; Umehara et al., 1994 et Atrushi, 2003) ont récapitulé plusieurs résultats d'essais de fluage en traction au jeune âge des bétons. Deux paramètres ont été étudiés : l'âge du chargement et le rapport contrainte/résistance. Gutsch et Rotasy (1994) ont fait varier l'âge de chargement entre 1 et 7 jours et le taux contrainte/résistance entre 0,50 et 0,70. Leurs résultats montrent que le taux initial a une influence sur la déformation de fluage. Le comportement viscoélastique au jeune âge a été étudié en conditions isothermes. Les auteurs confirment que la déformation de fluage augmente lorsque l'âge du chargement diminue et lorsque le taux de contrainte augmente comme le montre la figure 1.4. Bissonnette et Pigeon (1995) ont travaillé également sur le comportement viscoélastique des bétons de réparation. Les résultats obtenus ont montré que le fluage diminuait lorsque l'âge de chargement est retardé.

Le fluage du béton est dépendant de plusieurs facteurs tels que :

- Composition du béton,
- Hygrométrie et la température,
- Niveau de contrainte,
- Taille des éléments,
- Age d'application de la contrainte,

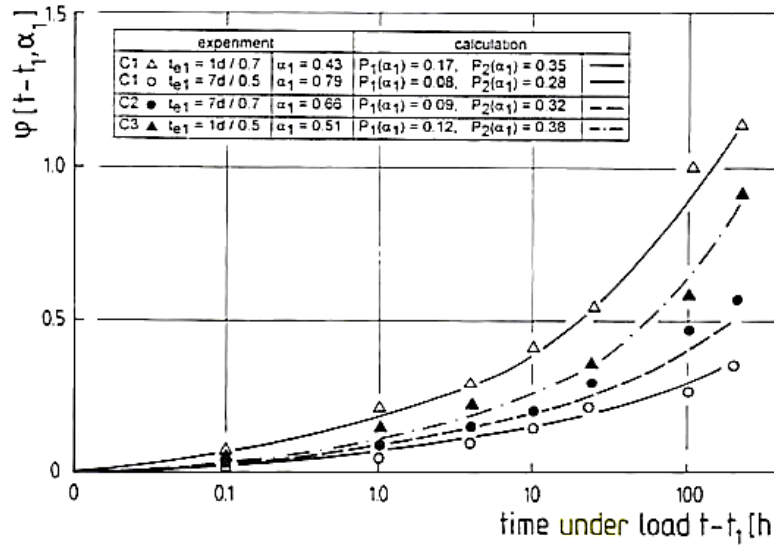


Figure 1.4 : Evolution de la fonction de fluage à 20°C en fonction du taux et des âges de chargement (Gutsch et al., 1994).

1.4.2. Propriétés mécaniques

La résistance à la compression caractérise, de façon conventionnelle, la résistance du ciment rattachée à une classe de résistance définie par sa valeur nominale. Cette valeur est déterminée sur des éprouvettes 4x4x16 cm en mortier normalisé à 28 jours d'âge. Selon la norme NF EN 196-1(1996) la résistance du mortier est alors considérée comme significative de la résistance du ciment. La figure 1.5 montre l'évolution des résistances causées par les différents produits d'hydratation du ciment.

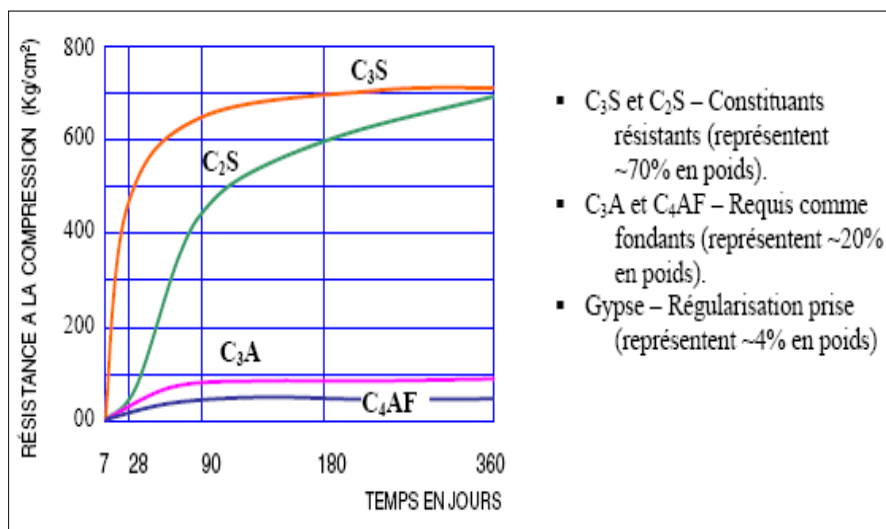


Figure 1.5 : L'évolution des résistances des différents produits d'hydratation du ciment.

L'évolution de la résistance à la compression du ciment dépend de plusieurs facteurs dont les plus importants sont :

- la formulation (type et classe de ciment, E/C, adjuvants) ;
- les conditions de cure (la température et l'hygrométrie).

Les conditions hygrométriques sont un facteur très important dans l'évolution de la résistance mécanique du ciment. Au jeune âge, on peut conclure que le principal effet du séchage n'est pas que la modification de la relation résistance-degré d'hydratation mais aussi une cause de l'arrêt de l'hydratation qui limite l'évolution de la résistance. Plus la température de cure est élevée, plus la résistance à court terme est élevée à cause de l'accélération de la réaction d'hydratation. Par contre, la résistance à long terme diminue due aux causes d'origines chimiques et d'autres d'origines physiques.

Les principales causes physiques sont l'augmentation de la porosité et de la microfissuration de la pâte de ciment hydratée due à des variations volumiques différentielles entre les constituants du béton. De nombreux essais ont permis de mettre en évidence l'influence de la porosité sur les propriétés mécaniques du béton et certains auteurs comme (Rossler et Older, 1985 ; Pereira et al., 1989) ont même proposé des relations théoriques permettant de lier la porosité totale à diverses caractéristiques mécanique du béton. Donc, on peut déduire que si la température possède une capacité à influencer la porosité ou sa répartition dans un béton, elle peut aussi influencer ses propriétés mécaniques.

1.5. Propriétés des ciments avec ajouts

Les ajouts cimentaires sont des matériaux qui présentent une granulométrie très fine que l'on incorpore le plus souvent au ciment et au béton. Le rôle des ajouts est d'améliorer les caractéristiques du béton. Les ajouts existent sous forme de produits naturels ou résultent de processus industriels sous forme de déchets ou de sous-produits. Aujourd'hui, les ajouts sont souvent exigés pour des raisons écologiques. En effet les ajouts permettent de diminuer les émissions du CO₂ dans l'industrie cimentaire et l'élimination de leurs effets négatifs sur la nature. En plus de ces avantages écologiques, les ajouts influent positivement sur certaines propriétés du béton comme la durabilité et la résistance. De même, certains bétons, comme le béton teinté et le béton à faible chaleur d'hydratation, ne pourraient pas être fabriqués sans utilisation des ajouts cimentaires.

1.5.1. Classification des ajouts cimentaires

Selon la norme NF EN 206-1 (2002) il existe deux types d'additions :

1.5.1.1 Additions de type I

Les additions de type I sont des matériaux quasiment inertes, organiques ou naturels spécialement sélectionnés qui, par leur composition granulométrique, améliorent les propriétés physiques du ciment. Parmi ces additions, il y a :

a) Fillers : les fillers sont des produits obtenus par broyage de certaines roches (calcaires, Basaltes, laitiers, Bentonites, ...). Ces produits agissent grâce à une granulométrie appropriée sur certaines qualités du ciment. Les roches dures, comme le quartz, produisent généralement des particules plus anguleuses, dont la demande en eau est supérieure à celle demandée par les fillers calcaires. Les fillers présentent une certaine activité physico-chimique. Ils jouent tout d'abord un rôle de nucléation vis-à-vis de l'hydratation du clinker. Cet effet n'est cependant notable qu'aux jeunes âges. A long terme, les fillers siliceux peuvent contribuer faiblement à une réaction pouzzolanique, alors qu'en présence d'aluminates, les fillers calcaires conduisent à une formation rapide de composés appelés carbo-aluminates, ayant un certain pouvoir liant.

b) Additions calcaire : le calcaire (CaCO_3) appartient aux roches carbonatées riches en chaux (CaO). Il est contenu dans la calcite, l'aragonite ou la marne. Le calcaire constitue une matière première pour la fabrication du ciment. Des études ont montré certains avantages de l'utilisation du calcaire comme ajout en remplacement du gypse (EL-Alfi, 2000). Les deux principales caractéristiques du calcaire normalisé sont :

- la teneur en carbonate de calcium (CaCO_3) supérieure ou égale à 75 % en masse ;
- une valeur faible de l'indice d'activité.

1.5.1.2. Additions de type II

Ces additions sont des matériaux finement broyés à caractère inorganique, pouzzolanique ou hydraulique latent. Ils ont une teneur élevée en dioxyde de silicium seul ou, en dioxyde de silicium et en oxyde d'aluminium combiné. Parmi ces additifs, on distingue : la fumée de silice, le laitier, les cendres volantes et les pouzzolanes naturelles.

a) Cendres volantes : les cendres volantes résultent de la combustion du charbon dans les centrales thermiques ; elles sont récupérées au moyen de séparateurs pneumatiques et

électrostatiques puis humidifiées pour faciliter la manutention. Selon la norme NF EN 450 (1995), les cendres volantes sont une poudre fine constituée principalement de particules vitreuses sous forme sphériques. Les compositions chimiques des cendres volantes dépendent des impuretés contenues dans le charbon utilisé. Du point de vue minéralogique, les cendres volantes se divisent en deux catégories qui diffèrent l'une de l'autre par leur teneur en CaO, selon la norme ASTM C 618-94 (1995):

- ✓ Classe F : les cendres volantes contenant moins de 10 % de CaO produit de la combustion de l'antracite et du charbon bitumineux ;
- ✓ Classe C : les cendres volantes contenant entre 15 % et 35 % de CaO produit de la combustion du lignite ;

b) Fumées de silice : les fumées de silice sont des sous-produits de la fabrication du silicium ou de ferrosilicium. Ils se présentent sous forme de micro-sphères de silice ayant des diamètres moyens de 0,1 μm . La surface spécifique varie de 20 à 25 m^2/g . Les fumées de silice se caractérisent par une structure vitreuse (produit très réactif) avec une haute teneur en silice (de 75 à 95%). Les fumées de silice agissent de trois façons dans les bétons ; action physique, physicochimique et pouzzolanique. En effet, l'action physique consiste à chasser l'eau qui se trouve entre les particules de ciment, ce qui plastifie le béton ayant un rapport E/L de 0,15 à 0,20. L'action physico-chimique se manifeste par un bouchage des pores de 0,1 mm de diamètre à partir de l'âge de 7 jours, ce qui rend le béton à la fumée de silice tout à fait imperméable. Son action pouzzolanique consiste à se combiner avec la chaux libérée par la réaction d'hydratation et former des nouveaux hydrates. La proportion de fumée de silice dans le ciment est limitée à 10 % en masse, selon NA 442 et EN 197-1 (NA 442, 2000 ; EN 197-1, 1996).

c) Laitier des hauts fourneaux : les laitiers des hauts fourneaux sont des sous-produits de la fabrication de la fonte des usines sidérurgiques. Le laitier des hauts fourneaux est utilisé généralement dans les ciments et dans les travaux routiers. La structure minéralogique d'un laitier dépend de son mode de refroidissement, plus le refroidissement est rapide plus le laitier est vitreux. Le laitier refroidi est en forme de granules ou boulettes et demande un broyage pour être utilisé comme ajout minéral. Une fois utilisé avec le ciment, il a le pouvoir de s'hydrater après la saturation du milieu de chaux et former de nouveaux hydrates qui contribuent à améliorer les résistances mécaniques. Les particules de laitier, dont le diamètre

est inférieur à 10 μm , contribuent à la résistance du béton aux jeunes âges (jusqu'à 28 jours). Les particules dont les diamètres sont compris entre 10 et 45 μm contribuent au développement des résistances ultérieures. Les particules de laitier dont le diamètre est supérieur à 45 μm ont de la difficulté à s'hydrater.

d) Pouzzolanes naturelles : les pouzzolanes sont des roches naturelles formées par des projections volcaniques scoriacées. Leur couleur est généralement noire ou rouge selon le degré d'oxydation du fer. Les pouzzolanes sont utilisées pour la fabrication du ciment. Selon la norme algérienne NA 442 (2000) et la norme européenne EN 197-1 (1996) les pouzzolanes naturelles se présentent en deux sortes :

- ✓ Des substances d'origine volcanique (verre volcanique, ponce, rhyolite, tuf, zéolite) ou des roches sédimentaires (terre à diatomées, diatomites, gaize) ayant une composition chimique et minéralogique appropriée ;
- ✓ Des argiles et des schistes activés thermiquement.

e) Méta kaolin : le méta kaolin est obtenu par calcination d'argile kaolinitique à une température comprise entre 650 et 850 $^{\circ}\text{C}$, suivie d'un broyage permettant d'atteindre une finesse très élevée. La formation du métakaolin est sensiblement influencée, par la présence d'impuretés ou par l'état de cristallisation du minéral de départ. Le matériau obtenu présente une pouzzolanité élevée et peut être considéré comme une addition très active.

1.5.2. Propriétés chimiques et physiques des ciments avec ajouts

1.5.2.1. Hydratation des ciments avec ajouts

L'utilisation des additions minérales dans le ciment portland fournit beaucoup d'avantages mécaniques et économiques au ciment. Parmi les avantages, une bonne résistance mécanique l'amélioration de sa mise en œuvre et du point de vue écologique, une réduction des émissions des gaz carboniques dans l'air qui affectent l'environnement.

L'addition du calcaire peut avoir plusieurs effets, comme l'amélioration des propriétés mécaniques, la réduction de la demande d'eau et la correction de la courbe granulométrique du ciment déficient en grains fins. En outre, l'hydratation du ciment diminue la présence des pores capillaires, ce qui rend plus difficile la percolation de l'eau (Neto et Campitelli, 1990). Des études ont montré une réduction du volume des phases hydratées en absence du calcaire comparé au ciment portland au calcaire (Bouasker et al., 2008).

Les ciments composés aux pouzzolanes dégagent une faible chaleur d'hydratation par rapport aux ciments Portland. La figure 1.6 montre l'influence du dosage en pouzzolane naturelle sur la chaleur d'hydratation des ciments composés, (Turanli et al., 2005). Lorsque le dosage en pouzzolane augmente, la chaleur d'hydratation diminue et la quantité de Ca(OH)_2 diminue, due à la réaction pouzzolanique qui consomme la portlandite.

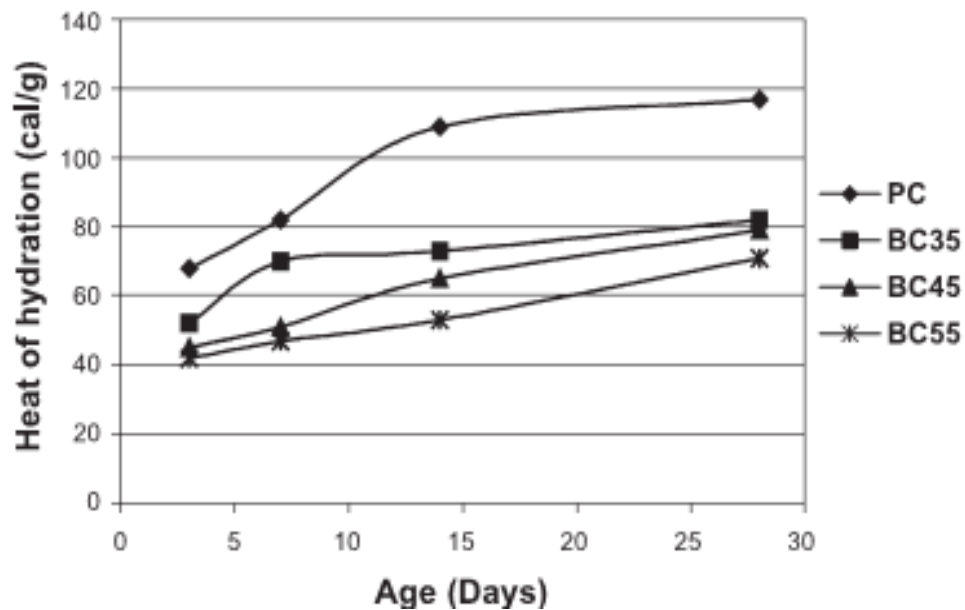


Figure 1.6 : Chaleur d'hydratation des ciments composés aux pouzzolanes (Turanli et al., 2005).
PC : ciment portland, BC35 : ciment composé avec 35% de pouzzolane naturelle, BC45 : ciment composé avec 45% de pouzzolane naturelle ; BC55 : ciment composé avec 55% de pouzzolane naturelle.

Turanli et al. (2004) déclarent que les échantillons de ciment composé contenant la pouzzolane naturelle testés à 7 et 28 jours, ont une faible chaleur d'hydratation mais pour des dosages élevés en pouzzolane cette chaleur augmente. Ce comportement peut être attribué à une participation large de la réaction pouzzolanique due à l'activité pouzzolanique de l'addition (Turanli et al., 2004).

L'activité pouzzolanique dépend principalement de la structure amorphe ou vitreuse de l'ajout. D'un autre côté, les composants cristallins de l'ajout exercent une petite influence sur ses propriétés. Pour les ciments ayant une quantité de C_3A élevée, l'incorporation de l'addition accélère la réaction d'hydratation et augmente le taux de chaleur. Pour les ciments ayant une faible quantité en C_3A , le comportement dépend de la nature de l'addition (Rahhal et Talero, 2005).

Le laitier a des propriétés d'hydraulicité donc il peut faire prise avec l'eau. Cette réaction est très lente d'où la nécessité de le broyer finement et de l'activer par ajout d'une base forte ; on obtient ainsi des C-S-H et C_4AH_{13} . Lorsque le laitier est incorporé au ciment, il réagit avec le gypse et forme l'ettringite (De Larrard, 2002). Le taux d'hydratation des ciments au laitier est faible au jeune âge comparé au ciment pur, il en résulte une baisse de la résistance à cet âge (Menendez et al., 2001).

La diffraction aux rayons X d'un ciment Portland avec 15% de laitier hydraté à 1, 2, 7, 28 et 90 jours a montré la présence des principaux produits d'hydratation suivants : C-S-H, CH et l'ettringite. Pour tous les ciments hydratés à 28 jours même ceux contenant 30% et 45 % de laitier, il est détecté la formation de nouveau composé d'ettringite contenant du fer à la place d'alumine dans sa structure cristalline (Kourounis et al., 2007). L'analyse au rayon X a montré qu'après l'ajout de 50% du laitier granulé au ciment pur, l'intensité du pic de CH a diminué dûe probablement à la réaction du laitier avec la chaux hydratée du ciment qui forme un composé de silicate de calcium secondaire (Ashraf et al., 2009). Il est connu que ce produit a une surface spécifique plus grande que celle du ciment portland et peut réagir comme sites de nucléation.

Des observations ont été faites par Bouguara et al. (Bouguara et al., 2008) après la substitution d'un ciment par 30%, 50% et 70% du laitier que le second pic (pic II) du flux exothermique diminue en augmentant le dosage en addition suivi pour l'apparition d'un troisième pic (pic S) lié à l'hydratation du laitier. Ils ont enregistré une diminution de 2,9 w/kg pour un ciment pur à 1w/kg pour un ciment avec 70% de laitier, ainsi la chaleur d'hydratation totale dégagée après 72 heures a diminué de 282 kj/ kg pour un ciment pur jusqu'à 95 kj/kg pour un ciment avec 70% de laitier comme le montre la figure 1.7. Ils ajoutent que le temps pour atteindre le pic II diminue pour les ciments au laitier lorsque le dosage en addition augmente dû à l'élévation du rapport E/C lié au remplacement du ciment par le laitier.

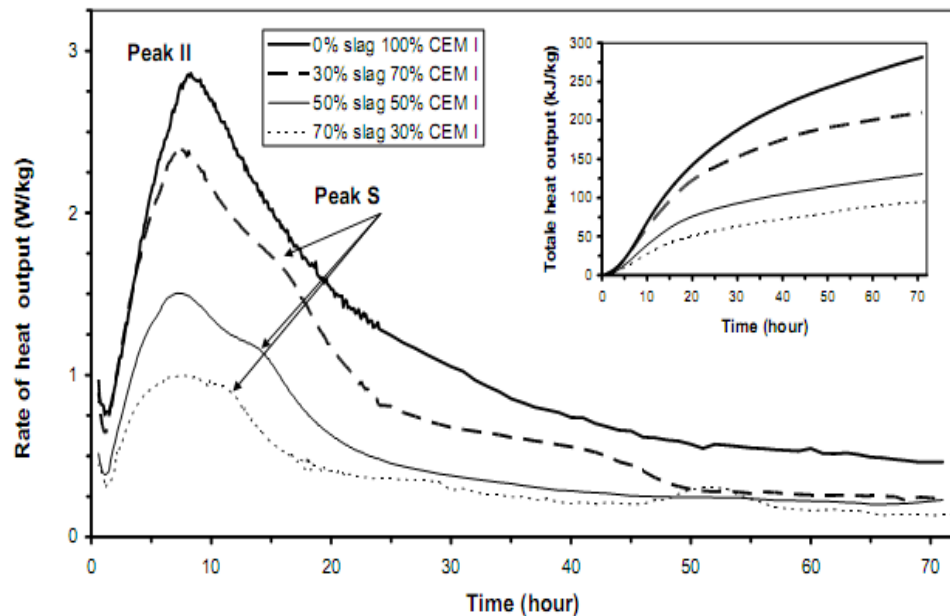


Figure 1.7 : Evolution du flux et de la chaleur d'hydratation d'un ciment en fonction du taux de substitution du laitier (Bouguara et al., 2000).

1.5.2.2. Temps de prise

Le temps de prise d'un ciment résulte de la combinaison de plusieurs effets physico-chimiques liés à la composition du ciment et au milieu de conservation. L'addition d'une substance minérale au ciment Portland entraîne un accroissement du temps de prise attribuable en partie à l'effet de dilution (dilution de l'ingrédient le plus actif) et à l'augmentation de la teneur en eau nécessaire pour préparer une pâte de consistance normale. Certaines additions possèdent un pouvoir de nucléation très actif qui octroi aux grains de ciment des points supplémentaires de germination créant ainsi une accélération de la prise du ciment.

Tsivilis et al. (1999) déclarent que le temps de prise du ciment au calcaire est similaire à celui du ciment Portland. Par contre Voglis et al. (2005) ont montré que l'addition du calcaire accélère le début de prise et retarde la fin de prise, par conséquent le temps de prise est prolongé par rapport à celui du ciment portland. Pour d'autres chercheurs (Heikel et al., 2000), le début et la fin de prise varient en fonction du dosage en calcaire. Une addition de 5% de calcaire augmente la plasticité de la pâte et prolonge le temps de prise, par contre pour des dosages en calcaire supérieur à 20 % le début et la fin de prise diminuent.

L'effet de l'ajout de la pouzzolane naturelle sur le temps de prise varie selon sa composition et sa structure minéralogique (Uzal et Turanli, 2003). Le tableau 1.2 montre la

variation du temps de début et de fin de prise en fonction du dosage en pouzzolane naturelle et du rapport E/C. D'autres études ont révélé que lorsque le dosage en addition augmente, le temps de prise se réduit, cette accélération de prise est expliquée par le grand contact entre les particules liées à leurs surfaces spécifiques qui accélèrent la prise (Turanli et al., 2005). Un ciment contenant 35% de pouzzolane naturelle possède un temps de prise plus prolongé tandis qu'un dosage de 55% présente un début et une fin de prise courte par rapport au ciment portland. Cependant pour un dosage de 45 % en pouzzolane, le début de prise est similaire à celui du ciment ordinaire mais la fin de prise est prolongée (Turanli et al., 2005).

Tableau 1.2 : Variation du temps de début et de fin de prise pour des pâtes de consistance normales avec différents taux de substitution de la pouzzolane naturelle (Uzal et Turanli, 2003)

L'échantillon	E/C pour consistance normale	Temps de prise (min)	
		début	fin
PC	0.22	175	215
BC35	0.28	190	315
BC45	0.30	172	276
BC55	0.32	105	157

Le temps de prise des ciments au laitier est plus long que celui des ciments purs, dû au ralentissement de l'hydratation des laitiers (Kourounis et al., 2007). D'autres travaux ont montré que l'effet de l'addition du laitier sur le temps de prise dépend de son dosage ; un dosage de 25% du laitier augmente le temps de prise par contre, une substitution de 50% raccourcie le temps de prise comparé aux ciments purs (Mounanga et al., 2011).

Boubekeur et al. (2011) ont trouvé que le temps de prise augmente avec l'accroissement l'ajout du laitier dans le ciment au calcaire, d'où l'incorporation de 40 % de laitier présente une augmentation de 15.6 % pour le début de prise et 14.3 % pour la fin de prise. Le tableau 1.3, montre la variation du temps de prise et la demande en eau en fonction du dosage en laitier (Kourounis et al., 2007).

Tableau 1.3 : Variation du temps de prise, demande en eau et l'étalement d'un ciment en fonction du dosage en laitier. (Kourounis et al., 2007).

L'échantillon	Dosage en laitier (%)	Demande en eau (%)	Temps de prise (min)		L'étalement d'un mortier normal (%)
			initial	final	
C1	0	27	155	185	103
C2	15	26	170	210	108.5
C3	30	25	210	240	111.5
C4	45	23.5	220	260	113.5

1.5.2.3. Ouvrabilité

Plusieurs études ont montré l'existence d'une optimisation des propriétés du squelette granulaire par l'incorporation d'additions minérales de natures et de quantités différentes. Dans une formulation de béton, les résultats de la figure 1.8 montrent que la substitution d'une partie du ciment par des cendres volantes conduit à la réduction progressive du dosage en eau pour une même consistance en raison du caractère sphérique non poreux des particules de cendres volantes (Lewandowski et al., 1983). D'autre part, l'introduction de fines additions minérales, avec de fortes proportions dans les pâtes de ciment à consistance normalisée, engendre un besoin en eau plus élevé (Gallias, 2000).

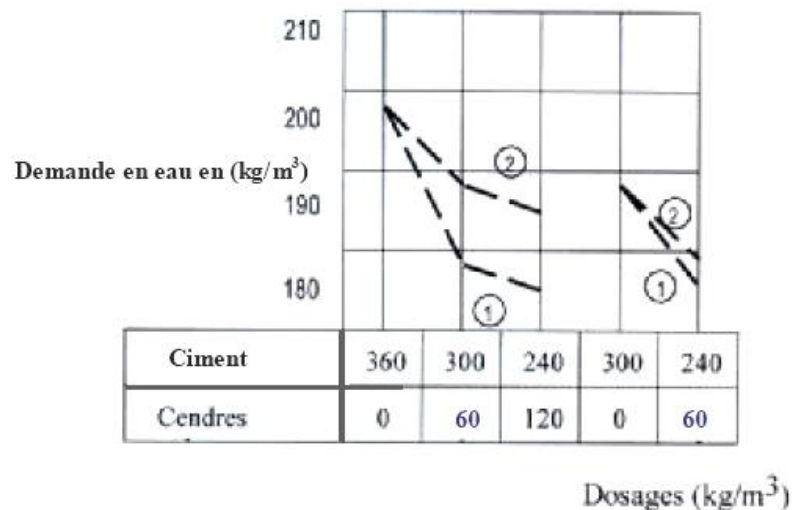


Figure 1.8 : Réduction de la demande en eau apportée par l'introduction de deux cendres volantes dans une formulation de béton (Lewandowski et al., 1983).

La finesse des particules d'addition peut être aussi un facteur qui influence la rhéologie des matériaux cimentaires à l'état frais. En effet, la fluidité du béton est souvent améliorée lorsqu'on remplace une partie du ciment par des additions ultra-fines (Collins et Sanjayan, 1999). Certains travaux ont confirmé aussi que l'incorporation d'une addition ultra-fine de cendres volantes de surface spécifique $740 \text{ m}^2/\text{kg}$ améliorait la fluidité et réduisait le besoin en eau du mélange à consistance normale (Bajou et al., 2000). Pour la fabrication des bétons de hautes résistances et auto-compactant, (Kwan,2000) a pu obtenir, sur les résultats présentés sur la figure 1.9, une amélioration de l'ouvrabilité du béton en utilisant de la fumée de silice pour un rapport eau/liant constant.

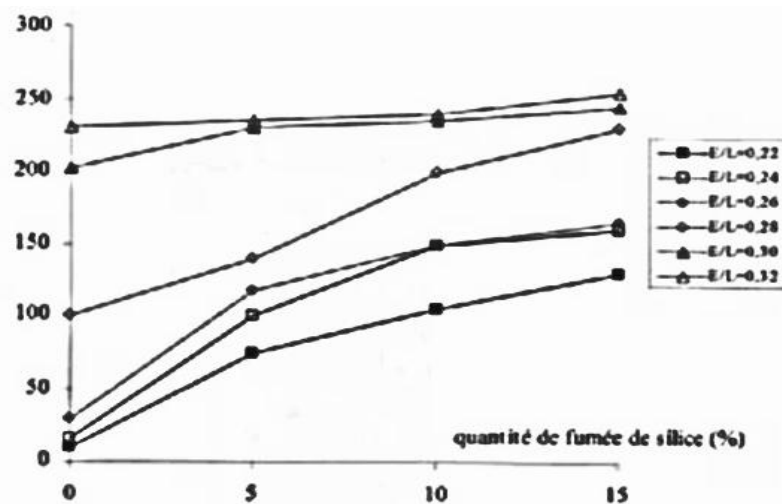


Figure 1.9 : Variation de l'ouvrabilité d'un béton en fonction du pourcentage de fumée de silice pour différents rapports eau/liant (Kwan, 2000)

Les études faites sur l'effet des additions ultra-fines sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment ont montré que le seuil de cisaillement augmentait avec la quantité d'addition ultra-fine incorporée, mais la viscosité plastique de la pâte variait avec la nature et la quantité d'addition (Zhang et Han, 2000). Lorsque le taux de substitution du ciment par la fumée de silice, les cendres volantes ou le calcaire est inférieur à 15 %, la viscosité de la pâte est réduite remarquablement.

1.5.2.4. Retrait

L'incorporation des additions minérales dans la composition du béton entraîne une demande en eau supplémentaire, un volume de pâte plus important et une formation supplémentaire de produits CSH, ce qui engendre un retrait plus important. Mehta (1987) Dans une étude de synthèse reporte que le retrait des produits renfermant des mélanges de ciment Portland-pouzzolanes est généralement supérieur à celui du produit correspondant ne contenant que du ciment Portland. Généralement le retrait est attribué à la teneur en CSH, laquelle serait relativement plus élevée dans le cas des mélanges de ciment portland-pouzzolanes.

Pour un béton ayant un E/C égal à 0.35, les résultats du retrait présentés sur la figure 1.10 montrent que la substitution de 10% de fumée de silice dans un ciment ordinaire augmente le retrait au jeune âge et réduit celui-ci à long terme. Cet effet est largement réduit lorsque la fumée de silice est substituée avec un ciment au laitier où la portlandite est moins disponible (Khatri et al., 1995).

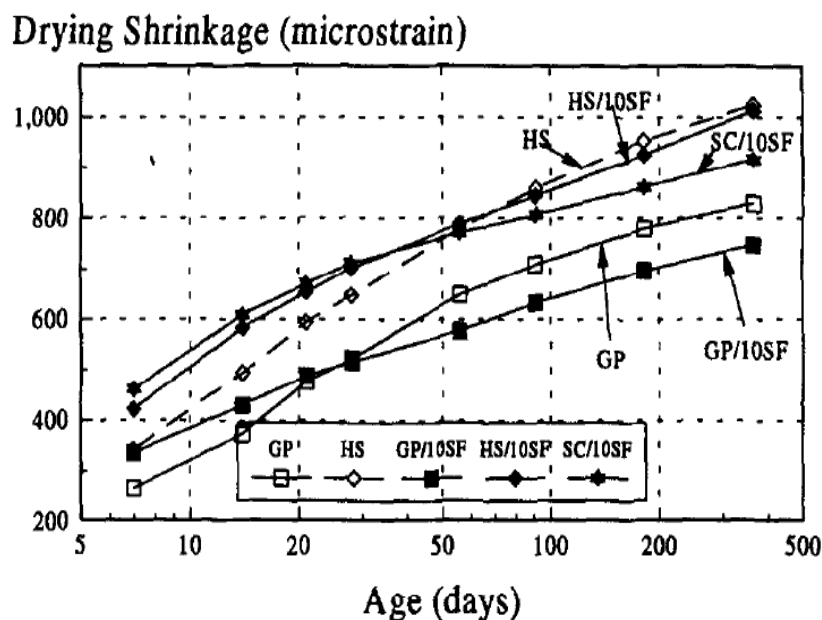


Figure 1.10 : Valeurs de retraits en fonction de l'âge pour les différents types de Ciments (Khatri et al., 1995)

De même, Jianyong et Yan (2001) observent sur trois bétons de rapport E/C égal à 0.26 et confectionnés avec un ciment ordinaire (A), 30 % de laitier (B) et le troisième (C) de 10% de fumée de silice et 30% de laitier, que le retrait de dessiccation est pratiquement identique au jeune âge. Après 28 jours, les valeurs commencent à se distinguer et à 180 jours le retrait atteint respectivement 220, 96 et 127 micromètres comme le montre la figure.1.11. Cette réduction est attribuée au grand nombre d'hydrates formés lors de la présence de substance minérale qui rend la pâte plus rigide et moins déformable.

ACI Committée 232, reporte que le retrait des cendres volantes augmente légèrement si le rapport E/C reste constant. Cet écart reste faible pour un taux de substitution inférieur à 20%. De même, Mehta (1989) confirme qu'aucune différence de retrait n'est observée sur des bétons comportant moins de 25% de cendres volantes. Par contre, lors de la présence de 50% de laitier le retrait est largement supérieur.

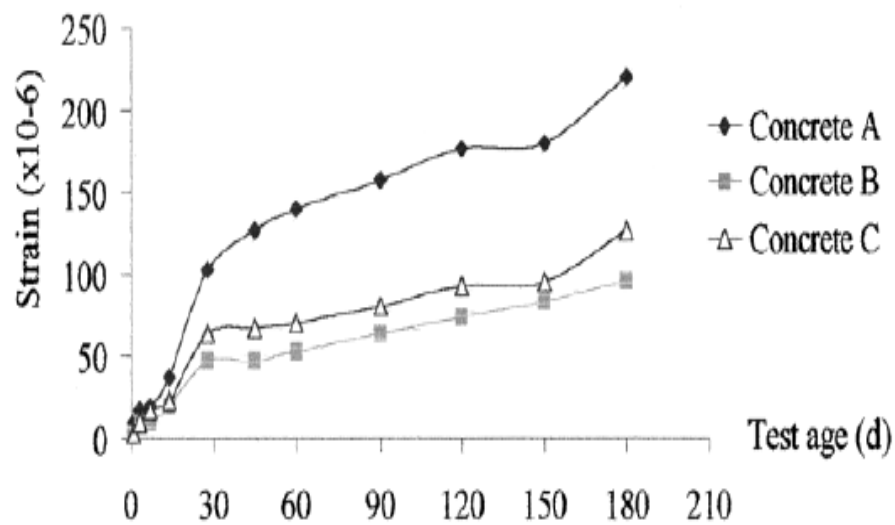


Figure 1.11 : Résultats des valeurs de retrait de trois bétons différents en fonctions de l'âge (Jianyong et Yan, 2001).

L'évolution des résultats des retraits des éprouvettes de mortier ayant un rapport E/C égale à 0.4 et renfermant différents taux de cendres volantes est illustrée sur la figure 1.12. Il est clair que le retrait d'un mortier renfermant 10, 20 et 30 % de cendres volantes est réduit respectivement de 25, 37 et 43% après 5 mois d'observation. Ceci est attribué certainement à la forte concentration de la chaux libre et de MgO dans ces cendres (Atis et al., 2004).

De même, d'autres résultats confirment que les mortiers aux cendres volantes présentent un retrait moins important quel que soit leurs finesses et ceci à cause du besoin en eau qui se voit être diminué avec la présence de ces cendres (Chindaprasirt et al., 2004).

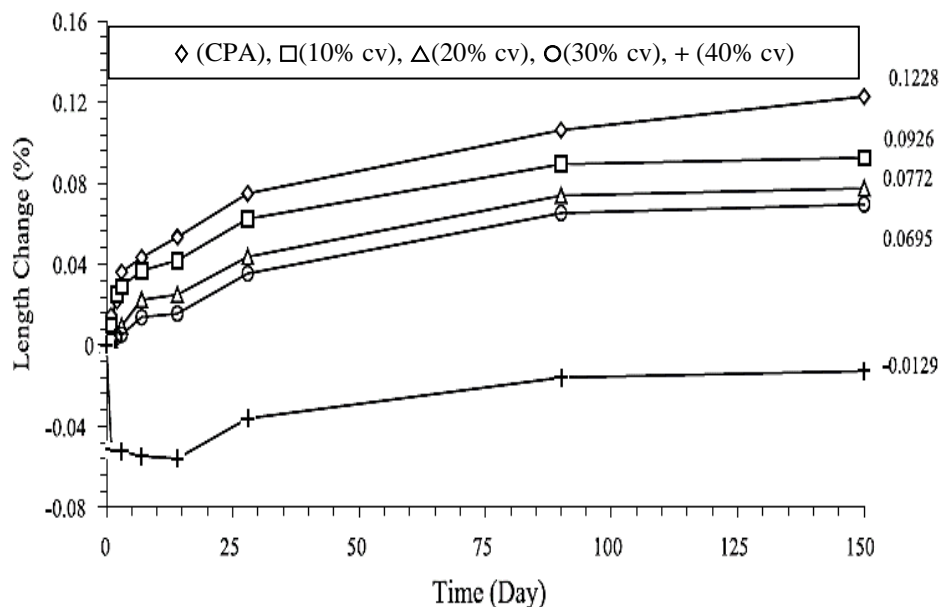


Figure 1.12 : Résultats des valeurs de retrait en fonctions de l'âge pour des mortiers aux cendres volantes (Atis et al., 2004).

1.5.3. Propriétés mécaniques des ciments avec ajouts

La substitution des ciments portland avec des additions minérales contribue positivement à l'amélioration des propriétés du béton telle que la fluidité, la résistance et la durabilité. Ces additions minérales affectent de manière significative la rhéologie des matériaux cimentaires à l'état frais ce qui entraîne une amélioration des résistances mécaniques à long terme et une meilleure durabilité. Il a été constaté que l'incorporation de 10 % du calcaire engendre un effet bénéfique sur l'augmentation de la résistance à la compression. Par contre, une quantité supérieure à 10 % entraîne une diminution de la résistance à la compression. D'après la figure 1.13, la diminution de la résistance mesurée est de l'ordre de 13 % et 29% lorsque le ciment est substitué respectivement par 20 et 30% de calcaire (Yilmaz et Olgun, 2008). Généralement, les ciments au calcaire présentent des résistances satisfaisantes et demandent moins d'eau que le ciment ordinaire. Cette eau libérée va contribuer à l'hydratation des grains de ciment et engendre une amélioration des résistances au jeune âge. De même, l'addition de calcaire crée des nouveaux sites de nucléation conduisant à l'amélioration de la réactivité du clinker et à une meilleure exploitation de son potentiel hydraulique.

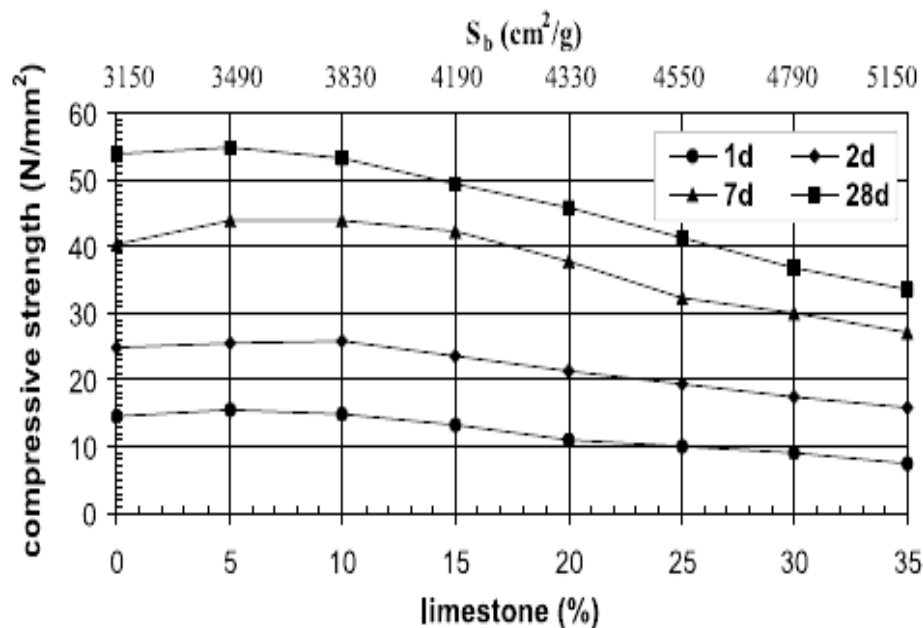


Figure 1.13 : Résistance à la compression des mortiers en fonction des quantités de calcaire. (Yilmaz et Olgun, 2008).

D'après les résultats présentés sur la figure 1.14, la résistance à la compression des mortiers diminue considérablement avec l'augmentation du pourcentage des cendres volantes. Cette diminution est due à l'effet de l'activité pouzzolanique des cendres volantes. La réaction pouzzolanique des cendres volantes est lente et dépend de la quantité et de la solubilité de l'ajout. Une longue durée est nécessaire pour avoir un effet positif des cendres volantes (Yilmaz et Olgun, 2008).

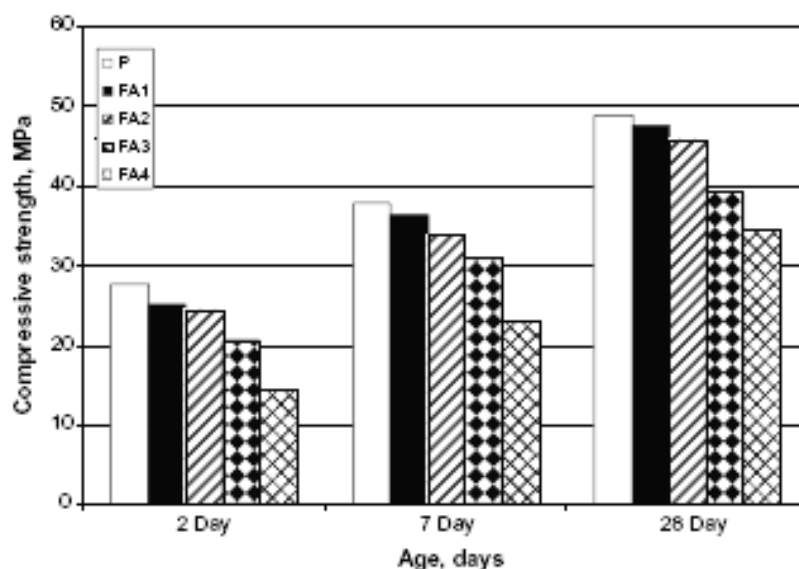


Figure 1.14 : Les résistances des différents mortiers en fonction des dosages des cendres volantes. (Yilmaz et Olgun, 2008).

L'effet du métakaolin sur les propriétés mécaniques des ciments a été l'œuvre de plusieurs travaux de recherches. L'incorporation du métakaolin induit une légère diminution de 9 % de la résistance à la flexion aux jeunes âges et 15.5% de la résistance à la compression. En revanche, à 28 jours le rendement de 10 % du métakaolin est remarquable sur l'augmentation de la résistance mécanique (Tsivilis, 2003).

Une étude faite sur deux types de pouzzolanes (PA et PB) montre que la résistance à la compression, jusqu'à l'âge de 91 jours, de mortiers à base de ciment mélangé avec les deux pouzzolanes était inférieure à celle du ciment de référence.

L'analyse de la distribution des pores d'un ciment pouzzolanique fournit une corrélation encourageante avec les résistances mécaniques, la perméabilité ainsi que les caractéristiques chimiques de la durabilité. Il a été constaté que les gros pores ($>1000\text{Å}$) sont responsables de la diminution des résistances au jeune âge alors que leur affinage en petits pores ($<500\text{Å}$), à cause de la réaction pouzzolanique, est responsable des améliorations observées à long terme (Mehta, 1981).

La substitution du ciment par plusieurs ajouts induit un effet synergique et améliore considérablement la matrice cimentaire et les résistances mécaniques. D'après les résultats présentés sur la figure 1.15, l'ajout de 10 % calcaire et des petites quantités de pouzzolane naturelle (0-10 %) donne des résistances maximales à la compression aux jeunes âges (2, 7 et 28 jours). Dans ce cas, la résistance à la compression augmente de 16 % par rapport à celle du mortier de contrôle. Cependant, à long terme (90 jours), la résistance à la compression est maximale pour une combinaison de 10 % de calcaire et 20 % de pouzzolane. La résistance est améliorée de 7 % par rapport à celle du mortier de contrôle (Ghrici et al., 2007). Ceci concorde avec les résultats trouvés par Nagataki et Ujike (1986) où le cendre volante donne une bonne résistance aux jeunes âges, tandis que le fumé de silice augmente la résistance à long terme.

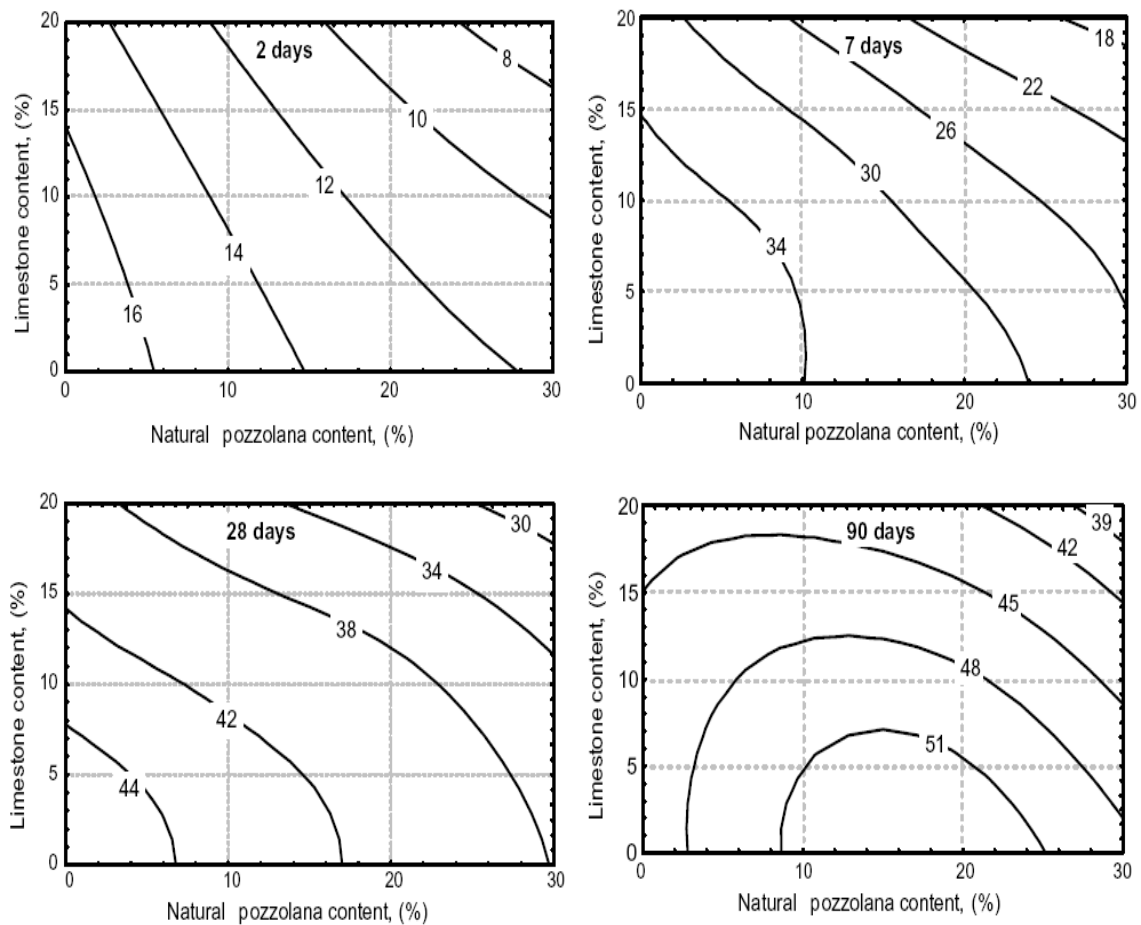


Figure 1.15 : les résistances à la compression des différents mortiers en fonction des dosages en pouzzolane en calcaire (Ghrici et al., 2007)

La même constatation a été observée lorsque la pouzzolane est remplacée par le laitier. La résistance à la compression aux jeunes âges s'améliore de 16% pour 10% de calcaire mélangé par moins de 12% de laitier. Cependant la résistance à la compression à 28 jours s'améliore de 7% pour un ciment contenant 10% de calcaire avec 35% de laitier (Menendez et al., 2001).

1.6. Conclusion

L'objectif de ce premier chapitre de l'étude bibliographique est de passer en revue les connaissances actuelles les plus pertinentes sur l'action des additions dans les matériaux cimentaires afin d'éclaircir en particulier comment elles contribuent à l'activité liante du ciment et comment cette contribution liante est prise en compte dans les méthodes de formulation des mortiers ou des bétons avec additions. Les données bibliographiques spécifiques concernant le rôle des additions sur les propriétés physique et mécanique, sont

présentées et analysées. Cette synthèse bibliographique a montré que de nombreux produits fins peuvent être utilisés dans le béton pour améliorer certaines de ces propriétés ou pour lui conférer des propriétés nouvelles. En effet, l'action des additions minérales peut être distinguée suivant trois effets principaux : un effet granulaire, un effet physico-chimique et microstructural.

Chapitre 02 :

*Effet de la température
de cure
Sur les propriétés des
ciments composés.*

2.1. Introduction

Le béton est un matériau mécaniquement hétérogène avec une microstructure complexe, ces propriétés lui confèrent un comportement mécanique particulier. L'étude des modifications causées par la variation de la température ou par d'autres facteurs environnementaux, est seulement possible si on prend en considération les modifications physico-chimiques au sein de sa matrice cimentaire. La température favorise l'évaporation de l'eau du béton et sa dessiccation, ce qu'accélère sa prise et son durcissement. De même, elle conduit à une accélération de son hydratation et change en conséquence la nature des hydrates qui ont une influence sur la résistance sans pour autant l'augmenter. La présence de certains ajouts minéraux dans le ciment peut modifier la cinétique d'hydratation et minimiser les désordres causés par l'élévation de la température en fonction des caractéristiques de ces ajouts. L'étude du comportement des ciments avec ajouts minéraux devient primordiale et la quantification de leurs modifications apportées sur l'évolution des résistances mécaniques et certaines propriétés de durcissement est plus que nécessaire.

2. 2. Effet de la température sur les propriétés du béton au jeune âge

Le climat chaud est caractérisé par une température qui peut dépasser souvent 40°C, et d'une moyenne minimale d'environ 25°C à 30°C. Les conditions d'un climat chaud influent sur les propriétés du béton au jeune âge de plusieurs manières, telles qu'elles affectent le système d'hydratation du ciment en altérant la période dormante et le changement de la morphologie des hydrates formés. Ainsi, il résulte un changement considérable des propriétés mécaniques, décrit une augmentation de la résistance à court terme et une chute à long terme.

2. 2.1. Développement micro-structural

Les propriétés mécaniques, physiques et thermiques d'un béton dépendent fortement de sa microstructure. Sous des températures élevées, on observe de nombreux phénomènes physico-chimiques et des transformations qui modifient la microstructure de la pâte de ciment. Ces changements sont principalement causés par l'évaporation de l'eau et les processus de déshydratation des hydrates formant la matrice cimentaire (Verbeck, 1968).

L'élévation de la température a des conséquences considérables sur la microstructure par une importante porosité et une distribution non uniforme des hydrates. Ramlochan et al. (2003) ont trouvé que les bétons conservés sous des températures supérieures à 70°C et sous une humidité relative élevée subissent une expansion causée par la formation retardée d'ettringite.

De nombreuses études (Regourd et Gauthier, 1980 ; Kjellsen et al., 1990) ont été menées afin d'élucider l'influence de la température sur les différents mécanismes impliqués sur la microstructure de la pâte de ciments. Kjellsen et al. (1990) ont étudié la microstructure des pâtes de ciment hydratées sous des températures allant de 5 à 50°C, ils ont constaté une répartition uniforme des produits d'hydratation pour les ciments soumis à des basses températures, par contre la répartition non uniforme du produit d'hydratation pour les ciments exposée à des températures élevées.

L'élévation de la température a un effet sévère à l'intérieure de la microstructure et à l'extérieur du produit d'hydratation externe, en particulier dans le cas du silicate de calcium hydraté. Regourd et Gautier (1980) ont rapporté que le C-S-H externe formé à 80°C était beaucoup plus solide, présentant une morphologie des pâtes hydratées avec des accélérateurs de chlorure de calcium. Richardson (2004) a fait, dans son étude, une comparaison des particules C-S-H obtenues à des températures de 20 et 80° C. Il a trouvé que les particules C-S-H dans le système à haute température faisaient environ la moitié de la taille des particules formées à des températures plus basses.

Gallucci et al. (2013) ont étudié l'influence de la température sur le développement micro-structural du béton. Pour cela, ils ont comparé les micrographies caractéristiques de surface, après 1 jour et après 1 an d'âge, sur des bétons conditionnés sous différentes températures. La figure 2.1 montre les images capturées où le développement micro-structural est plus grossier, les hydrates (notamment le C-S-H) étant plus denses à haute température, leur distribution est plus hétérogène, permettant ainsi le développement d'un réseau poreux plus large qui est à l'origine de la perte de résistance. Ils ont observé aussi de nombreux petits grains totalement hydratés pour le béton conservé sous une température de 60°C. Pour une température de 40°C, la matrice cimentaire semble remplie de manière plus homogène qu'à 60°C. La température a donc également un effet très net sur le développement micro-structural, notamment au niveau des densités des hydrates formés, de leur distribution dans la matrice cimentaire et de la porosité.

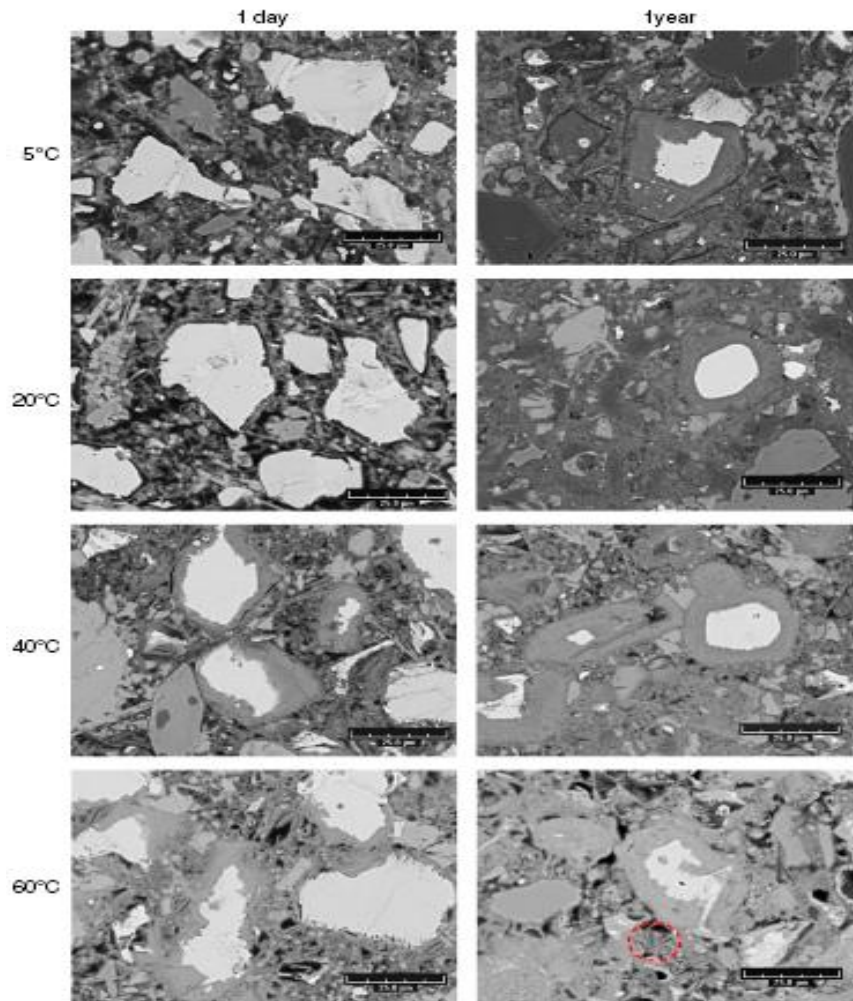


Figure 2.1 : Micrographies caractéristiques après 1 jour et 1 an d'hydratation (Gallucci et al., 2013)

2.2.2. Chaleur d'hydratation

Au cours des réactions chimiques entre les constituants du ciment et l'eau, une quantité considérable de chaleur est libérée. Sous des conditions ambiantes de construction, la chaleur est rapidement dissipée par radiation et le changement de températures à l'intérieur de la structure est relativement faible et presque sans conséquence. Par contre, dans le béton de masse, la faible conductivité thermique du béton empêche la radiation rapide de la chaleur et le béton peut atteindre des températures très élevées entraînant ainsi un important retrait thermique.

Selon Neville (2000), l'augmentation de la température de cure accélère la formation et la croissance des produits d'hydratations, notamment le C-S-H et la portlandite d'où l'augmentation de la résistance au jeune âge. Mais cette accélération de la réaction d'hydratation peut provoquer un effet inverse sur la résistance mécanique après 7 jours d'âge du béton.

La figure 2.2 montre qu'au jeune âge, l'élévation de la température contribue à l'augmentation du degré d'hydratation. Après 90 jours d'hydratation, les taux de réaction atteignent des niveaux similaires même avec l'augmentation de la température exceptionnellement pour les bétons conservés à 5°C ; qui atteignent ces niveaux progressivement. A des stades de maturation avancés, les degrés d'hydratation à 1 an d'âge plafonnent aux mêmes niveaux comme le montre les résultats de la figure 2.2. La température affecte donc la chaleur d'hydratation du béton au jeune âge par contre à long terme leur effet est négligeable. (Gallucci et al., 2013).

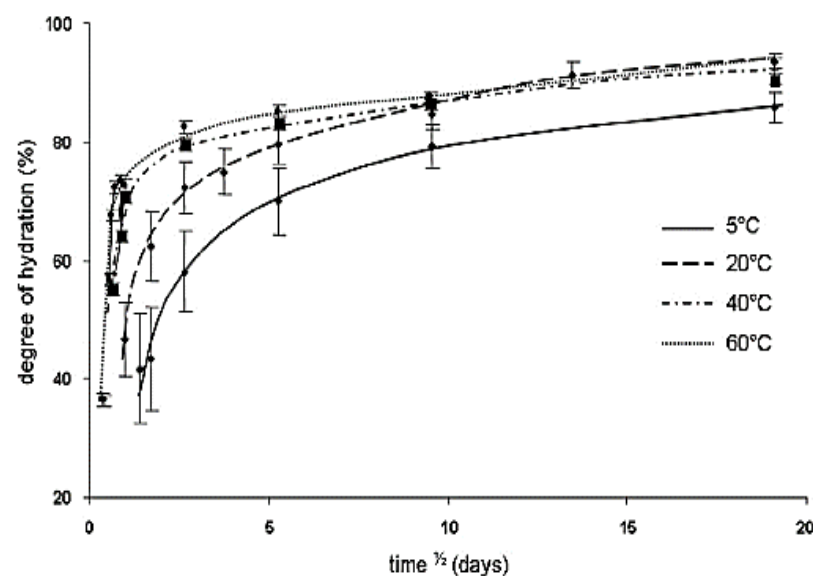


Figure 2.2 : Evolution des degrés d'hydratation (mesurés par analyse d'image). (Gallucci et al., 2013).

Sur une étude conduite sur l'influence de la variation de la température de cure sur la chaleur d'hydratation des bétons. Martinez et Frias (2009) ont arrivé à mettre en évidence que la température de cure joue un rôle fondamental sur l'évolution de l'hydratation du ciment, tel qu'après 9 jours sous 60°C, on obtient le même degré d'hydratation à 90 jours sous 20°C.

D'autres résultats ont été aussi observés par Mounanga et al (2004) qui ont mesuré l'hydratation de la pâte du ciment par l'analyse thermogravimétrique pour des températures de 10, 20, 30 et 40°C et des rapports E/C de 0.3 et 0.4 durant les premières vingt-quatre heures d'hydratation. Ils observaient une influence de la température ; plus la température augmente, plus le degré d'hydratation augmente. Par contre, ils ne notaient pas d'effet marqué du rapport E/C.

L'effet de la température sur l'hydratation des pâtes de ciment Portland mélangées avec 20% de cendres volantes est étudié dans une gamme de température de 7 à 80° C. L'élévation de la température accélère à la fois l'hydratation du ciment aux cendres volantes. En raison de l'activité pouzzolanique de ces ajouts, le changement de la composition de C-S-H et la solution de pore est dû à la faible quantité de la chaux et pour des quantités élevées d'Alumine et de la Silice. Pour des températures qui dépassent 80°C, des changements auront lieux de l'assemblage des différents constituants du ciment en fonction de la température tel que la déstabilisation de l'ettringite. (Deschner, 2013).

2.2.3. Évolution de la porosité

Les mécanismes d'hydratation du ciment créent au sein du béton un espace poreux. La porosité se décline sous deux formes dans un béton ; ceux qui font partie de ce que l'on appelle la porosité ouverte représentée par des pores interconnectés entre eux, et ceux qui font partie de la porosité fermée représentée par des vides isolés les uns des autres (vides capillaires ou vides des hydrates).

De nombreuses études (Castellote et al., 2004 ; Janotka et Nurnbergerova, 2005) confirment que l'élévation de la température a des conséquences considérables sur la microstructure causant ainsi une importante porosité et une distribution non uniforme des hydrates. Si la température est basse au jeune âge, le taux d'hydratation est faible et la porosité est élevée (Gallucci et al., 2013). Par contre, une inversion des tendances avec des porosités plus fortes sous des hautes températures comme le montre les résultats observés sur la figure 2.3. Le fait que la porosité augmente avec la température est en accord avec un développement micro-structural plus grossier, des hydrates plus denses et distribués de manière moins homogène dans la matrice cimentaire.

L'élévation de la température conduit à la fissuration et à la modification des caractéristiques de la porosité dans la matrice cimentaire. Ces modifications sont causées par la diminution de la quantité d'eau qui se trouve dans le ciment sous des températures élevées, ainsi que l'augmentation de la porosité est associée au gel C-S-H qui sera dissolu sous des températures de 100°C (Castellote et al., 2004 ; Janotka et Nurnbergerova, 2005).

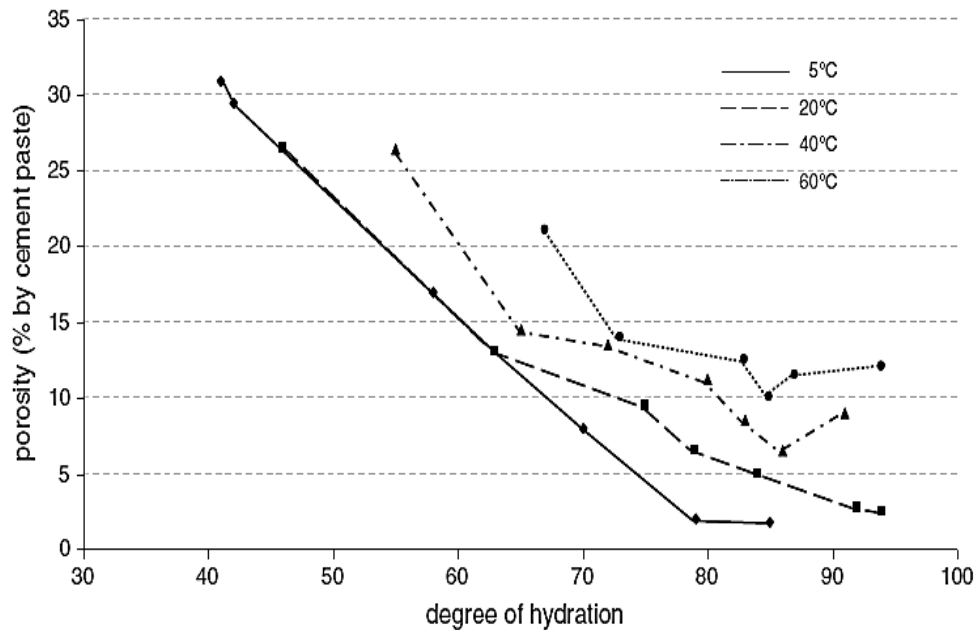


Figure 2.3 : Effet de la température sur l'évolution de la porosité de la pâte de ciment. (Gallucci et al., 2013).

Le traitement thermique a une tendance de modifier la porosité totale et le réseau poreux de la matrice cimentaire. La porosité devient plus importante et les pores plus grossiers sous une température de cure élevée (Caré, 2008). La porosité induite par l'élévation de la température est plus connectée surtout pour des rapports E/C supérieurs à 0.5 (Bentz et al., 1991). Ceci est accompagné par l'apparition d'une macro réseau de fissure qui fait diminuer les caractéristiques de la pâte durcie.

2. 2.4 Ouvrabilité

L'ouvrabilité du béton est généralement dégradée dans un environnement chaud et sec. La conséquence de perte d'affaissement est normalement compensée dans les chantiers par l'utilisation d'une quantité d'eau de gâchage additionnelle, qui conduit à une réduction des résistances, une augmentation de la porosité capillaire ainsi que la perméabilité (Shalon R, 1978). Selon la figure 2.4, la quantité d'eau de gâchage augmente linéairement avec la température de gâchage pour maintenir un affaissement constant de 7 cm. De même, l'ouvrabilité du béton se dégrade considérablement avec l'élévation de la température pour un dosage en eau constant comme c'est illustré sur la figure 2.5 (Kleiger, 1958).

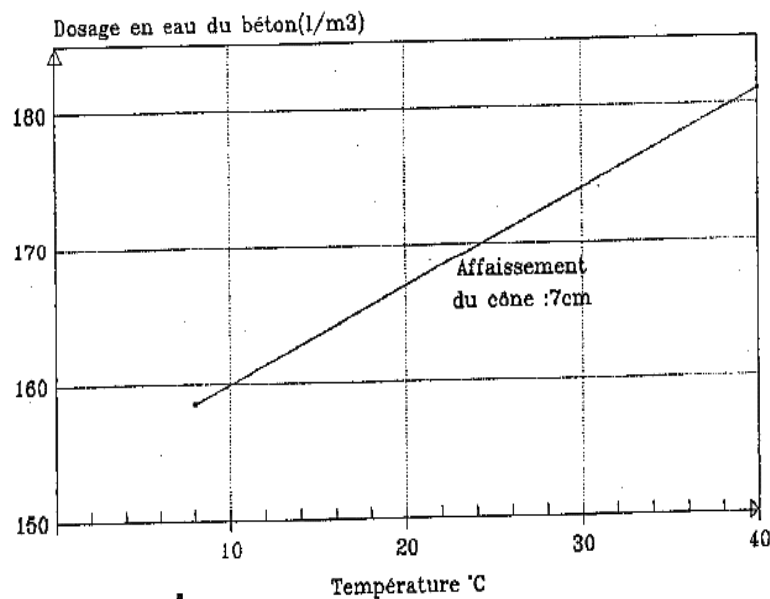


Figure 2.4 : Dosage en eau en fonction de la température (L'ACI committee 305, 1982).

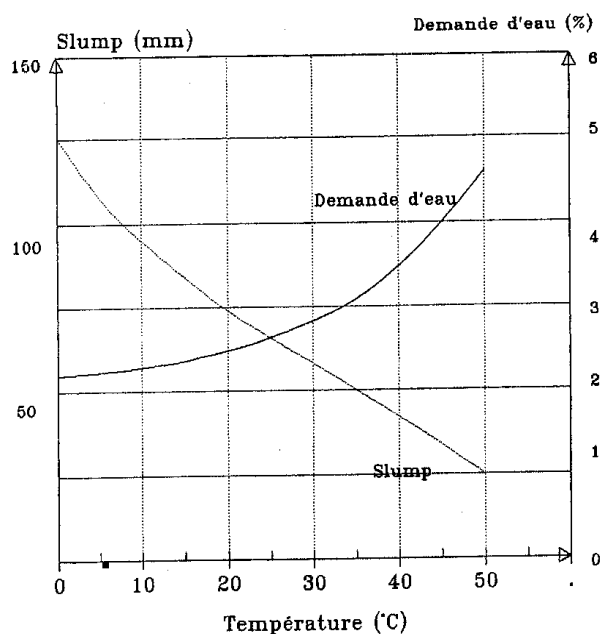


Figure 2.5 : Effet de la température sur l'affaissement du béton (Kleiger, 1958).

La température initiale du béton a un effet significatif sur la valeur de l'affaissement qui diminue de 2.5 cm chaque fois que la température augmente de 11°C (Kleiger, 1958). De même, l'élévation de la température de 20 à 50°C provoque une perte d'affaissement de 50 mm et nécessite une augmentation d'eau de gâchage de 33% pour maintenir la même maniabilité (Kleiger, 1958). L'effet néfaste de la température est réduit sur l'ouvrabilité des mortiers avec 22% de cendres volantes par rapport à ceux confectionnés avec 6% de fumée de silice (Petit et al., 2010). Le changement important des paramètres rhéologiques en fonction

du temps et de la température pour les mortiers avec fumée de silice peut être attribué à la forte demande en eau causée par la forte finesse de la fumée de silice (Petit et al., 2010). De plus les mélanges ternaires composés de ciment ordinaire, 22% de cendres volantes et 6% de fumée de silice s'avèrent les plus sensibles à l'élévation de température.

2.2.5. Temps de prise

L'hydratation du ciment est accélérée, comme plusieurs réactions chimiques, par l'élévation de la température où le taux d'hydratation est probablement le double pour une augmentation de 10°C (Birt, 1981). Il faut noter aussi que la prise du ciment est directement liée aux conditions de conservation et plus particulièrement du type de ciment comme le montre le tableau 2.1 (Venuat, 1979).

Tableau.2.1 : Temps de prise de deux ciments (sur pâte pure de ciment) (Venuat, 1979) (Normes Vicat).

Ciment	20°C			45°C		
	Début	fin	Δt	Début	fin	Δt
CPA 55	3h	5h30	2h30	1h30	3h	1h30
CLK	5h	7h30	2h30	2h30	4h	1h30

Le temps de prise dans un climat chaud est un problème significatif car les réactions d'hydratation sont accélérées et les temps de début et fin de prise sont diminués. La figure 2.6 donne un exemple de la variation du temps de prise en fonction de la température. Le temps de prise peut être divisé par deux et parfois par trois en passant de 20°C à 40°C. (Alahmadi, 2000).

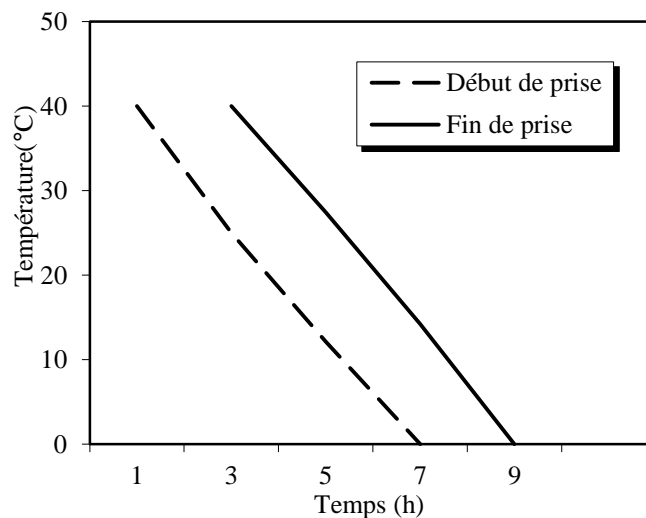


Figure 2.6 : Influence de la température sur le début et fin de prise (Alahmadi, 2000).

La prise des ciments composés dans un climat chaud est contrôlée par les caractéristiques de l'addition incorporée. Les résultats présentés sur les figures 2.7, 2.8 et 2.9 montrent l'effet du type de l'addition et de son taux de substitution sur la prise du ciment (Ezziane et al., 2010).

Le temps de prise pour un ciment ordinaire conservé sous une température de 20°C égale 240 minutes et diminuera à 100 minutes pour une température de 60°C. Pour le ciment à base de calcaire les temps de début de prise représentés sur la figure 2.7, se rapprochent avec l'augmentation de la température. Pour la pouzzolane naturelle, les temps de début de prise représentés sur la figure 2.8, diminuent mais indépendamment du taux de substitution. En ce qui concerne le laitier, le temps de début de prise est très influencé par la température et le taux de substitution comme le montre la figure 2.9. Les écarts par rapport à celui du ciment sans laitier restent indépendants de la température de cure. Le temps de fin de prise est influencé par la température et par le taux de substitution du ciment. Plus la température augmente, plus le temps de fin de prise converge vers celui d'un ciment ordinaire.

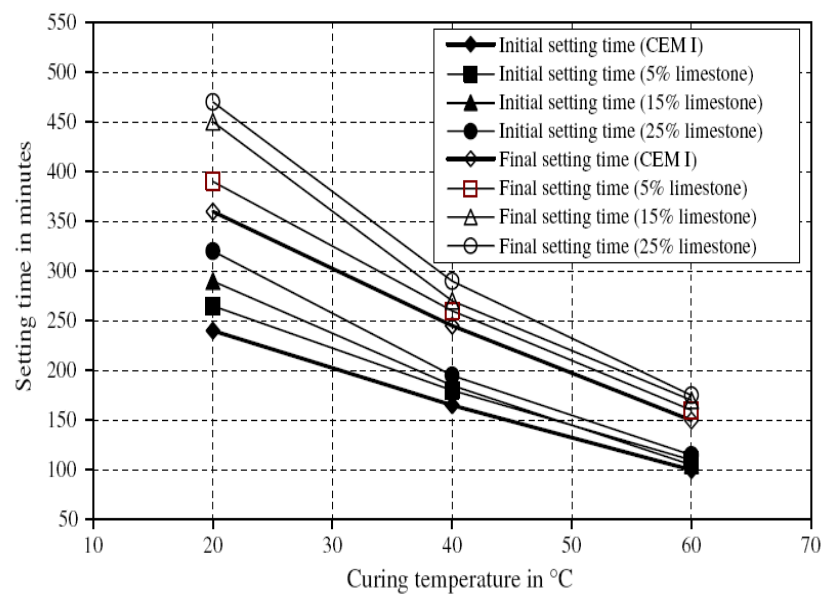


Figure 2.7 : Variation du temps début et fin de prise en fonction de la température pour un ciment au calcaire. (Ezziane et al., 2010)

La fin de prise présente un cas controversé en présence de la pouzzolane naturelle. Au-delà de 30°C, la pouzzolane devient plus active et accélère la fin de prise. Pour le ciment à base de laitier on remarque que le temps de fin de prise est similaire à celui du début de prise, ou l'effet de la température est bien remarqué.

La prise est généralement influencée par les effets physiques des ajouts ou l'effet de dilution joue un rôle primordial pour le prolongement du temps de prise. Par contre les effets filler contribuent à l'accélération de taux d'hydratation, ce qui engendre une accélération de la prise. L'effet pouzzolanique et l'hydraulique de l'ajout se manifeste tardivement pour accélérer la prise, cette activité est beaucoup plus significative lorsque la température de conservation est élevée.

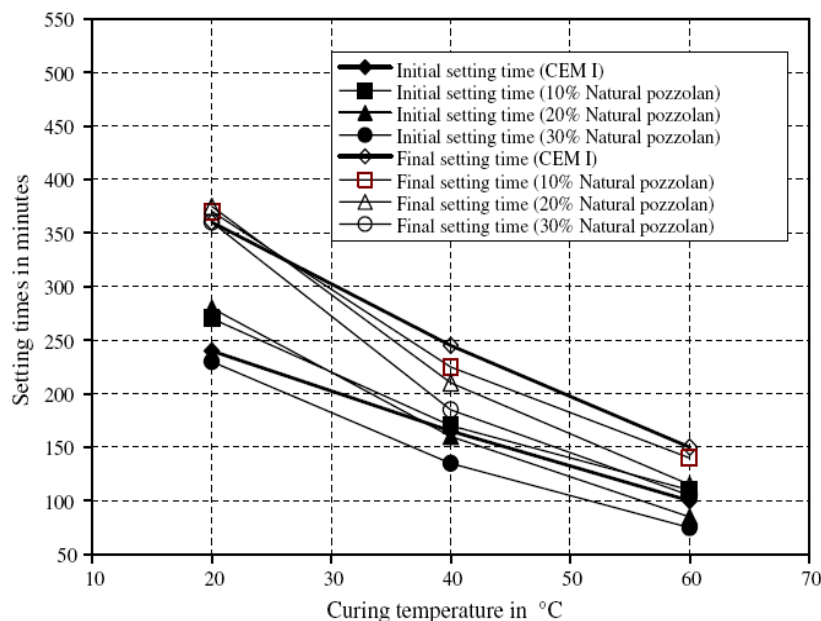


Figure 2.8 : Variation du temps début et fin de prise en fonction de la température pour un ciment à la pouzzolane. (Ezziane et al., 2010)

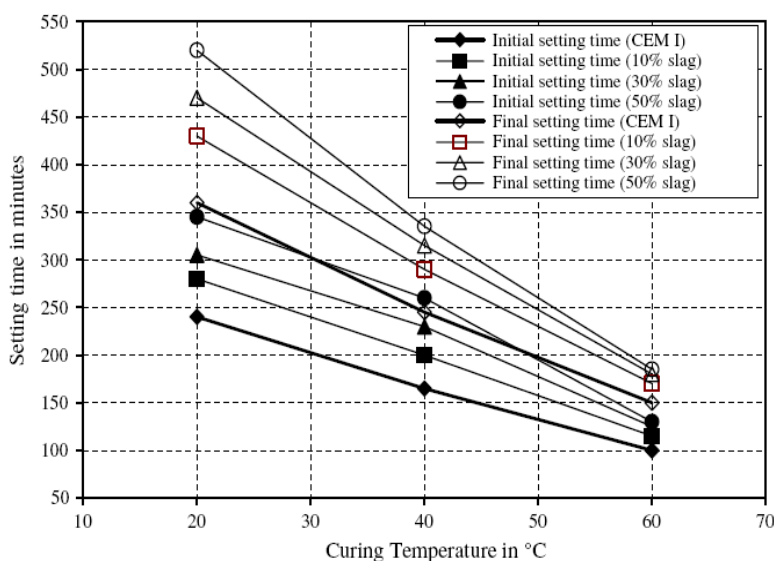


Figure.2.9 : Variation du temps début et fin de prise en fonction de la température pour un ciment au laitier. (Ezziane et al., 2010)

2.3 Effet de la température sur les propriétés du béton à long terme

2.3.1. Résistance mécanique

Lorsque la température augmente, le béton subit des transformations physico-chimiques et la modification de sa microstructure influence donc ses propriétés mécaniques. La température de cure a un rôle majeur sur le développement des propriétés mécaniques des ciments. La figure 2.10 montre qu'après trois jours d'hydratation, la résistance du béton à 20°C rattrape celle des bétons à 40 et 60°C. Après 28 jours, elle les dépasse, alors que le développement de la résistance d'un béton à 60 °C est de 25% inférieur (Gallucci et al., 2013).

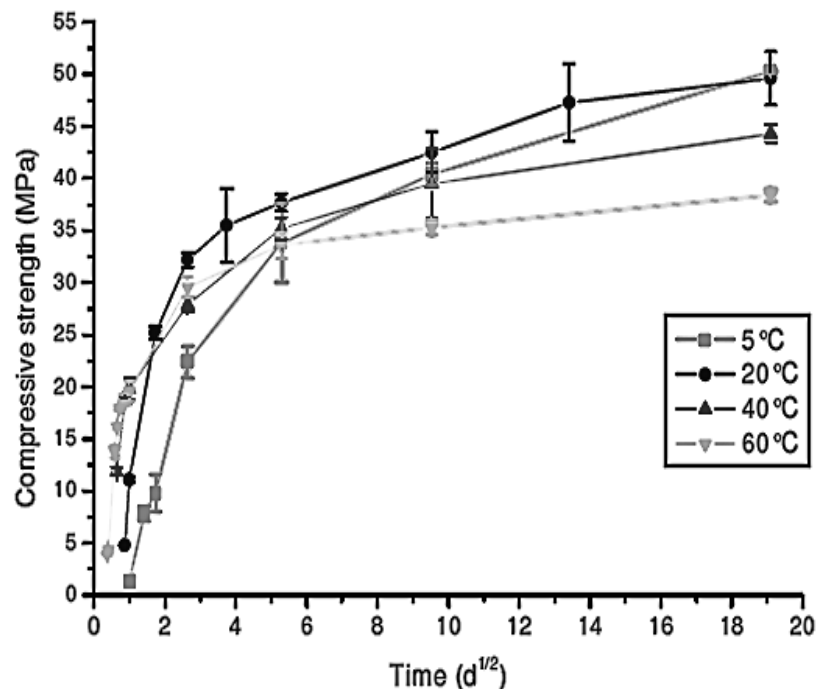


Figure.2.10 : Développement de résistance des bétons en fonction de la température (Gallucci et al. 2013).

L'élévation de la température pour un ciment portland, se caractérise par une accélération de son hydratation au jeune âge qui engendre des résistances élevées qui se stabilisent rapidement. A long terme, des valeurs des résistances sont inférieures à celles d'un ciment durci sous une température ambiante de 20°C. Les résultats sont illustrés sur la figure 2.11 (Boubekeur et Ezziane, 2013).

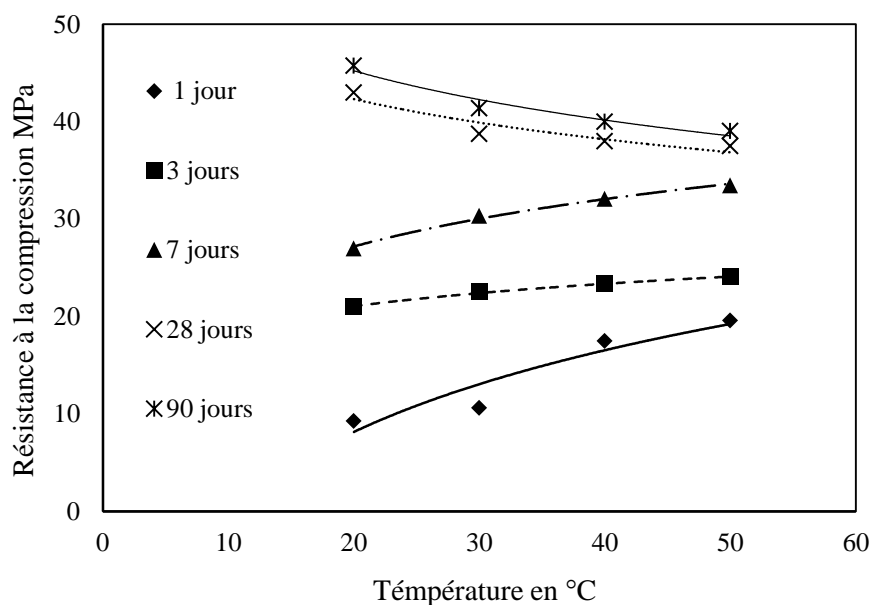


Figure 2.11 : Evolution de la résistance à la compression du ciment portland en fonction de la température (Boubekeur et Ezziane, 2013).

Les figures 2.12 et 2.13 présentent les résultats obtenus d'un ciment ordinaire et un autre aux cendres volantes conservés sous différentes température de cure. Les résistances mécaniques des ciments aux cendres volantes sont élevées aux jeunes âges et gardent toujours un accroissement à long terme malgré l'élévation de la température alors que le ciment ordinaire présente des écarts considérables de résistances au jeune âge et à long terme (Kim et al., 2002). Le développement maximal de résistance dû à la réaction pouzzolanique des cendres volantes a été observé pour une température optimale de 40°C (Monzo et Barachero, 1995). D'autres chercheurs ont conclu que 30°C est la température optimale pour le développement des résistances d'un ciment au laitier (Escalante- Garcia et Sharp, 2001).

L'incorporation de la pouzzolane naturelle dans le ciment portland diminue l'effet néfaste de l'élévation de la température où les résistances mécaniques à long terme garde leurs accroissement et dépassent celles des ciments sans ajouts (Ezziane et al., 2007).

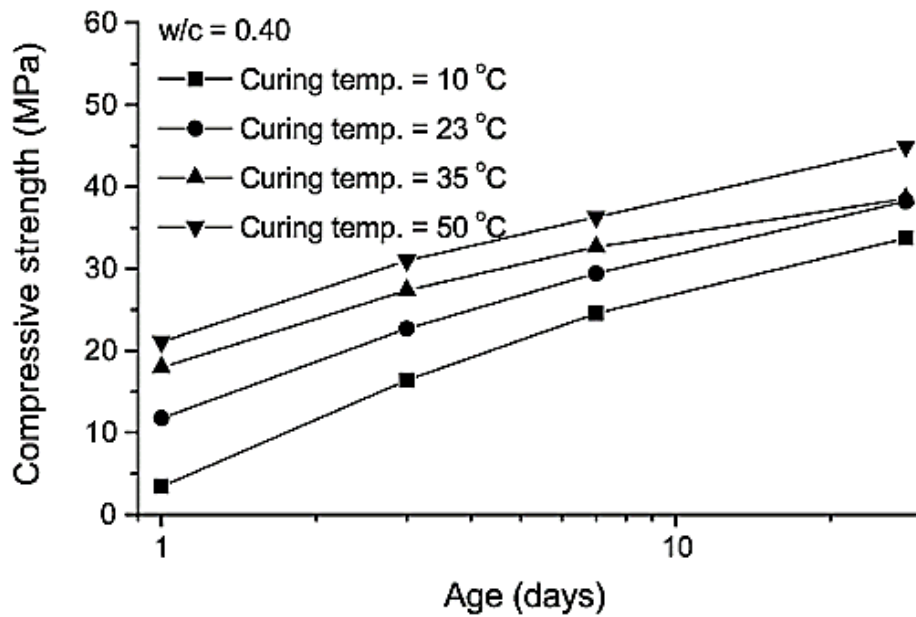


Figure 2.12 : Développement de résistance des bétons pour le ciment sans ajouts (Jin-Keun Kim et al., 2002).

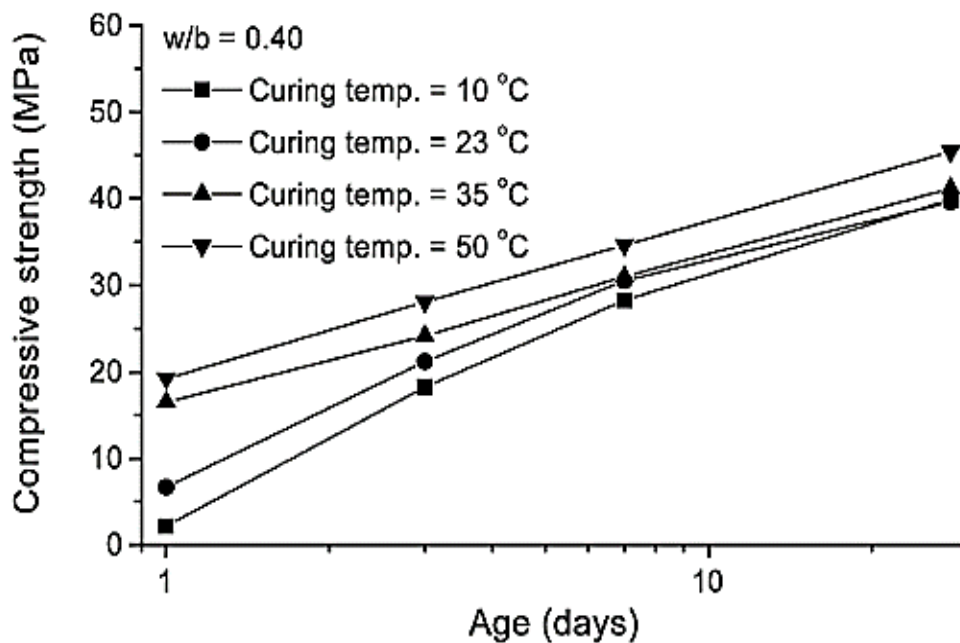


Figure 2.13 : Développement de résistance des bétons pour le ciment contenant des cendres volantes (Jin-Keun Kim et al. 2002).

2.3.2. Retrait

La température accélère l'hydratation du ciment et à la fois le retrait endogène qui s'ensuit. Ce retrait est sensible à l'historique thermique que subit l'élément de béton au cours de son durcissement. Lura et al. (2001) ont étudié l'effet de la température de cure sur le retrait endogène de bétons à hautes performances. Les figures 2.14 et 2.15 montrent l'évolution du retrait endogène pour des bétons réalisés avec du ciment portland (CEM I) et du ciment aux laitiers (CEM III). Ils constatent que la température de cure a un effet important sur le développement du retrait. Pour le ciment Portland, le retrait est équivalent pour une température de 10 et 40°C après 6 jours, mais il reste inférieur à celui mesuré à 30°C. Il en est de même pour le ciment aux laitiers dont les retraits à 10, 20 et 40°C sont similaires à 6 jours mais restent inférieurs à celui mesuré à 30°C. Dans chacun des cas, le retrait se développe, au jeune âge, plus rapidement lorsque la température augmente.

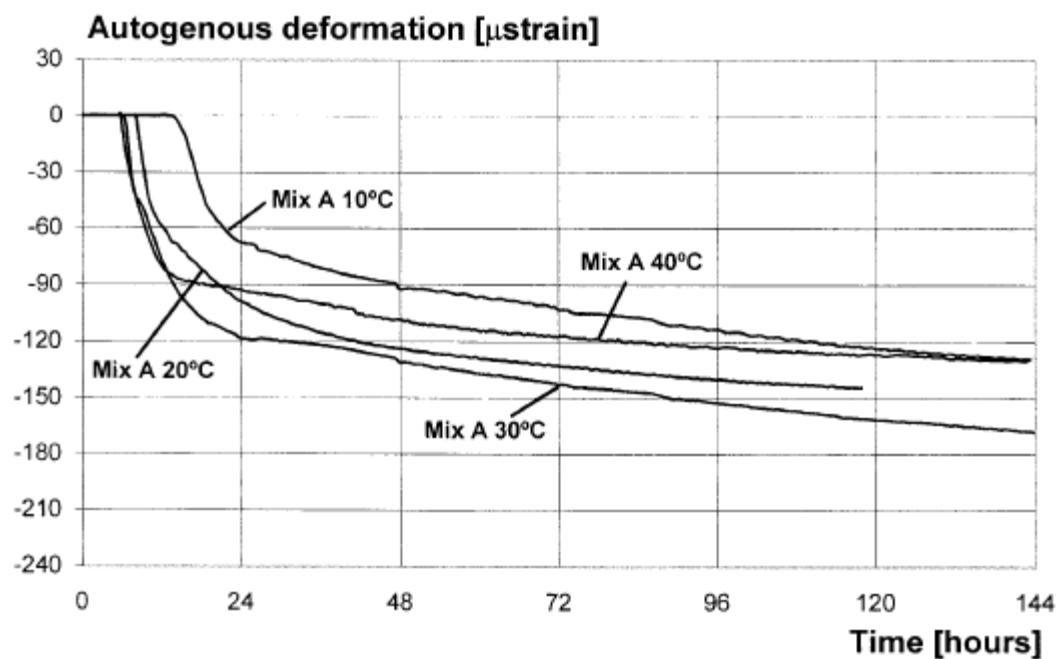


Figure 2.14 : Influence de la température sur l'évolution du retrait endogène pour le CEM I (Lura et al., 2001)

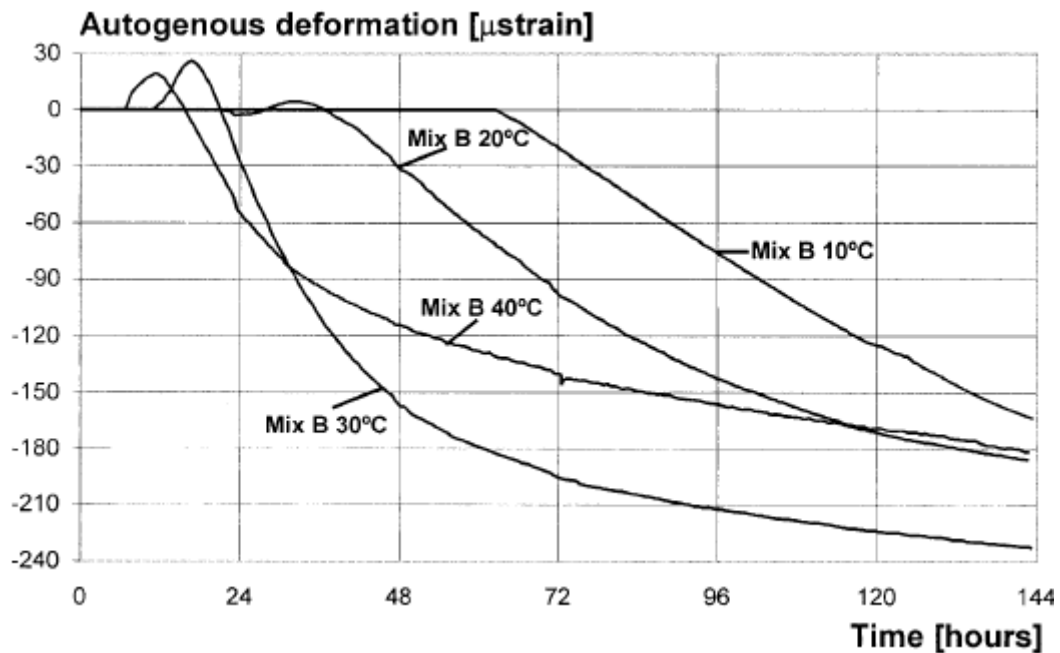


Figure 2.15 : Influence de la température sur l'évolution du retrait endogène pour le CEM III (Lura et al., 2001)

D'autres chercheurs (Jensen et Hansen, 1999 ; Loukili et al., 2000) mettent en évidence que le retrait endogène augmente avec la température où le retrait atteint une valeur de 1000 $\mu\text{m/m}$ à 24 heures pour une température isotherme de 20°C. Ce retrait sera 1,8 fois plus important pour un historique de température réaliste avec un pic à 46°C et 2.8 fois pour un pic de 65°C (Loukili et al., 2000). Pour des températures isothermes de 15, 20, 30 et 40°C, il a été constaté une augmentation significative du retrait endogène avec l'élévation de température (Jensen et Hansen, 1999). Il a été signalé que le retrait augmente jusqu'à une certaine limite de température où le retrait enregistré à 50°C est plus faible que celui mesuré à 40°C (Mounanga et al., 2006).

Sous une température de cure élevée, les évolutions structurales et physico-chimiques des hydrates sont différentes de celles obtenues à plus faible température. Généralement la chaleur d'hydratation contribue largement au développement du retrait où le rapport de la chaleur d'hydratation sur le retrait augmente linéairement avec l'élévation de la température et varie légèrement avec la composition du ciment de l'ordre de 58J/ml/°C (Xueyu et al., 2013).

Le Tableau 2.2 donne l'amplitude du retrait endogène à une échéance de 100 jours à 20°C, 50°C et 80°C. Ces résultats sont obtenus sur des matériaux cimentaires ayant subi une cure de 6 mois dans l'eau pour limiter les interactions avec l'hydratation. Les rapports E/L des bétons CEM I et CEM V sont respectivement 0,43 et 0,39. Le rapport des retraits du CEM I

est de l'ordre de 3,4 entre les températures de 20°C et 50°C et 5,3 entre 20°C et 80°C. L'augmentation du retrait avec la température est plus marquée dans les cas de béton à base d'un ciment composé CEM V qui ont une porosité plus importante mais aussi plus fine que les CEM I. (Brue, 2009).

Tableau 2.2 : Amplitude de retrait endogène maximal [$\mu\text{m}/\text{m}$] des bétons en fonction de la température (Brue, 2009).

Température	CEMI	CEMV
20°C	21	41
50°C	71	27
80°C	112	133

2.3.3. Fluage

Le fluage propre est influencé par l'élévation de la température où l'augmentation de la température entraîne une rupture plus rapide des hydrates mais accélère en même temps la rigidification du matériau, c'est-à-dire sa capacité à résister au chargement appliqué (Bazant et al., 2004).

L'effet de la température sur la déformation du fluage est lié à deux mécanismes, la température accélère d'une part, les ruptures entre les hydrates et d'autre part, le processus chimique de l'hydratation qui produit le vieillissement du matériau. Il est préférable alors de mettre au point un modèle qui prend en compte ces deux phénomènes en suivant l'évolution de l'humidité dans les pores. En effet, l'humidité relative va être influencée par la température et l'hydratation (Bazant, 1988 ; Bazant et al., 2004). Donc, l'évolution de l'hydratation et du fluage va être retardée lorsque l'humidité dans les pores va diminuer. Le mécanisme du fluage propre du béton sous une température élevée est dû principalement à la déformation, à la diffusion du gel de C-S-H ainsi qu'à la diffusion de l'eau adsorbée (Nasser et Neville, 1965).

Le taux de fluage augmente avec la température jusqu'à environ 70°C. À cette température, pour un béton de proportion 1:7 et un rapport eau /ciment de 0,60, le taux de fluage est environ 3,5 fois plus élevé qu'à 21°C. Entre 70°C et 96°C, ce taux chute à 1,7 fois celui à 21°C, comme le montre les résultats illustrés sur la figure 2.16 (Nasser et Neville, 1965).

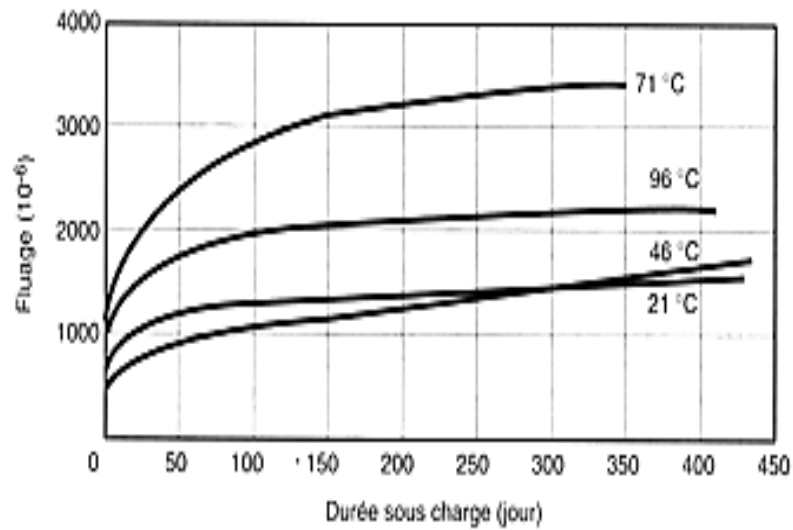


Figure 2.16 : Relations entre le fluage et la durée du chargement pour des bétons conservés à différentes températures (rapport contrainte/résistance de 0,70) (Neuville, 2000)

Concernant la déformation thermique transitoire, appelée aussi fluage thermique transitoire (FTT), il est défini comme la propriété du béton et de la pâte de ciment à se déformer de façon importante sous sollicitations thermiques et mécaniques appliquées simultanément (Illston et Sanders, 1973 ; Khoury et al., 1985). Plusieurs chercheurs (Sabeur et Meftah, 2006) montrent que le fluage thermique transitoire n'est autre que du fluage de dessiccation pour une température allant jusqu'à 105°C. Au-delà, ces auteurs ont observé par l'Analyse Thermogravimétrique que le fluage transitoire évolue simultanément avec la déshydratation des hydrates comme le montre la figure 2.17. Les différents résultats fournis par ces auteurs montrent que le fluage augmente avec la température.

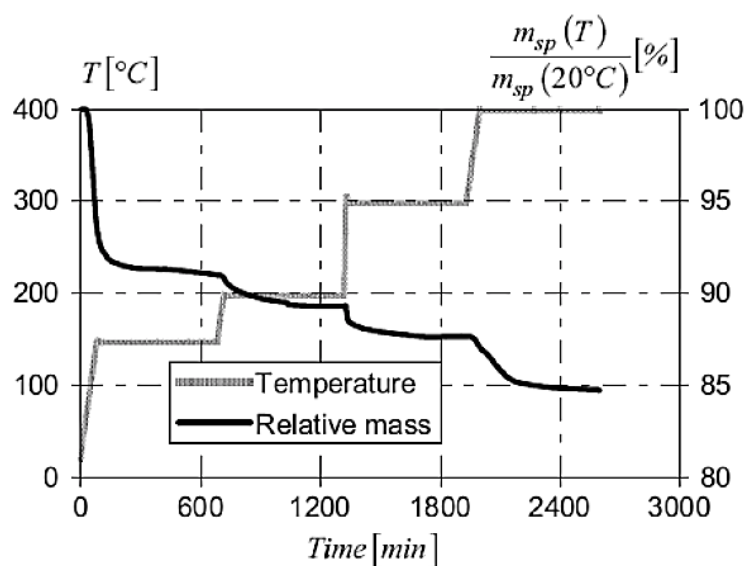


Figure 2.17 : Evolution de la perte de masse relative en fonction du temps et de la température donnée par ATG (Sabeur et Meftah, 2006).

2.4. Principe de maturité

La maturité est un concept qui traite le degré d'avancement d'une réaction chimique atteint par une substance minérale au cours de son hydratation. Généralement, il a été prouvé que l'avancement de la réaction d'hydratation et l'évolution des propriétés de la pâte de ciment sont liés à la température de cure ainsi qu'à l'âge acquis depuis le premier contact avec de l'eau. La combinaison de ces deux paramètres a conduit certains chercheurs (Saul, 1951 ; Freiesleben et Pedersen, 1977) à définir un paramètre unique appelé maturité et qui intègre à la fois la température et l'âge des éprouvette.

2.4.1. Définition et mécanisme

Le fait que la résistance du béton augmente avec l'hydratation du ciment et que le taux d'évolution d'hydratation dépend fortement de l'historique de température auquel est soumis le matériau du ciment, il laisse à penser que la résistance du béton peut être exprimée à l'aide d'une fonction combinant le paramètre temps avec celui de la température.

La maturité du béton est communément admise comme étant le paramètre primordial pouvant exprimer le développement des propriétés du matériau. En 1889, Arrhenius a introduit le terme d'énergie pour désigner l'énergie minimale nécessaire pour qu'une réaction chimique donnée puisse démarrer. L'équation d'Arrhenius exprime la relation existant entre la température, l'énergie d'activation et la vitesse à laquelle se produit la réaction chimique considérée. Freiesleb et Pedersen (1977) ont proposé d'utiliser cette équation pour quantifier l'influence de la température sur l'évolution des propriétés mécaniques des bétons. Aujourd'hui, cette formulation est largement appliquée pour modéliser les effets thermiques sur l'accélération des propriétés des matrices cimentaires aux jeunes et aux très jeunes âges.

2.4.2. Analyse théorique du principe de la maturité

La prise en compte du double effet de la température et du temps sur la cinétique d'hydratation fait appel au principe de maturité et de temps équivalent (Carino et Lew, 2001). Le concept de maturité est déterminé par Saul (Saul, 1951) comme suit : deux bétons de même composition et à maturité égale présenteront la même résistance, quel que soit l'historique de température qu'ils auront subi pour atteindre cette maturité (Carino et Lew, 2001). Juste après, la formule d'âge équivalent a été ajoutée pour déterminer la période dans laquelle le matériau doit être gardé à une température constante souvent 20 °C, pour aboutir à la même maturité que sous n'importe quel historique de traitement thermique.

Considérant un historique de température constant, la maturité $M(t, T)$ à la température absolue T et à l'instant t , peut s'écrire comme :

$$M(t, T) = K(T) \times t = K(T_{ref}) \times t_{eq}(T_{ref}) \quad (2.2)$$

Où $K(T)$ est un terme (en 1/s) proportionnel à la vitesse d'évolution du matériau à un degré d'hydratation donné pour une température absolue T et à un instant t . t_{eq} est l'âge équivalent du matériau correspondant à la même maturité sous une température de référence T_{ref} . Dans le cas des matrices cimentaires, le terme $K(T)$ est généralement exprimé à partir de la loi d'Arrhenius :

$$K(T) = A \times \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (2.3)$$

Où A est une constante de proportionnalité (1/s), R la constante des gaz parfaits (8.314 J/mol.K) et E_a l'énergie d'activation apparente (J/mol).

En combinant les équations (2.2) et (2.3), on aboutit à une expression de l'âge équivalent d'un matériau durci sous une température de cure T_{ref} et ayant la même maturité qu'un matériau durci sous une température T .

$$t = \exp\left(\frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}}\right)\right) \times t_{eq}(T_{ref}) \quad (2.4)$$

Avec :

t : l'âge à la température T (°K)

t_{eq} : l'âge équivalent à la température de référence T_{ref} (°K)

E_A : l'énergie d'activation apparente (J/mol)

Pour la nouvelle génération du béton contenant des additions minérales en parallèle à l'hydratation du ciment, les additions s'hydratent et participent à l'évolution des résistances et du retrait chimique. Les réactions pouzzolaniques ont couramment une énergie d'activation distincte de l'hydratation du ciment. Cela montre que l'évolution des caractéristiques du béton est éventuellement examinée par de multiples énergies d'activation. L'énergie d'activation de la réaction pouzzolanique de la fumée de silice est environ de 80 kJ/mol alors que celle du ciment normal est de 33,5 kJ/mol (Jensen et Hansen, 1999).

2.4.3. Application du principe de maturité sur les propriétés du béton

2.4.3.1. Temps de prise

L'approche de la maturité permet de prédire l'évolution de l'hydratation du ciment en fonction de l'âge et de la température de cure. Plusieurs chercheurs (Ezziane et al., 2010, Arnaud, 2008) ont essayé de relier la maturité avec le temps de prise d'un ciment. On procède en première étape à la détermination de l'énergie d'activation de la réaction d'hydratation au très jeune âge ensuite on considère qu'un degré d'avancement de l'hydratation $\Delta\alpha$ s'est produit entre le début et la fin de prise, d'où l'équation reliant la maturité avec le temps de prise s'écrit comme suit :

$$\ln\left(\frac{1}{t_i(T)}\right) = \ln\left(\frac{A}{\Delta\alpha}\right) - \frac{E_a}{R} \frac{1}{T} \quad (2.5)$$

Dans cette équation, $t_i(T)$ représente le temps de début ou de fin de prise et $\Delta\alpha$ le degré d'hydratation atteint entre le début et la fin de prise (Ezziane et al., 2010).

L'utilisation l'équation 2.5 relie le logarithme de l'inverse du temps de prise à l'inverse de la température et permet de prédire le temps de prise par le principe de la maturité. Avec le principe de maturité, il est possible de déterminer le temps de prise des compositions étudiées dans la plage de températures considérées. Les résultats calculés du temps de prise sont légèrement plus faibles que ceux mesurés comme le montre la figure 2.18. L'utilisation du modèle a engendré de bonnes corrélations avec les résultats expérimentaux. La pente de la droite est en effet égale à 0,92. Notons que le temps de prise à une température de 15°C fait diminuer la pente de la droite de régression (Arnaud, 2008).

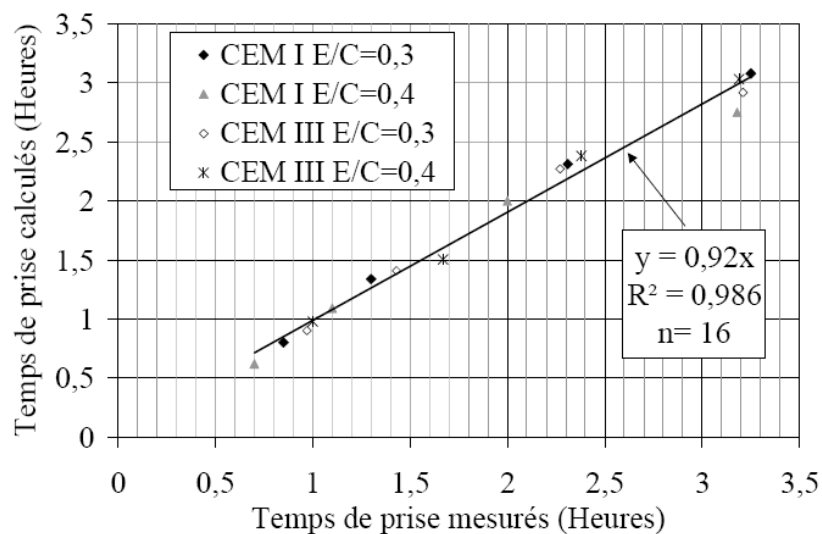


Figure 2.18 : Temps de prise mesurés en fonction des temps de prise calculés pour les 4 compositions. (Arnaud, 2008).

2.4.3.2. Chaleur d'hydratation

La résistance du béton augmente avec l'hydratation et elle-même augmente avec la température. Peu de travaux (Kada-Benameur et al., 2000 ; De Schutter, 2004) ont été réalisés sur l'application du principe de la maturité sur la chaleur d'hydratation afin d'évaluer les propriétés de la pâte de ciment. La maturité d'un béton définit son état à un temps donné de son mûrissement (Kada-Benameur et al., 2000). La maturité prend en compte l'effet couplé de la température et du temps d'hydratation du béton. Ainsi, pour une maturité donnée, deux bétons ont des caractéristiques identiques, quel que soit les conditions de leurs conservations. Ce concept est très important dans le monde du génie civil car il permet de retracer l'évolution des réactions d'hydratation et donc la résistance du matériau. La maturité peut donc s'exprimer de la manière suivante :

$$M[t, H(T)] = \int_0^t T(\tau) d\tau \quad (2.8)$$

Avec :

- H(T) : Histoire de température
- M[t,H(T)] : Maturité au temps t pour une histoire de température donnée
- T(τ) : Température absolue au temps τ

A partir de la chaleur d'hydratation dégagée, De Schutter (2004) exprime la maturité atteinte par la pâte de ciment comme une fonction du degré d'hydratation et de la quantité de ciment :

$$M = \frac{Q(t)}{Q_{max}} \cdot C \cdot A = \alpha(t) \cdot C \cdot A \quad (2.9)$$

Avec :

- Q(t) : la chaleur total développée au temps t
- Q_{max} : la chaleur maximale
- A : coefficient de proportionnalité
- C : la quantité de ciment.

La loi expérimentale d'Arrhenius semblait être la plus appropriée pour déterminer la constante cinétique dans le cas du matériau béton, elle décrit la vitesse d'avancement de la réaction d'hydratation en fonction de la température de cure, son expression est donnée par

l'Equation 2.3. L'énergie d'activation est dépendante de plusieurs facteurs, dont le ciment utilisé et doit être mesurée systématiquement.

2.4.3.3. Résistance mécanique

Aujourd'hui, le principe de maturité est largement appliqué pour prédire la résistance mécanique d'un béton en connaissant seulement l'histoire de la variation de sa température de cure. La méthode de la maturité pourrait être appliquée aux bétons durcis sous des températures de séchage normales, avec une température de référence égale à -10°C (Bergstrom, 1951).

La résistance à la compression du béton aux jeunes âges peut être estimée par le principe de la maturité de l'équation 2.10. Dans cette équation, f_c représente la résistance calculée, f_{28} est la résistance à la compression à 28 jours, m est égale à la maturité / 10 000, et γ est une constante de l'équation pour l'estimation de la résistance avec la maturité à l'âge de 1 jours (Oluokun et al., 1990).

$$f_c = f_{28} + (1 - e^{-\gamma m}) \quad (2.10)$$

Avec :

$$m = M / 10000 = \sum_0^t (T - T_0) \Delta t / 10000$$

En outre, les températures aux jeunes âges influencent également la relation résistance maturité elle-même, y compris sa forme. Plus spécifiquement, une température élevée au jeune âge entraîne une diminution de la résistance mécanique pour une maturité donnée, alors que cette perte de résistance est inexistante, si cette élévation de température est retardée. Le béton durci à des températures de l'ordre de 60 à 80 °C présente une résistance à long terme d'environ 70% de celle du béton durci à 20°C. La résistance à long terme est rapidement atteinte lorsque le béton est conservé sous une température plus élevée (Gauthier et Regourd, 1982).

La relation logarithmique entre la résistance mécanique et l'indice de maturité présentée sur la figure 2.19 n'est valable que jusqu'à un certain seuil de maturité. La même

figure montre également que cette relation dépend, non seulement du rapport eau/ciment, mais aussi du type de ciment utilisé (Ilker et Mehmet, 2005).

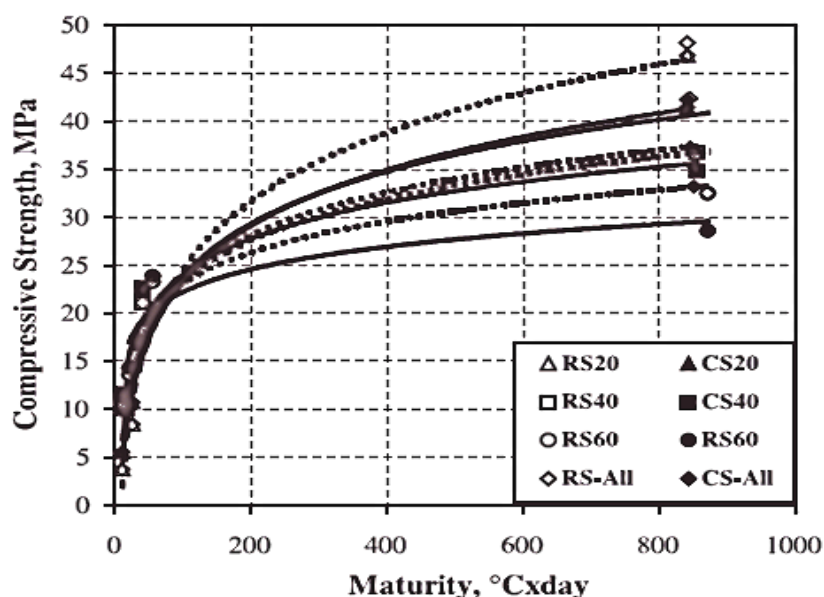


Figure 2.19 : Résistance à la compression en fonction de la maturité (Ilker et Mehmet, 2005).

De même, d'autres résultats présentés sur les figures 2.20 montrent une nette dispersion des points résistance-maturité déterminés par le modèle classique de Saul lorsque la maturité dépasse 350 °C x Jours. Ceci rend la relation entre la résistance et l'indice de maturité limitée uniquement au jeune âge et pour des températures modérées (Boubekeur et al., 2014).

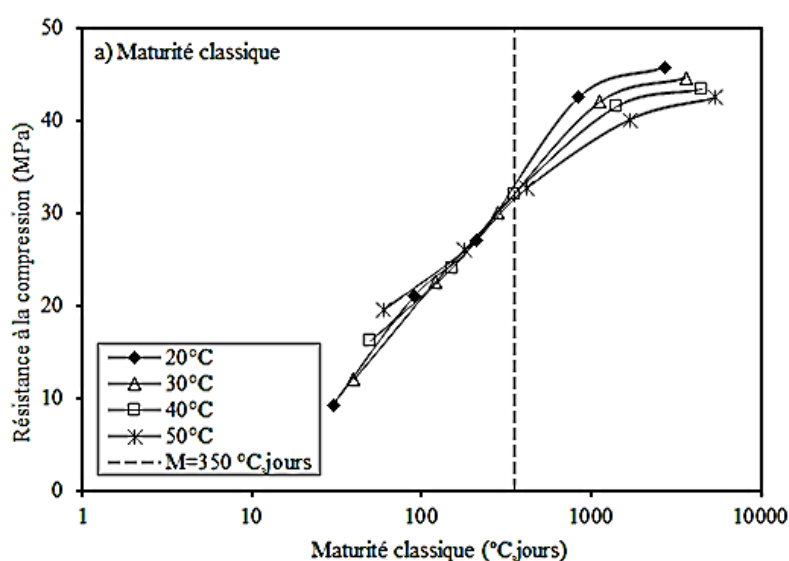


Figure 2.20 : Résistance à la compression en fonction de la maturité pour le ciment portland. (Boubekeur et al., 2014)

Le fait que la relation originale résistance-maturité soit d'application limitée a conduit plusieurs chercheurs à développer de nouvelles fonctions de maturité améliorées. Une de ces fonctions consiste à convertir une durée de cure à une température donnée en une durée équivalente pour la température de référence, qui est généralement de 20°C. Ce concept porte le nom d'âge équivalent, qui est l'âge à la température de référence auquel est atteint le même pourcentage de la résistance maximale qui serait obtenue à une autre température (Carino et Tank, 1992).

Dans une étude faite par Yahia et Abdel-Jawad (Yahia et Abdel-Jawad, 2006) sur la prévision des résistances mécaniques des bétons par la méthode de maturité, ils ont trouvé un nouveau modèle de l'équation (2.11) pour des températures allant de 5 à 50 °C et un rapport E/C égal à 0.43 et 0.50. La comparaison entre les résultats de résistances mécaniques obtenues par le nouveau modèle proposé ainsi que les résistances trouvées par le modèle classique de Saul (Saul, 1951) sont illustrés sur la figure 2.21.

$$f_c(t, T_a) = f_c(t_e, T_s) \left[1 - 0.14 \left(\frac{T_a - T_s}{T_s} \right) (1 - e^{-0.1t_e}) \right] \quad (2.11)$$

2.4.3.4. Retrait endogène

Plusieurs études ont été réalisées sur l'application du principe de maturité à l'évolution du retrait endogène des pâtes de ciment (Jensen et Hansen, 1999 ; Mounanga et al. 2006, Viviani et al., 2007 ; Turcry et al., 2002). L'application du principe de maturité sur le retrait endogène pour une pâte de ciment contenant 20% de fumée de silice avec un rapport E/C de 0,3 sur une période de 28 jours, montre qu'une seule énergie d'activation n'est pas suffisante pour décrire correctement l'influence de la température sur le retrait endogène. La cause serait la difficulté de séparer la part de la déformation du ciment et celle de la fumée de silice (Jensen et Hansen, 1999). Par contre, Turcry et al. (2002) ont montré que le principe de maturité s'appliquait sur le retrait volumique d'une pâte de ciment E/C = 0,25, soumise à quatre températures de cure isotherme différentes durant 48 heures. La figure 2.22, montre l'évolution de ces déformations en fonction de l'âge équivalent.

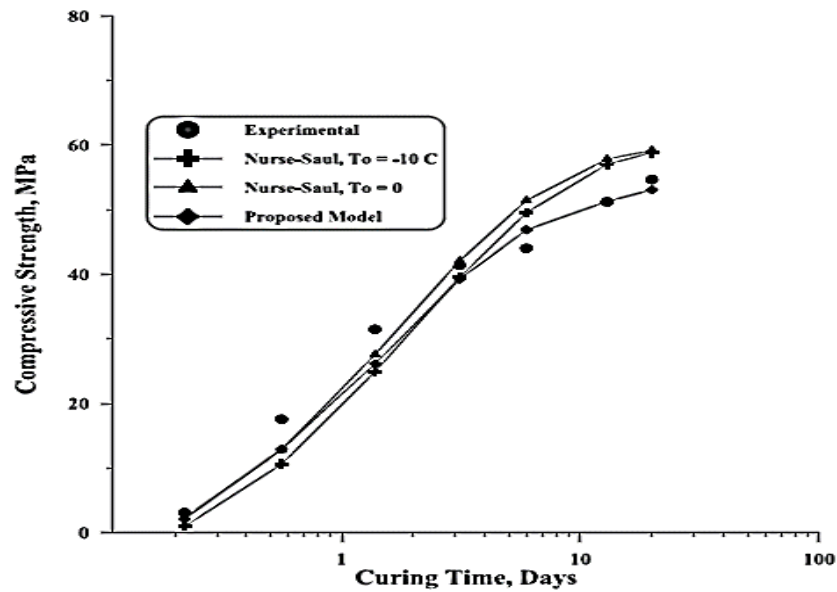


Figure 2.21 : Comparaison entre les résultats expérimentaux et le nouveau modèle proposé pour $T=50$ et E/C égale 0.43 (Yahia et Abdel-Jawad, 2006).

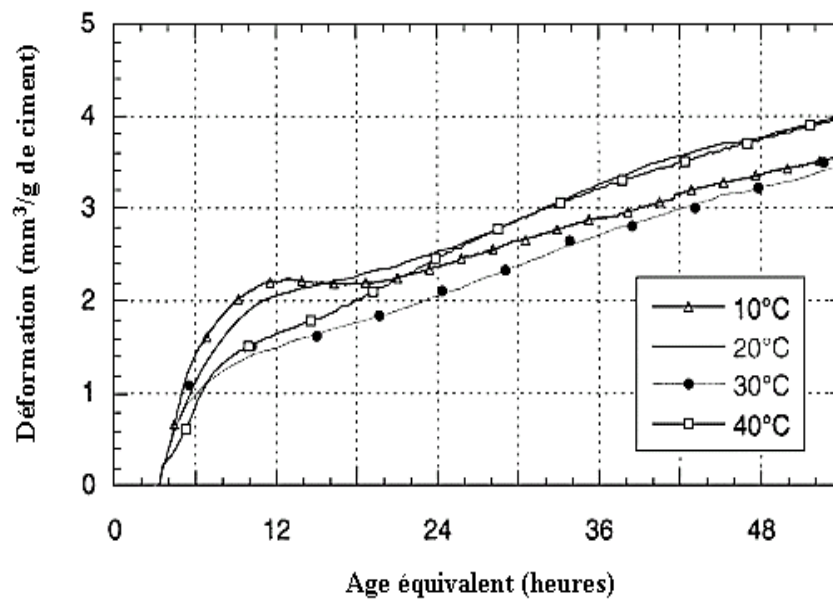


Figure 2.22 : Application du principe de maturité sur le retrait volumique endogène (Turcry et al., 2002)

.Mounanga et al. (2006) ont étudié l'influence de la température de 10, 20, 30, 40 et 50°C, sur l'évolution du retrait endogène volumique de pâte de ciment. Pour cela, ils ont utilisé le principe de maturité avec une valeur d'énergie d'activation calculée à partir des résultats de retrait illustrés sur la figure 2.23. Cette valeur est obtenue en traçant le logarithme de la variation de retrait volumique (ΔV) sur un temps ΔT en fonction de l'inverse de la

température. En traçant la déformation volumique en fonction du temps équivalent, Mounanga et al. (2006) ont obtenu une superposition des courbes à part celle de 40°C pour lequel ils enregistraient une déformation plus élevée. Les auteurs attribuent cette différence au changement de la microstructure en cours d'hydratation.

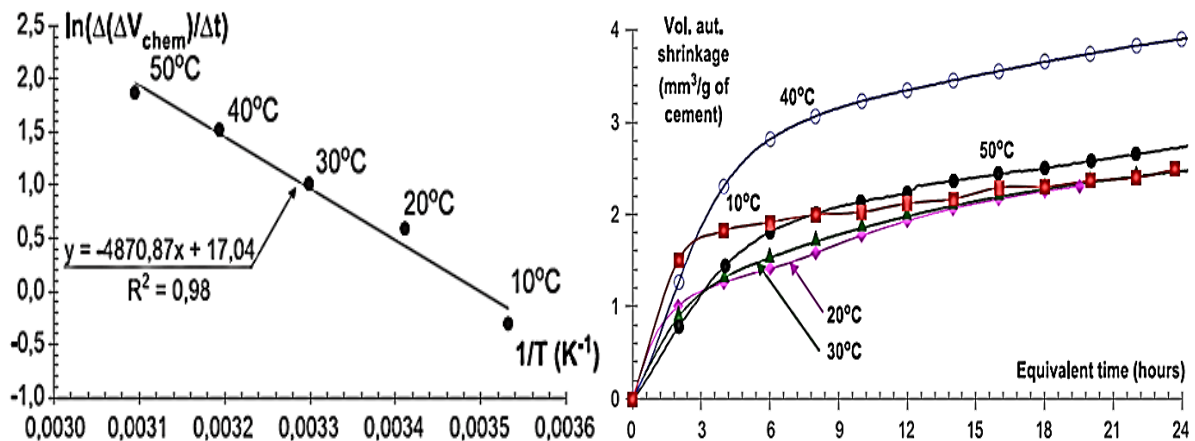


Figure 2.23 : Application du principe de maturité sur le retrait volumique endogène (Mounanga et al., 2006).

2.4.3.5. Fluage

Peu de travaux présentés dans la littérature traitent l'effet de la maturité sur la déformation de fluage propre. Généralement, le fluage propre est influencée par l'élévation de la température, cette dernière entraîne une rupture plus rapide des hydrates mais accélère en même temps la rigidification du matériau, c'est-à-dire sa capacité à résister au chargement appliqué (Bazant et al., 2004).

Le concept de maturité a été appliqué sur le fluage propre où la figure 2.24 montre les résultats types obtenus pour des températures de conservation de 20 et 40°C (Atrushi, 2003). Ce principe peut être appliqué sur le fluage propre à 3 jours de maturité. La modélisation de l'effet de la température à partir du principe de maturité peut être utilisée pour caractériser le développement du fluage en traction. L'énergie d'activation obtenue est de 24,4 kJ/mol avec des températures de cure isotherme de 20, 34, 40 et 57 °C. L'énergie d'activation utilisée est obtenue à partir des propriétés mécaniques des bétons au jeune âge.

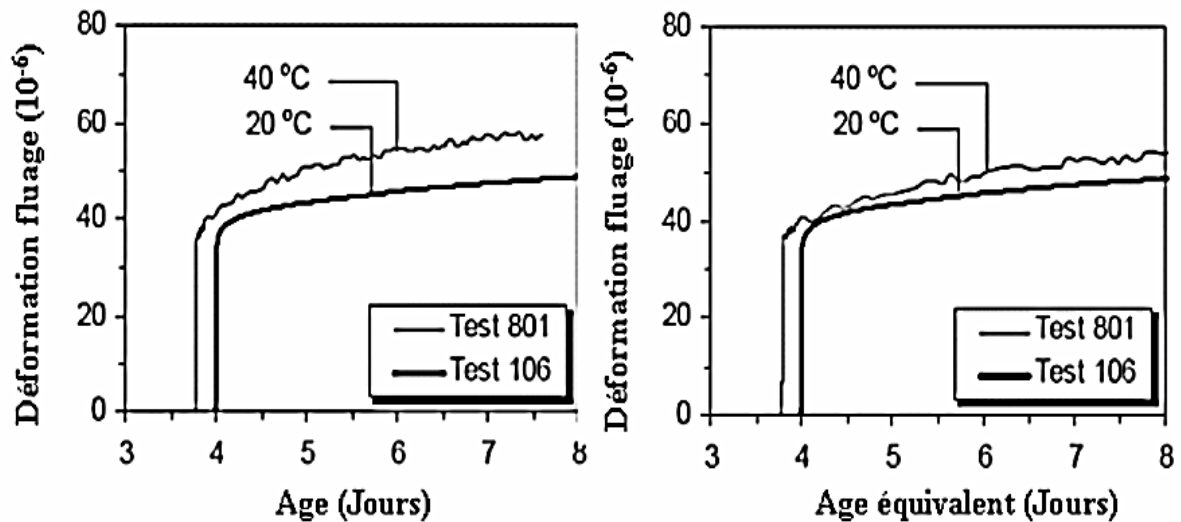


Figure 2.24 : Application du principe de maturité sur le fluage propre en traction (Atrushi, 2003).

2.5. Conclusion

Ce chapitre a été consacré à l'étude de l'influence de la variation de la température de cure sur les propriétés des ciments. Nous avons détaillé les différentes propriétés des ciments ainsi que les principaux paramètres lui influant. Au terme de cette analyse, on peut retenir les principaux points :

- ✓ Lorsque le béton est soumis à une température élevée, il subit diverses transformations physico-chimiques conduisant à la modification de la microstructure et de ses propriétés mécaniques.
- ✓ L'élévation de la température a un effet positif au jeune âge et un autre négatif à long terme sur les résistances mécaniques. La température accélère à la fois le retrait endogène et le fluage propre.
- ✓ Le principe de maturité peut contribuer à la prévision des résistances à court terme, par contre à long terme il reste limité.
- ✓ L'application du concept de maturité traditionnel pour la prédiction des déformations endogènes donne des résultats mitigés : dans le meilleur des cas, il n'est pertinent que sur un intervalle de température restreint à quelques dizaines de degrés, voire généralement moins.

Chapitre 03 :

Etude expérimentale
Et
Méthodes d'essais

3.1. Introduction

L'étude expérimentale a été réalisée au niveau du laboratoire de géo matériaux à l'université de Chlef et au laboratoire de mécanique et génie civil (L2MGC) à l'université de Cergy-Pontoise en France. L'étude a été entreprise sur un ciment ordinaire où on a substitué le ciment par 10% de calcaire, 20% de pouzzolane et 30% du laitier. Des mortiers normalisés ont été confectionnés avec ces différents ciments et durcis sous différentes températures de cure. Un suivi de la résistance à la compression et à la traction par flexion a été effectué pour les différentes éprouvettes selon chaque historique de température. La deuxième partie de l'étude expérimentale est basée sur le suivi de l'évolution de la chaleur d'hydratation dégagée par les mêmes compositions et sous différentes températures de cure.

L'objectif de ce travail vise à comprendre mieux l'effet des ajouts minéraux sur le comportement mécanique et la cinétique d'hydratation des ciments ainsi que l'effet de la température de cure constante et variable. Les résultats obtenus permettront alors : d'une part de mieux comprendre l'effet de la variation de la température et le comportement d'hydratation des ciments composés et d'autre part de vérifier l'application de l'approche de la maturité sur le développement des résistances mécaniques des ciments à long terme.

3.2. Description des matériaux utilisés

Les additions minérales utilisées en cimenterie sont différentes par leurs natures minéralogiques, chimiques et morphologiques. Pour analyser leurs contributions sur l'hydratation ainsi que le comportement mécanique des mortiers en climat chaud, on a utilisé trois additions ; le calcaire, la pouzzolane naturelle et le laitier granulé de haut fourneau. Ces additions sont courantes en Algérie, de faible coût, et déjà utilisées comme ajouts au ciment composé CEM II dans différentes cimenteries du pays. Pour pouvoir les substituer au ciment, on a d'abord procédé à leur étuvage à une température de 105 °C afin d'éliminer toute éventuelle humidité et faciliter leur broyage pour atteindre une finesse voisine à celle du ciment.

3.2.1. Ciment

Le ciment utilisé est un ciment ordinaire qui provient de la cimenterie d'Oued Sly (Chlef), contenant une faible quantité de gypse pour régulariser sa prise. Ce ciment a une finesse de 2950 cm²/g et une masse volumique absolue de 3160 kg/m³. La composition chimique et minéralogique du ciment sont portées sur le tableau 3.1 et 3.2. On remarque

d'après le tableau 3.2 que la composition minéralogique du clinker est pratiquement dans les normes.

Tableau 3.1 : Caractéristiques physico-chimiques des matériaux utilisés.

	CEM I	Calcaire	Pouzzolane	Laitier
SiO₂	20.58	0.55	46.4	42.20
Al₂O₃	4.90	0.40	17.5	5.85
Fe₂O₃	4.70	0.17	10.5	1.90
CaO	62.8	53.47	10.5	42.20
MgO	0.53	1.02	3.8	4.72
SO₃	2.28	1.50	0.4	1.54
Insoluble	0.42	/	/	/
Chaux libre	2.17	/	/	/
Na₂O	/	0.02	3.4	0.12
K₂O	/	0.05	1.5	0.43
PAF	1.00	43.13	4.31	0.80
SSB cm²/g	2950	3200	3100	3150
Taux de verre	/	/	>15%	80%

Tableau 3.2 : Composition minéralogique du clinker

Constituants	Notation cimentaire	Formule brute	% massique de différentes phases dans le clinker	Norme
Silicate tricalcique (alite)	C ₃ S	Ca ₃ SiO ₅	60,93	50-75
Silicate bicalcique (bélite)	C ₂ S	Ca ₂ SiO ₄	17,04	7-30
Aluminate tricalcique	C ₃ A	Ca ₃ Al ₂ O ₆	8,54	0-18
Aluminoferrite tétracalcique	C ₄ AF	Ca ₄ Al ₂ O ₁₀ Fe ₂	10,93	0-20

3.2.2. Calcaire

Le calcaire utilisé dans les essais est celui employé comme matière première dans la fabrication du ciment de Chlef (carrière d'Ouled Ben Abdelkader) ; il est broyé à une finesse d'environ $3200 \text{ cm}^2/\text{g}$. L'analyse chimique du calcaire est donnée dans le tableau 3.1 et l'analyse par DRX par la figure 3.1.

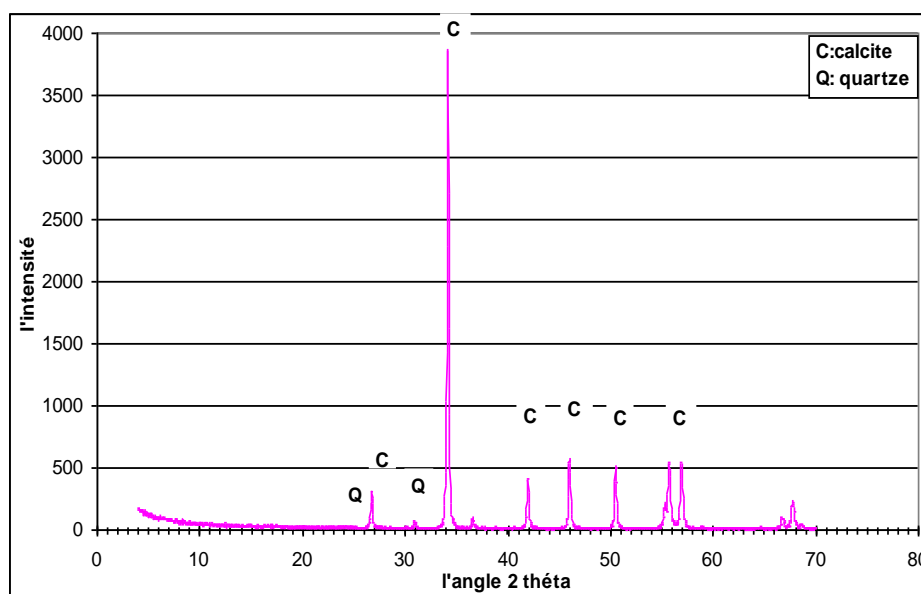


Figure 3.1 : Analyse par diffraction aux rayons X du calcaire. (Salhi, 2012)

3.2.3. Pouzzolane

La pouzzolane utilisée est une pouzzolane naturelle de provenance du gisement de Bouhamidi à Béni-Saf. Cette pouzzolane est fournie sous forme de roches concassées de type pierre ponce et scorie de diamètres variant de 5 à 10 mm. Après son broyage, sa finesse avoisine les $3100 \text{ cm}^2/\text{g}$. L'analyse chimique de la pouzzolane est donnée dans le tableau 3.1 et l'analyse par DRX par la figure 3.2.

L'analyse chimique de la pouzzolane de Beni-Saf montre qu'elle peut être considérée comme un matériau pouzzolanique d'après les normes en vigueur. La Norme américaine ASTM C618 exige que la somme des teneurs ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$) soit supérieure à 70 %.

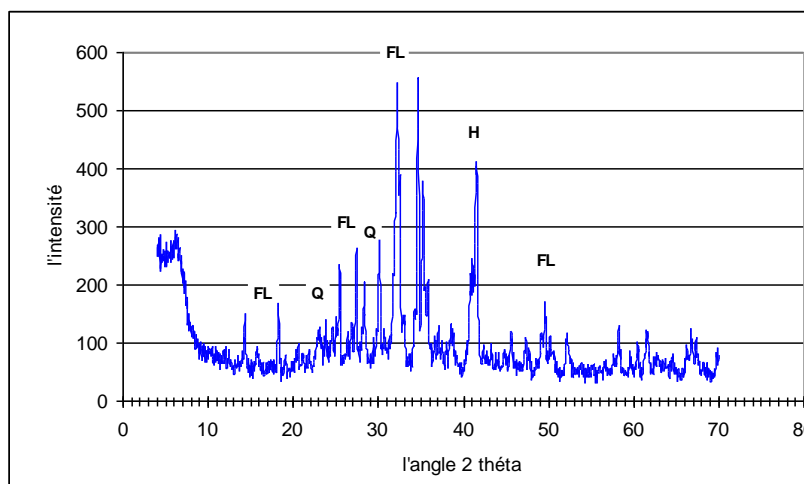


Figure 3.2 : Analyse par diffraction aux rayons X de pouzzolane naturelle.

3.2.4. Laitier

Le laitier de hauts fourneaux est un sous-produit de la fabrication de la fonte des usines sidérurgiques. Le procédé le plus courant pour l'expansion du laitier consiste à le déverser à l'état liquide dans une fosse dont le fond comporte de nombreuses arrivées d'eau où la vaporisation de l'eau au sein du laitier pâteux provoque son expansion. Dans un creuset qui se situe à la partie inférieure du haut fourneau, on recueille deux liquides ; la fonte plus lourde au fond et le laitier plus léger qui surnage. En Algérie, le complexe sidérurgique d'El-Hadjar comporte un tonnage impressionnant de laitier qui dépasse 700000 tonnes/an. Le laitier utilisé dans cette recherche provient de cette source après son broyage à une finesse d'environ $3150 \text{ cm}^2/\text{g}$. La composition chimique du laitier d'El-Hadjar est donnée dans le tableau 3.1 et l'analyse par DRX sur la figure 3.3.

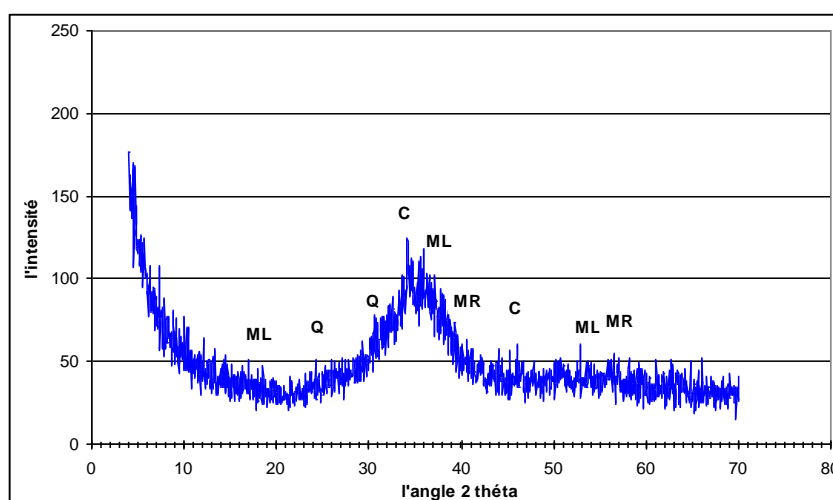


Figure 3.3 : Analyse par la diffraction aux rayons X du laitier granulé d'El-Hadjar

3.2.5. Sable

Dans ce travail, on a utilisé un sable normalisé selon la norme EN 196-1 (1996), qui est un sable naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de forme généralement isométrique et arrondie. Il est séché, criblé offrant toutes garanties de qualité et de régularité, contrôlé par le laboratoire d'essais des matériaux de la ville de paris (L.E.M.V.P). Il est confectionné dans des sacs en plastique de poids net égal à 1350 ± 5 gr. La figure 3.4 illustre la courbe granulométrique donnant la répartition des différentes tailles des grains de ce sable.

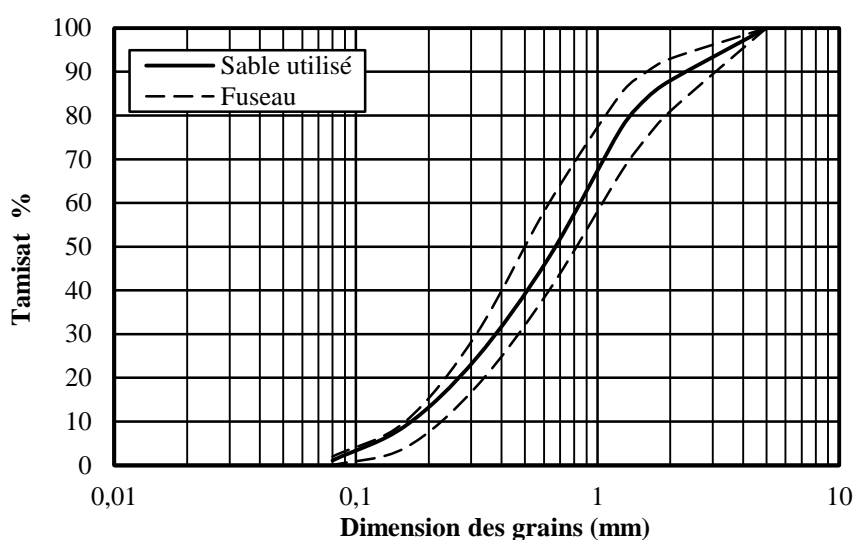


Figure 3.4 : Courbe granulométrique du sable normalisé utilisée.

3.2.6. L'eau

L'eau utilisée pour les différentes gâchées du mortier est issue directement du robinet. Les propriétés chimiques de cette eau n'ont pas fait l'objet de la présente étude. Cette eau est supposée potable et ne contient aucune impureté nuisible (matières organiques, alcalis...) conformément à la norme XP P 18-303 (1999).

3.3. Essais mécaniques

3.3.1. Composition des mortiers

Les essais ont été effectués sur un ciment ordinaire où on a substitué le ciment portland par 10% de calcaire, 20% de pouzzolane et 30% du laitier. Ces taux de substitution ont été choisis d'après des précédentes études réalisés sur ces ajouts et qui représentent des taux optimaux généralement adoptés dans l'industrie.

Pour les essais de la résistance mécaniques, un mortier témoin a été préparé avec une gâchée comportant ; 450g de ciment, 1350g de sable et 225g d'eau avec un rapport E/C égal à 0,5 (constant). Sur cette composition, on a substitué le ciment avec les différents taux respectif de chaque addition. Le tableau 3.3 donne les compositions pour chaque mortier.

Tableau 3.3 : Compositions des échantillons de mortier pour la résistance mécanique.

	Ciment ordinaire(g)	Calcaire(g)	Pouzzolane(g)	Laitier(g)	Eau(g)	Sable(g)
M0	450	0	0	0	225	1350
M1	405	45	0	0		
M2	360	0	90	0		
M3	315	0	0	135		

3.3.2. Confection et préparation des mortiers

Les différents constituants du mélange (ciment, sable, eau) ont été pesés en utilisant une balance numérique de précision ± 1 gramme illustrée sur la figure 3.5. Le mortier a été confectionné dans un malaxeur automatique d'une capacité de 5 litres et muni d'un système de réglage de vitesse (voir la figure 3.6). Les démarches suivies dans cette opération sont conformes aux descriptions suivantes et sont récapitulés dans le tableau 3.4.



Figure 3.5 : Balance numérique



Figure 3.6 : Malaxeur automatique

Tableau 3.4 : Description des opérations de malaxage.

Opération	Introduction du sable	Introduction du ciment	Malaxage	Introduction du l'eau	Malaxage	Malaxage
Durée des opérations	5 à 10 s	5 à 10 s	60 s	5 à 10 s	60 s	60 s
Etat du malaxeur	Arrêt	Arrêt	Vitesse lente	Arrêt	Vitesse lente	Vitesse Rapide

Après le malaxage, le mortier destiné à l'essai de compression est versé dans des moules métalliques huilés de forme prismatique de dimensions 4x4x16 cm. Une fois le moule rempli, ils sont secoués à l'aide d'une table à secousses avec 60 coups (voir la figure 3.7) et l'excès de mortier est arasé à l'aide d'une spatule.

**Figure 3.7** : Table à secousses pour le compactage des éprouvettes.

3.3.3. Conservation des éprouvettes

Une première série des éprouvettes de mortiers est conservées à des températures constantes de 20, 30,40 et 50 °C jusqu'au jour de l'écrasement. La figure 3.8, illustre les différentes étuves humides utilisées pour la conservation des éprouvettes selon les historiques présentés sur la figure 3.9. La deuxième série d'éprouvettes subit une cure sous des températures élevées de 30, 40 et 50°C pendant une période de 1, 3, 7 et 28 jours puis les éprouvettes continuent leurs durcissements dans un bac d'eau sous une température constante de 20 °C jusqu'au jour de l'écrasement. Les figures 3.10, 3.11 et 3.12 et le tableau 3.5 montrent les différents historiques de température variable utilisés pour la cure des éprouvettes, ainsi que leur âge d'écrasement.



a) Cuve à T=20°C.



a) Cuve à T=30°C.



a) Cuve à T=40°C.



a) Cuve à T=50°C.

Figure 3.8 : Photo des étuves utilisées pour la conservation des éprouvettes.

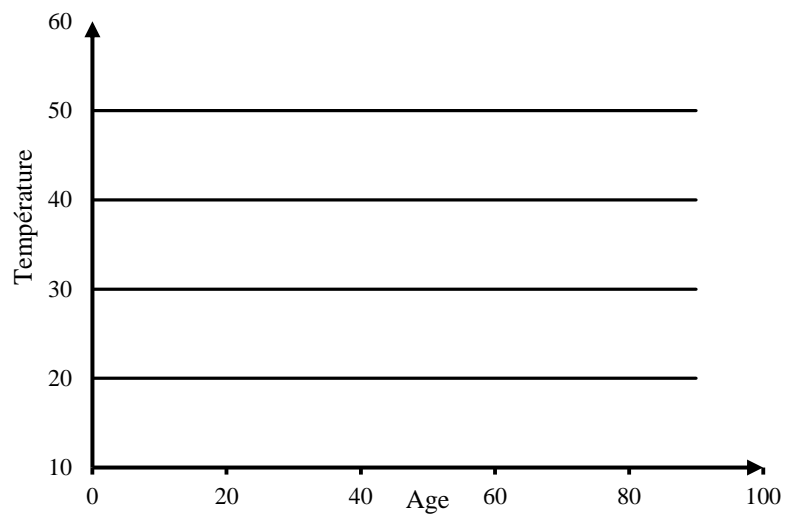
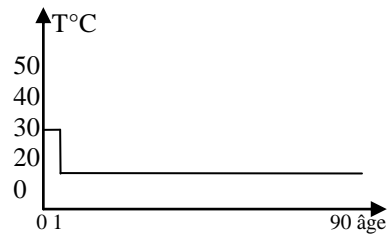
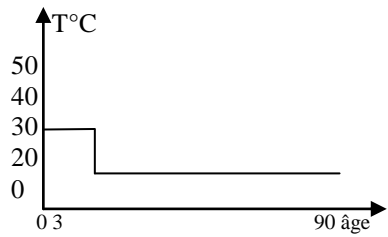


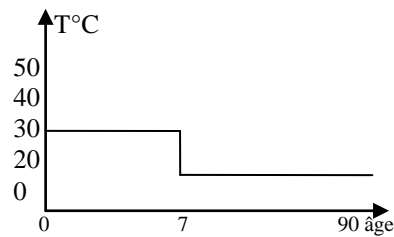
Figure 3.9 : Cure sous des températures constante.



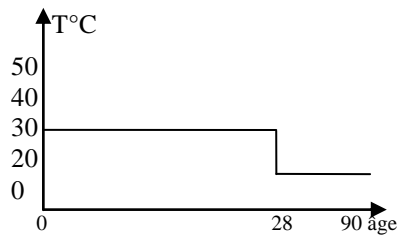
a) Le premier jour à 30°C , le reste à 20°C



b) les 3 premiers jours à 30°C , le reste à 20°C

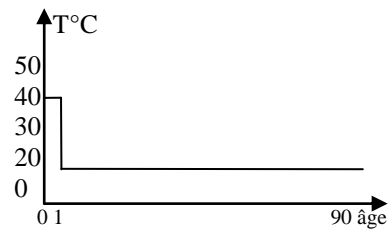


c) les 7 premiers jours à 30°C , le reste à 20°C

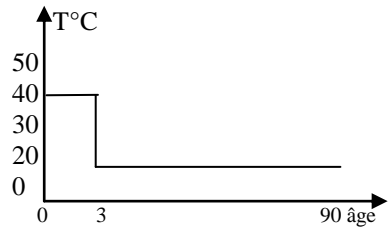


d) les 28 premiers jours à 30°C , le reste à 20°C

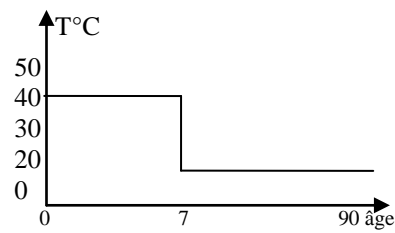
Figure 3.10 : Cure sous température variable de 30°C .



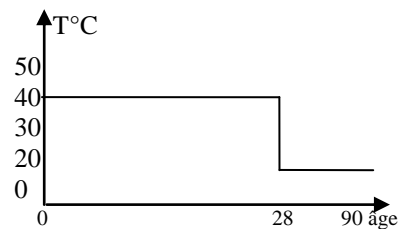
a) Le premier jour à 40°C , le reste à 20°C



b) les 3 premiers jours à 40°C , le reste à 20°C

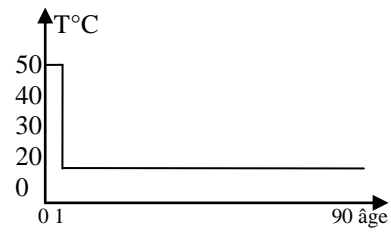


c) les 7 premiers jours à 40°C , le reste à 20°C

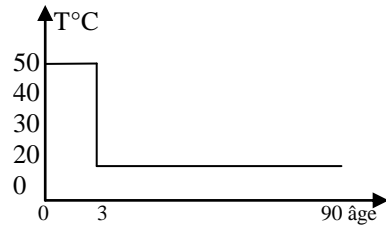


d) les 28 premiers jours à 40°C , le reste à 20°C

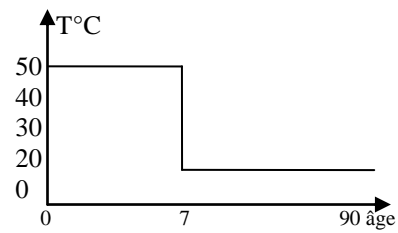
Figure 3.11 : Cure sous température variable de 40°C .



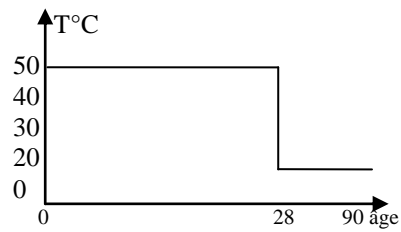
a) Le premier jour à 50°C, le reste à 20°C



b) les 3 premiers jours à 50°C, le reste à 20°C



c) les 7 premiers jours à 50°C, le reste à 20°C



d) les 28 premiers jours à 50°C, le reste à 20°C

Figure 3.12 : Cure sous température variable de 50°C.

Tableau 3.5 : Détails de l'histoire de température de cure.

Cure		Température (°C)	Durée de cure (jours)	L'âge d'écrasement (jours)
Cure à température constante	Cure 20	20	/	1, 3, 7, 28, 90
	Cure 30	30	/	1, 3, 7, 28, 90
	Cure 40	40	/	1, 3, 7, 28, 90
	Cure 50	50	/	1, 3, 7, 28, 90
Cure à température variable	Cure 30-1	30	1	3, 7, 28, 90
	Cure 30-3	30	3	7, 28, 90
	Cure 30-7	30	7	28, 90
	Cure 30-28	30	28	90
	Cure 40-1	40	1	3, 7, 28, 90
	Cure 40-3	40	3	7, 28, 90
	Cure 40-7	40	7	28, 90
	Cure 40-28	40	28	90
	Cure 50-1	50	1	3, 7, 28, 90
	Cure 50-3	50	3	7, 28, 90
	Cure 50-7	50	7	28, 90
	Cure 50-28	50	28	90

3.3.4. Essai de la résistance en traction par flexion

La résistance à la traction par flexion des mortiers a été évaluée par des essais de flexion sur trois points effectuée sur des éprouvettes prismatiques 4×4×16cm, avec une vitesse de chargement de 50 N/s. Le processus expérimental de la résistance à la flexion a été réalisé selon la norme NF EN 196-1 (1996) comme le montre la figure 3.13.

L'essai a été répété pour trois (03) éprouvettes pour chaque composition et pour chaque âge. La résistance à la flexion représente la contrainte de rupture déduite par l'équilibre entre le moment appliqué et le diagramme des contraintes en utilisant les données relatives à la figure 3.14.



Figure 3.13 : Essais de résistance à la flexion.

Si F_f est la charge de rupture de l'éprouvette en flexion, le moment de rupture vaut $F_f l/4$ et la contrainte de traction correspondante sur la face inférieure de l'éprouvette est :

$$R_f = \frac{3F_f l}{2b^3} \quad (\text{MPa})$$

Ou :

R_f : Résistance à la flexion exprimée en mégapascal.

F_f : Force de rupture exprimée en Newton.

b : dimensions de l'éprouvette.

l : distance entre les appuis.

Cette résistance exprimée en mégapascals (MPa) vaut : $R_f (\text{MPa}) = 0,234 F_f (\text{N})$

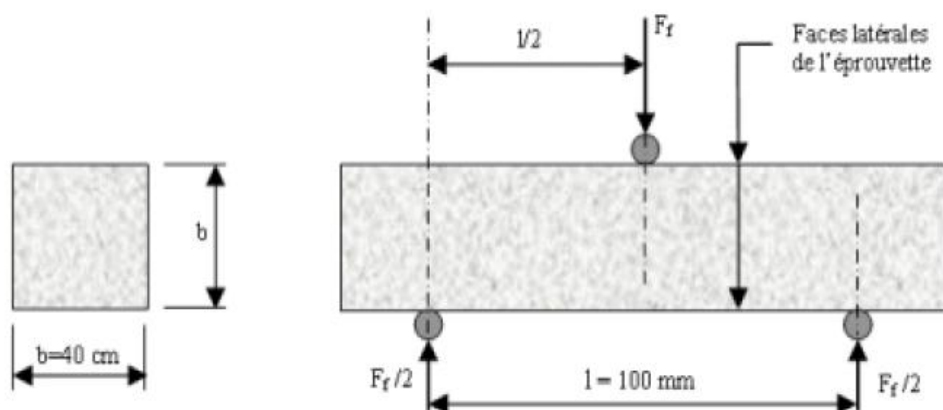


Figure 3.14 : Schéma du dispositif de charge en flexion pour les éprouvettes de mortiers.

3.3.5. Essai de la résistance en compression

Les deux parties de chaque éprouvette 4×4×16 cm de mortier soumise en premier temps à un essai de flexion trois points, sont réutilisées pour un test en compression comme le montrent la figure 3.15. Les valeurs de résistance en compression présentées sont les valeurs moyennes obtenues sur quatre résultats d'essais avec un écart inférieur à 4%. Ces essais ont été effectués selon la norme NF EN 196-1 (1996). La contrainte de compression est donnée par la formule suivante :

$$R_C = \frac{F_c}{A} \quad (\text{MPa})$$

Avec :

F_c : Charge maximale de rupture (N).

A : l'aire de la section d'application de la force de compression (1600 mm²).

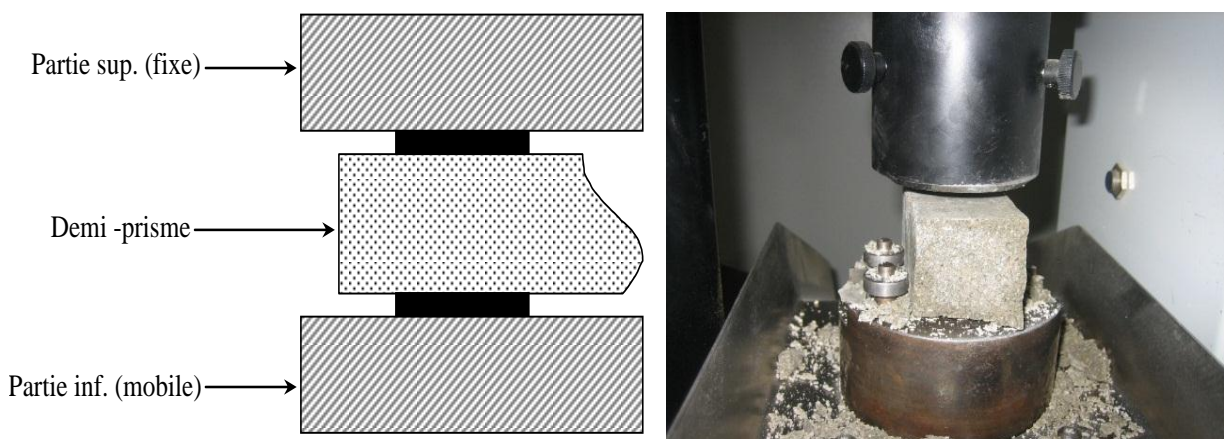


Figure 3.15 : Essais de résistance à la compression.

3.4. Essai de la chaleur d'hydratation

Trois méthodes différentes peuvent être utilisées pour la mesure de la chaleur d'hydratation $Q(t)$ du ciment dans le béton en fonction du temps et de la température.

- La calorimétrie isotherme
- La mesure de la chaleur de dissolution
- La calorimétrie adiabatique

3.4.1. Calorimétrie isotherme

Pendant l'hydratation le matériau est conservé à température constante en condition isotherme. La quantité de chaleur dégagée est alors déterminée par l'énergie nécessaire pour maintenir le matériau à cette température constante. Prosen (1985) indique que cette méthode est plus adaptée pour étudier la cinétique de l'hydratation des pâtes de ciment, en particulier pour observer l'effet de la température sur l'avancement des réactions d'hydratation et le calcul de l'énergie d'activation.

3.4.2. Chaleur de dissolution

La chaleur d'hydratation dans ce cas est déterminée comme étant la différence entre la chaleur de dissolution du ciment complètement anhydre et celle d'une pâte de ciment hydraté. Cette technique présente l'avantage de pouvoir donner des résultats significatifs à long terme.

3.4.3. Calorimétrie adiabatique

La chaleur dégagée par le ciment lors de l'hydratation se traduit par une élévation de température importante à partir de laquelle on peut déduire la quantité de chaleur développée. Les pertes de chaleur sont évitées en confinant le matériau dans une enceinte adiabatique. Cette méthode est plus adaptée pour étudier la chaleur libérée dans un ouvrage massif. Pour notre étude nous avons choisi d'utiliser la méthode de la calorimétrie semi-adiabatique.

3.4.4. Description du calorimètre utilisé

Un calorimètre semi-adiabatique appelé aussi calorimètre de langavant a été choisi pour mesurer la chaleur d'hydratation des échantillons de mortiers confectionnés. Ce calorimètre est dit semi-adiabatique si la perte de chaleur est inférieure à 100 j/ (h.K). La calorimétrie semi-adiabatique est constituée d'un vase de Dewar fermé par un bouchon calorifugé et placé dans une enveloppe rigide qui lui sert de support. Au fond du vase se trouve un disque en caoutchouc qui sert d'appui à l'éprouvette cylindrique destiné à recevoir la gâchée de mortier. La figure 3.16, schématise les constituants principaux d'un calorimètre semi-adiabatique.

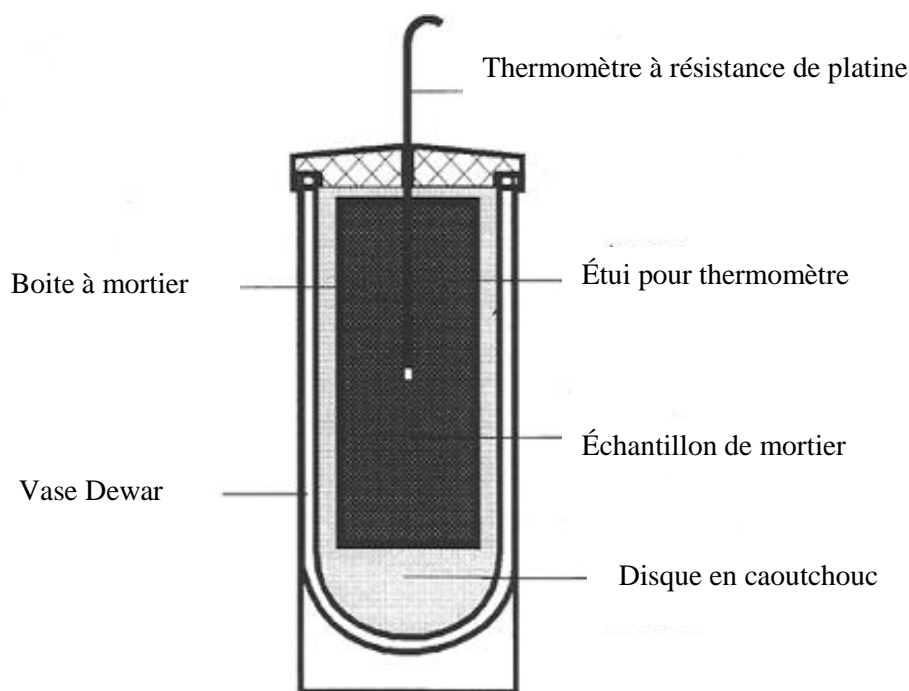


Figure 3.16 : Constituants principaux d'un calorimètre semi-adiabatique.

3.4.5. Composition des mortiers

Les essais pour la mesure de la chaleur d'hydratation sont déroulés dans une chambre conditionnée en température constante de 20, 30,40 et 50°C. Les mesures se sont programmées durant cinq jours avec des pas de mesure de 30 minutes. Ces mortiers ont été préparés avec une gâchée qui comporte trois parts de sable, une part de ciment et une demie part d'eau. Le sable utilisé pour la confection des mortiers est un sable normalisé. Le tableau 3.6 donne les compositions pour chaque mortier.

Tableau 3.6 : Compositions des échantillons de mortier pour la chaleur d'hydratation.

	Ciment ordinaire(g)	Calcaire(g)	Pouzzolane(g)	Laitier(g)	Eau(g)	Sable(g)
M0	360	0	0	0	180	1080
M1	324	36	0	0		
M2	288	0	72	0		
M3	252	0	0	108		

3.4.6. Procédure expérimentale

La méthode d'essai passe par les étapes suivantes :

- Réglage de la chambre ou on réalise les essais à des températures de 20, 30,40 et 50 °C
- Préparation de gâchée selon la norme NFP 15-403 ; la procédure est comme suit :

Les différents mortiers sont confectionnés en suivant les mêmes étapes que pour celles des résistances mécaniques décrites dans le tableau 3.4.

- La pesé des boites sans et avec mortiers.
- Mettre les boites à l'intérieur des calorimètres.
- Mettre les calorimètres dans une chambre climatiques sous des températures de 20, 30,40 et 50 °C pour une période de cinq jours.
- Prendre les mesures de l'échauffement, ensuite on calcule la chaleur d'hydratation.

3.4.7. Mesure de la chaleur dégagée

Pour évaluer la chaleur d'hydratation d'un mortier, on mesure l'échauffement entre deux calorimètre, l'un contenant un mortier en cours de durcissement et l'autre de référence utilisé pour contrôler la température ambiante, contenant une éprouvette de mortier âgé plus de trois mois et considérée comme inerte. La figure 3.17 montre le dispositif d'essai composé de boites de mortiers, de boîte Languavaut et de la chaine de mesure de température.



Figure 3.17 : Dispositif utilisé de mesure relié à la chaîne d'acquisition.

Une boîte d'acquisition des températures avec deux sorties de mesure reliée à un ordinateur pour l'acquisition des données comme la montre la figure 3.18. Ces données seront traitées à l'aide d'un logiciel de calcul en fonction de la composition de chaque mortier et l'échauffement enregistré.



Figure 3.18 : Chaîne d'acquisition des températures.

Pour calculer la chaleur dégagée, on doit mesurer l'échauffement de l'éprouvette $\Delta\theta$ et connaître la capacité thermique du calorimètre vide C . La chaleur dégagée est décrite par la chaleur accumulée dans le calorimètre qu'on lui ajoute la chaleur dissipée vers le milieu extérieur. L'expression de la chaleur totale dégagée est donnée par l'expression suivante :

$$q(t) = \frac{C}{m_c} \Delta\theta + \frac{1}{m_c} \int_0^t \alpha \Delta\theta dt \quad (3.1)$$

Avec :

m_c : masse de ciment ou liant contenu dans l'éprouvette.

$\Delta\theta$: échauffement de l'éprouvette par rapport à la température ambiante.

α (J/h °C) : coefficient de déperdition thermique totale du calorimètre donné par l'étalonnage. Son expression est donnée par :

$$\alpha = a + b \times \Delta\theta \quad (3.2)$$

Les coefficients a et b sont fournis par le constructeur pour chaque boîte calorimétrique. Les paramètres spécifiques d'étalonnage des calorimètres utilisés dans notre étude sont les suivants :

Le calorimètre N°=01 a pour $a=53.8$; $b=0.216$; $\mu=428$

Le calorimètre N°=02 a pour $a=55$; $b=0.23$; $\mu=431$

C (J/°C) : capacité thermique du calorimètre évaluée par l'équation suivante :

$$C = 0,75(M_l + M_s) + 3,76 \times M_e + 0,5 \times M_b + \mu \quad (3.3)$$

Avec :

0,75(J/°Cg) : Capacité thermique massique du ciment (liant) et du sable

3,76 (J/°Cg) : Capacité thermique massique de l'eau d'hydratation.

0,5 (J/°Cg) : Capacité thermique massique de la boîte

μ (J/°C) : Capacité thermique du calorimètre vide.

M_l, M_s, M_e, M_b : masse de la liant (ciment + ajout), sable, l'eau et de la boîte.

Une fois les mesures de l'échauffement faites, on évalue la chaleur d'hydratation en utilisant l'équation 3.1 et en introduisant les différents paramètres de l'essai.

3.5. Conclusion

Toutes les manipulations à savoir la résistance mécanique à la traction par flexion, la résistance à la compression et la mesure la chaleur d'hydratation pour tous les mélanges étudiées, qui sont exposées sous des températures de cure constante et variable, sont conformes aux normes en vigueur. Ainsi que les essais effectués sont déroulés dans des meilleures conditions. L'analyse des résultats de ces essais et leurs interprétations seront présentées dans le chapitre suivant.

Chapitre 04 :

*Prédiction des
résistances
mécaniques
Par l'approche de la
maturité*

4.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à la discussion et à l'interprétation des résultats obtenus à partir des différents essais effectués dans le chapitre 3 de cette thèse. Il permet de donner des analyses sur l'effet de la température de cure sur les propriétés mécanique, et les propriétés de durcissement des ciments composés. Ainsi de prédire les résistances mécaniques des ciments composés sous différentes températures de cure par l'application de principe de la maturité.

4.2. Résistance à la traction par flexion

4.2.1. Effet du type d'ajout sur les résistances à la traction

a) Calcaire :

La figure 4.1 présente l'évolution de la résistance à la flexion du mortier contenant 10% de calcaire. On constate l'influence bénéfique du calcaire sur la résistance à la traction par flexion des mortiers à l'âge de 1, 3 et 7 jours. Cette amélioration peut être attribuée à l'effet physique du calcaire qui contribue à combler les vides et à créer des sites supplémentaires de nucléation qui favorisent l'hydratation des grains de ciments. Le mortier au calcaire possède une matrice plus compacte au jeune âge malgré l'effet inerte de cet ajout. A 28 et 90 jours, le mortier au calcaire se contente de résistances à la flexion peu inférieures à celle du mortier témoin. A ces âges respectifs, la résistance à la flexion du mortier contenant 10% de calcaire diminue par rapport au mortier de témoin de 5 et 6 %.

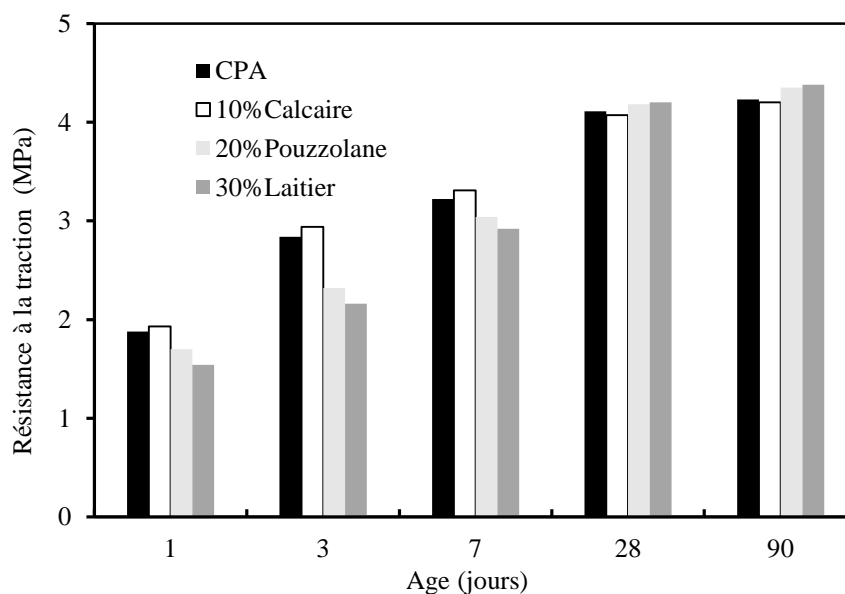


Figure 4.1 : Evolution de la résistance à la flexion en fonction de l'âge pour les différents types des ciments.

b) Pouzzolane :

D'après la figure 4.1, on constate que les résistances à la traction obtenues au jeune âge restent largement inférieures à celles du mortier sans ajouts. Cette baisse de résistance est reliée à la faible activité de cette addition durant les premiers jours d'hydratation. A partir de 28 jours, l'évolution de la résistance à la traction par la flexion en fonction de l'âge du ciment à la pouzzolane naturelle augmente régulièrement. A 90 jours la résistance à la flexion du ciment à la pouzzolane dépasse de 3% celle du ciment ordinaire. La pouzzolane naturelle est un matériau à caractère pouzzolanique qui s'active avec la chaux libérée par l'hydratation du ciment et produit des CSH de deuxième génération. Ces derniers deviennent plus importants au-delà du septième jour où le milieu interstitiel dans la matrice cimentaire est devenu plus basique.

c) Laitier :

Les résultats de la résistance à la flexion des mortiers à l'âge de 1, 3, 7, 28 et 90 jours en fonction du pourcentage de laitier, sont donnés dans la figure 4.1. On observe des réductions systématiques de la résistance à 2 et 7 jour, lorsqu'on ajoute du laitier au ciment. Cependant à 28 jours, les mortiers développent des résistances plus importantes que celles du mortier de contrôle. A long terme (28 et 90 jours), l'incorporation de 30 % de laitier développe des résistances dépassant celles du mortier de contrôle. Le laitier des hauts fourneaux est un produit hydrauliquement latent qui ne trouve son activité que dans les milieux basiques. Ce milieu ne devient disponible qu'après l'hydratation d'une partie de ciment et la libération d'une quantité suffisante de chaux. L'enclenchement de la réaction hydraulique de ce produit contribue à la formation de silicates de calcium hydratés de deuxième génération et qui possèdent un pouvoir de résistance similaire à celui des hydrates de ciment ordinaire.

4.2.2. Effet de la température sur les résistances à la traction

a) Température constante :

Les résultats de la résistance à la flexion pour les différents types des mortiers contenant respectivement 10% de calcaire, 20% de la pouzzolane et 30% de laitier et soumis à des températures de cure de 20,30,40 et 50°C sont présentés sur la figure 4.2. Au jeune âge, la température de cure possède un effet positif sur l'évolution des résistances à la flexion, où le mortier au calcaire présente les résistances les plus élevées suivies respectivement par celles du ciment ordinaire, du ciment pouzzolanique et du ciment au laitier. A long terme, l'effet de

la température de cure s'inverse est devient négatif. On observe une diminution des résistances mécaniques du mortier au ciment ordinaire et au calcaire avec l'élévation de la température, alors que les autres mortiers contenant du laitier et de la pouzzolane présentent les résistances les plus élevées. Cela est dû à la réaction pouzzolanique de la pouzzolane naturelle et l'hydraulicité du laitier qui déclenchent et engendrent une augmentation des résistances qui dépassent celles du mortier ordinaire. A 28 et à 90 jours, une chute de résistance à la flexion avec la température est observée pour tous les mélanges. Cette chute est moins prononcée lorsque le ciment est remplacé par une addition minérale telles que la diminution de résistance entre une cure à 20 et 50°C est de 7, 6, 5 et 4% respectivement pour un mortier à base de ciment ordinaire et ceux contenant 10 % de calcaire; 20% de pouzzolane naturelle et 30% de laitier d'où la relation des résistances à la flexion avec la température de cure s'inverse et une légère diminution avec la température est observée. Cette contribution des additions à la résistance à la flexion des mortiers traduit leurs interactions avec l'hydratation du ciment.

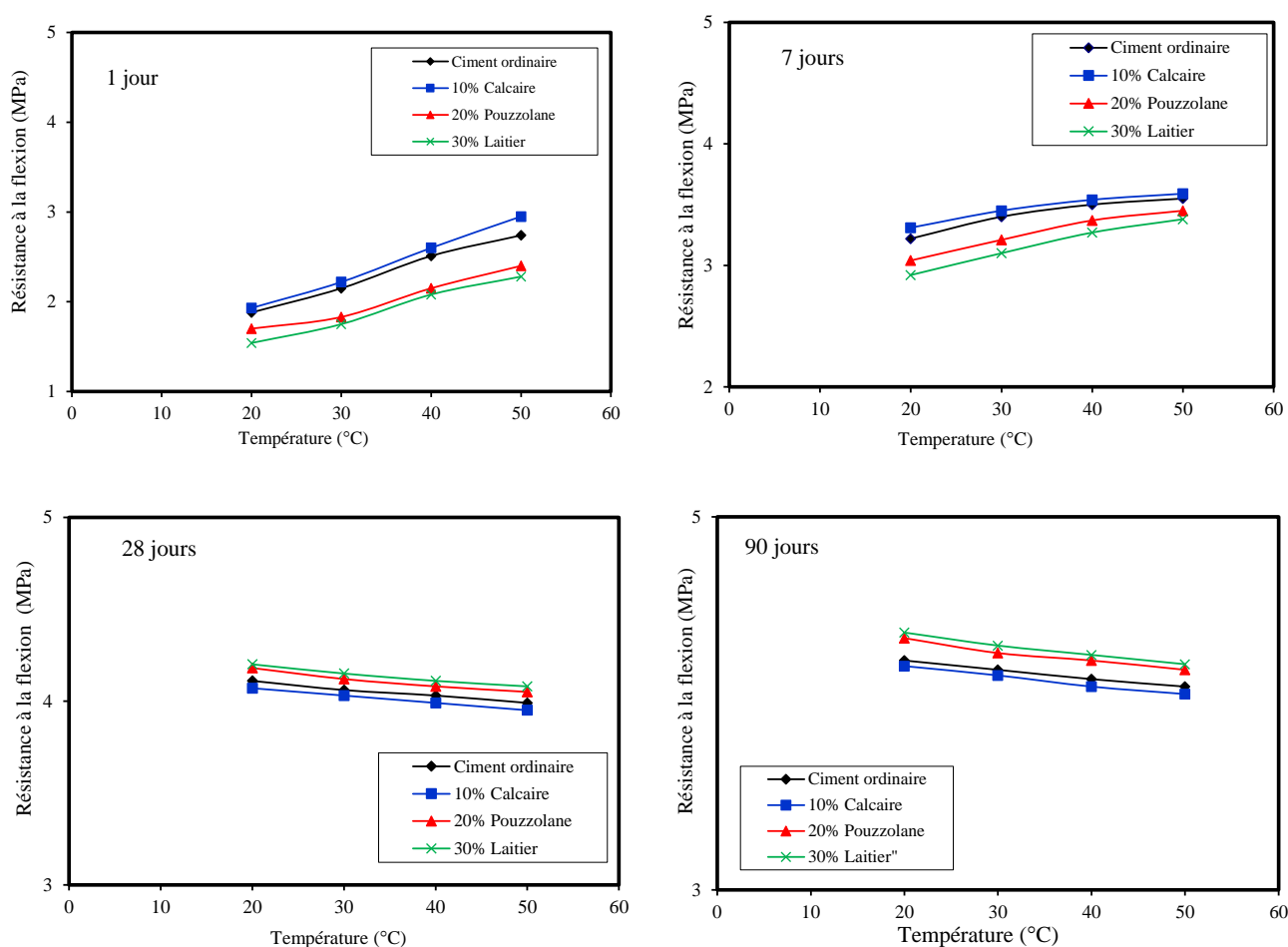


Figure 4.2 : Evolution des résistances à la flexion en fonction de la température pour les différents types de ciments.

b) Température variable :

Les figures 4.3 à 4.9 illustrent la variation de la résistance mécanique à la flexion à 3, 7, 28 et 90 jours pour plusieurs types de cure et pour les différents mélanges étudiés. On remarque que l'exposition des mortiers à des températures élevées au jeune âge donne des bonnes résistances, par contre cette température réduit les résistances finales (à long terme) pour tous les ciments étudiés. La présence de la pouzzolane naturelle et du laitier dans les ciments réduit l'effet néfaste de l'élévation de la température et d'autant plus si l'exposition dure plus longtemps. Sous des températures élevées, la pouzzolane naturelle et le laitier sont bien actifs et contribuent d'une façon remarquable à minimiser les chutes des résistances. Au jeune âge, le mortier subit une chute de résistance qu'il récupère partiellement grâce à la réaction pouzzolanique de la pouzzolane naturelle et l'hydraulicité du laitier qui s'enclenchent et engendrent une augmentation des résistances des mortiers qui dépassent celles du mortier ordinaire.

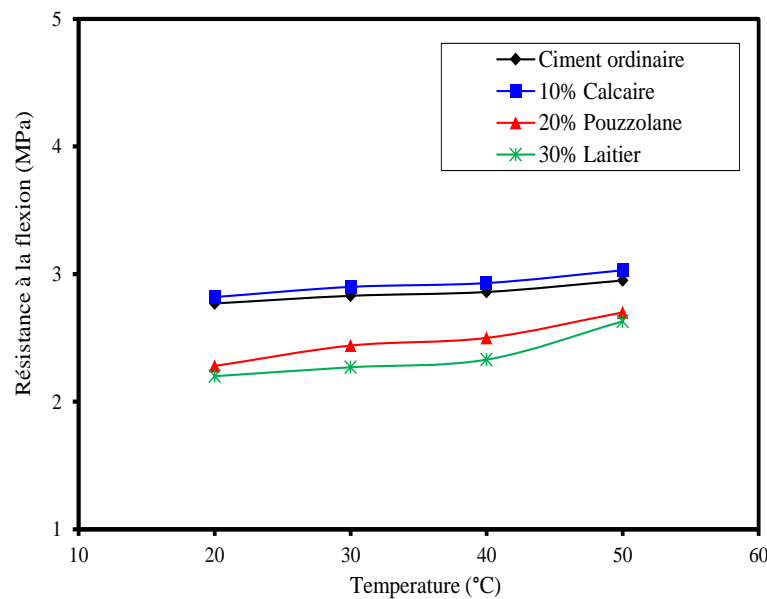


Figure.4.3 : Résistance à la flexion à 03 jours pour une durée de cure de 01 jour.

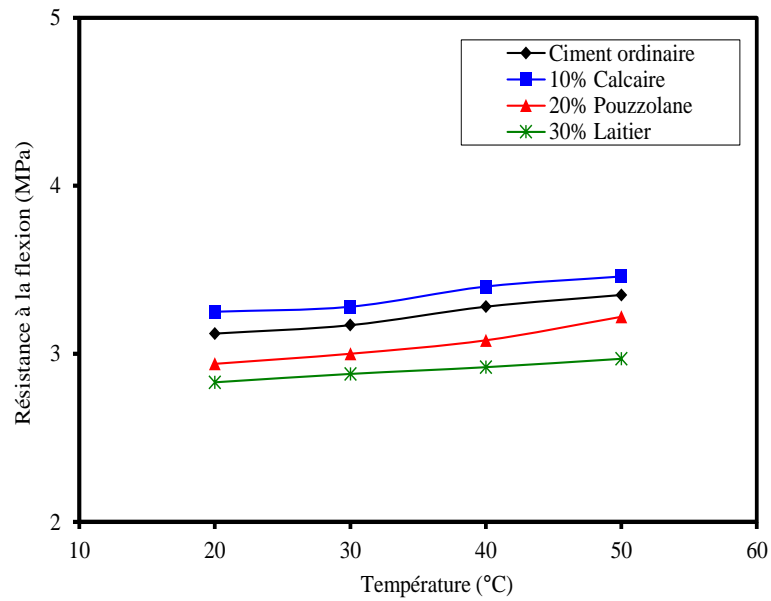


Figure.4.4 : Résistance à la flexion à 07 jours pour une durée de cure de 01 jour.

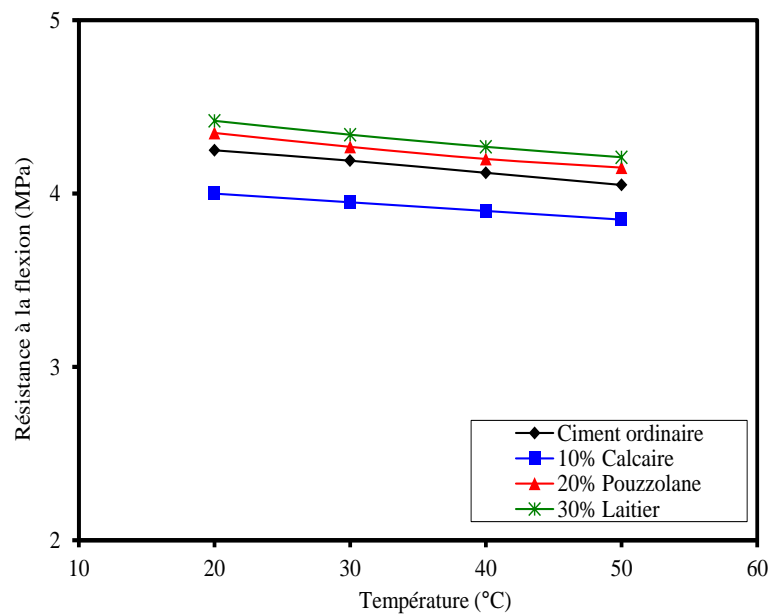


Figure.4.5 : Résistance à la flexion à 28 jours pour une durée de cure de 01 jour.

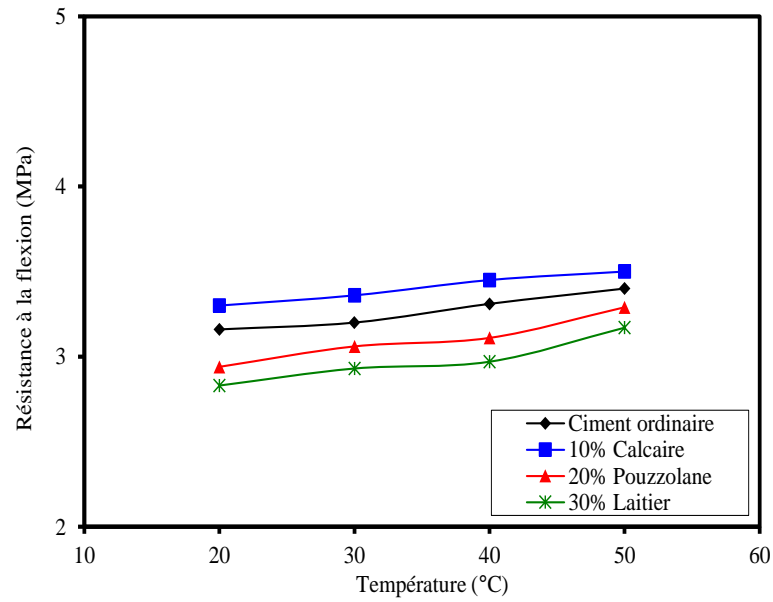


Figure.4.6 : Résistance à la flexion à 07 jours pour une durée de cure de 03 jours.

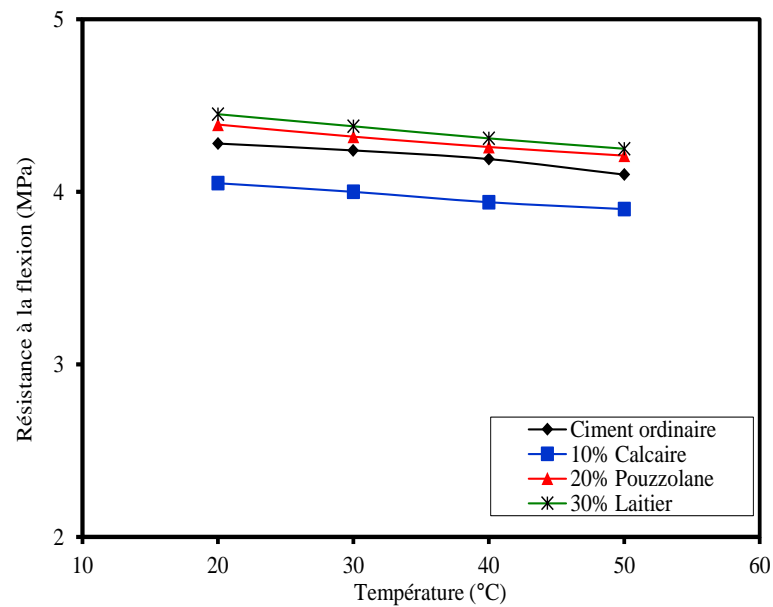


Figure.4.7 : Résistance à la flexion à 28 jours pour une durée de cure de 03 jours.

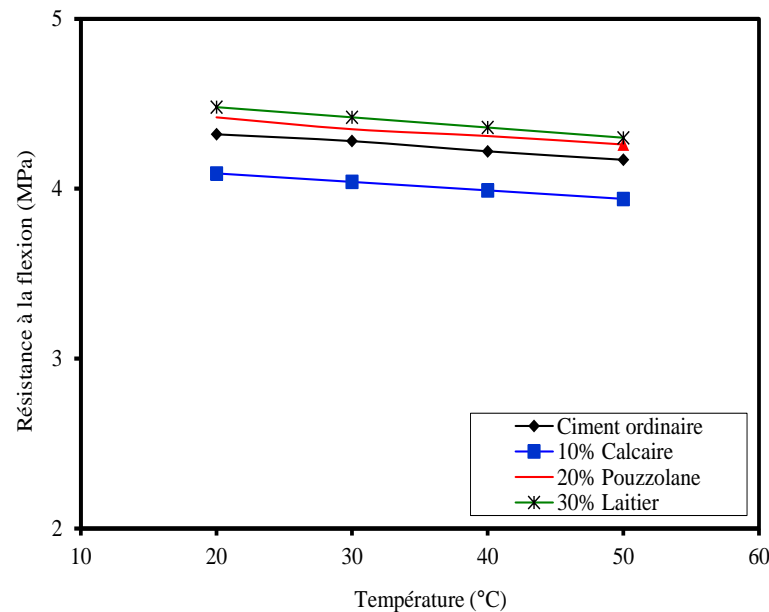


Figure 4.8 : Résistance à la flexion à 28 jours pour une durée de cure de 07 jours.

D'après les résultats obtenus de la résistance mécanique à la flexion pour les différents types des mélanges étudiés, on peut conclure qu'une courte durée de cure durant le premier jour se fait sentir dès le troisième jour pour les mortiers à base de pouzzolane naturelle ou du laitier. Par contre cette cure ne voit l'effet qu'à partir du septième jour en cas de mortier témoin ou contenant des fillers calcaire. A long terme la durée de cure n'a pas d'effet significatif sur les résistances mécaniques à la flexion qui restent liées au type d'addition utilisées. Au moment où le mortier témoin subit une chute considérable de résistance, ceux à base de laitier et de pouzzolane naturelle se montrent plus robuste et moins dégradés par l'élévation de température au jeune âge par rapport à ceux des ciments au calcaire et le ciment ordinaire. Ceci rend ces ciments plus adaptés en climat chaud ou les conditions atmosphériques sont plus sévères.

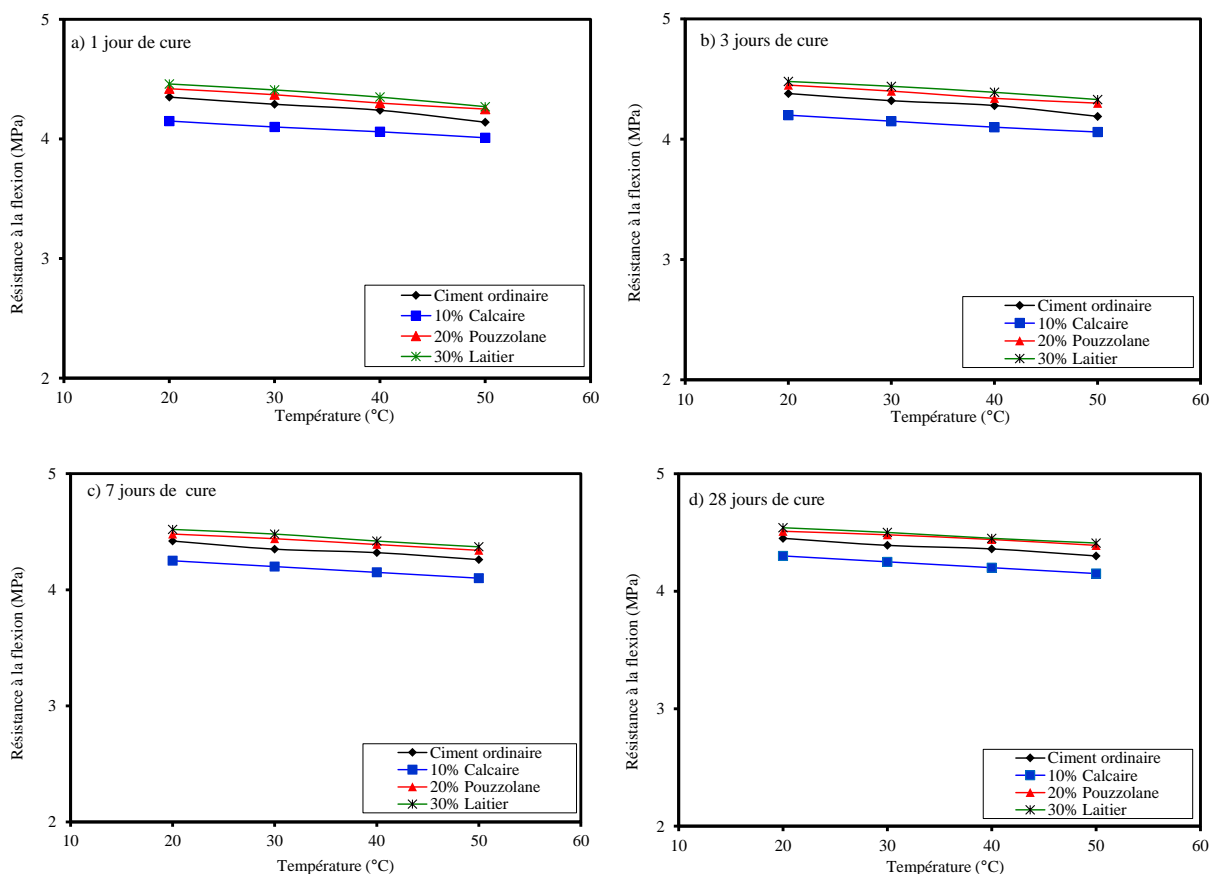


Figure.4.9 : Résistance à la flexion à 90 jours pour plusieurs durées de cure.

4.3. Résistance à la compression

4.3.1. Effet du type d'ajout sur les résistances à la compression

a) Calcaire :

La figure 4.10 montre le développement de la résistance à la compression de mortier contenant 10 % du calcaire à l'âge de 1,3, 7, 28 et 90 jours pour un rapport de E/C égal à 0,5. A un jour d'âge, la résistance à la compression est similaire à celle du mortier de référence formulé sans addition minérale. De même à l'âge de 90 jours, la résistance à la compression ne diminue que de 2 %. Bien que le calcaire ne participe pas au développement des résistances à long terme, le choix d'un taux optimal contribue à conserver la même classe de résistance. Ceci est confirmé par une étude précédente où le mortier à base de 10% de calcaire garde la même résistance d'un mortier témoin et celui à base de 20% enregistre une baisse de 18% (Ghrici et al., 2007). De même, Sueng et al. (2008) ont obtenu des résistances jours des mortiers à 28 qui diminuent de 5.8 et 27.2 % pour des taux de substitution de calcaire respectivement de 10 et 30%.

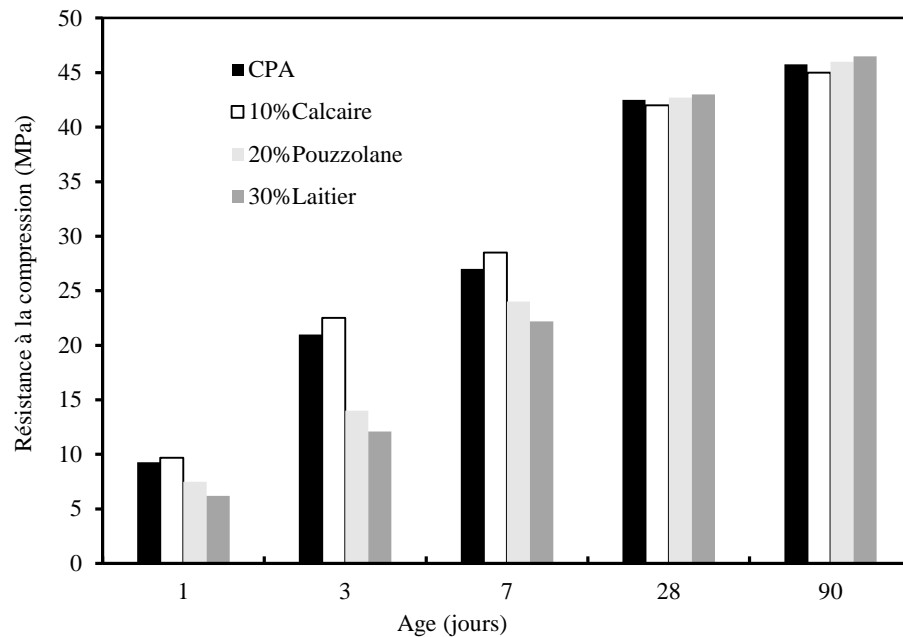


Figure 4.10 : Evolution de la résistance à la compression en fonction de l'âge pour les différents types des ciments

Généralement les fillers calcaire ne participent pas à la réaction chimique, mais ils agissent en tant qu'accélérateur pendant l'hydratation du ciment (Ye et al., 2007). D'autres chercheurs (Lothenbach et al., 2008 ; Longuet et al., 1982) ont introduit la notion de filler inerte ou actif. En étudiant sa réactivité avec le C_3A , ils ont démontré que le $CaCO_3$ peut réagir avec le clinker.

On peut conclure que les mortiers contenant 10% de calcaire donnent des résistances légèrement supérieures aux autres. Cet avantage n'est pas durable car pour les échéances supérieures (28 et 90 jours), les mortiers contenant les additions calcaires présentent des résistances un peu faibles que celle d'un ciment ordinaire.

b) Laitier :

La présence du laitier dans la composition du ciment modifie considérablement ces propriétés mécaniques. Les résultats de la résistance à la compression des mortiers contenant du laitier sont présentés dans la figure 4.10. La substitution du ciment par du laitier a donné des résistances à la compression faibles au jeune âge (1 à 7 jours). Ceci est dû à la faible activité hydraulique du laitier granulé d'El Hadjar. De mêmes Amrane et Kenai (1994) ont constaté que des résistances faibles du béton aux laitiers au jeune âge comparées à celles du béton témoin. Par contre, à long terme, elles deviennent comparables sinon meilleures. D'autres chercheurs ont constaté que les résistances finales sont obtenues pour une addition

de 30 % du laitier avec une température de cure de 20 °C, (Boubekeur et al., 2011 ; Bougara et al., 2001).

c) Pouzzolane :

La figure 4.10 présente l'évolution des résistances à la compression du ciment contenant 20% de la pouzzolane naturelle. On constate que l'évolution de la résistance à la compression en fonction de l'âge du ciment augmente régulièrement avec l'âge. A 90 jours la résistance du ciment à la pouzzolane dépasse celle du ciment témoin. Ce phénomène s'explique par l'activité lente de la réaction pouzzolanique, cette réaction qui se déclenche entre la silice réactive, qui se situe dans la partie vitreuse de la pouzzolane, et la portlandite Ca(OH)_2 libérée par l'hydratation du clinker. Ceci donne à la pouzzolane la propriété de fixer la chaux et de produire des CSH de deuxième génération. La réaction pouzzolanique n'est pas prédominante au jeune âge, ceci mène à une hydratation moins intense influencée par l'effet de dilution et caractérisée par de faibles résistances. Ces résultats sont en conformité avec ceux d'autres chercheurs (Axel Schöler et al., 2015). D'autres part, la résistance mécanique peut chuter en dépassant certains taux de substitution où Targan et al. (Targan et al., 2003) ont enregistré une baisse de 11% à 90 jours avec 30% de pouzzolane.

4.3.2. Effet de la température sur les résistances à la compression

a) Température constante :

D'après les résultats illustrés sur figure 4.11 les résistances des mortiers de différentes compositions augmentent linéairement avec l'augmentation de la température de cure au jeune âge. Le mortier au calcaire présente les résistances les plus élevées suivies respectivement par celles du ciment ordinaire, du ciment pouzzolanique et du ciment au laitier. A 7 jours d'âge, on observe qu'à partir de 40°C l'effet de la température de cure sur les résistances mécaniques diminue pour le mortier au ciment ordinaire et au calcaire alors que les autres ciments conservent le même ordre de sensibilité avec la température. A 28 jours d'âge, la réaction pouzzolanique de la pouzzolane naturelle et l'hydraulique du laitier se déclenchent et engendrent une augmentation des résistances des mortiers qui dépassent celles du mortier ordinaire et celles contenant du calcaire.

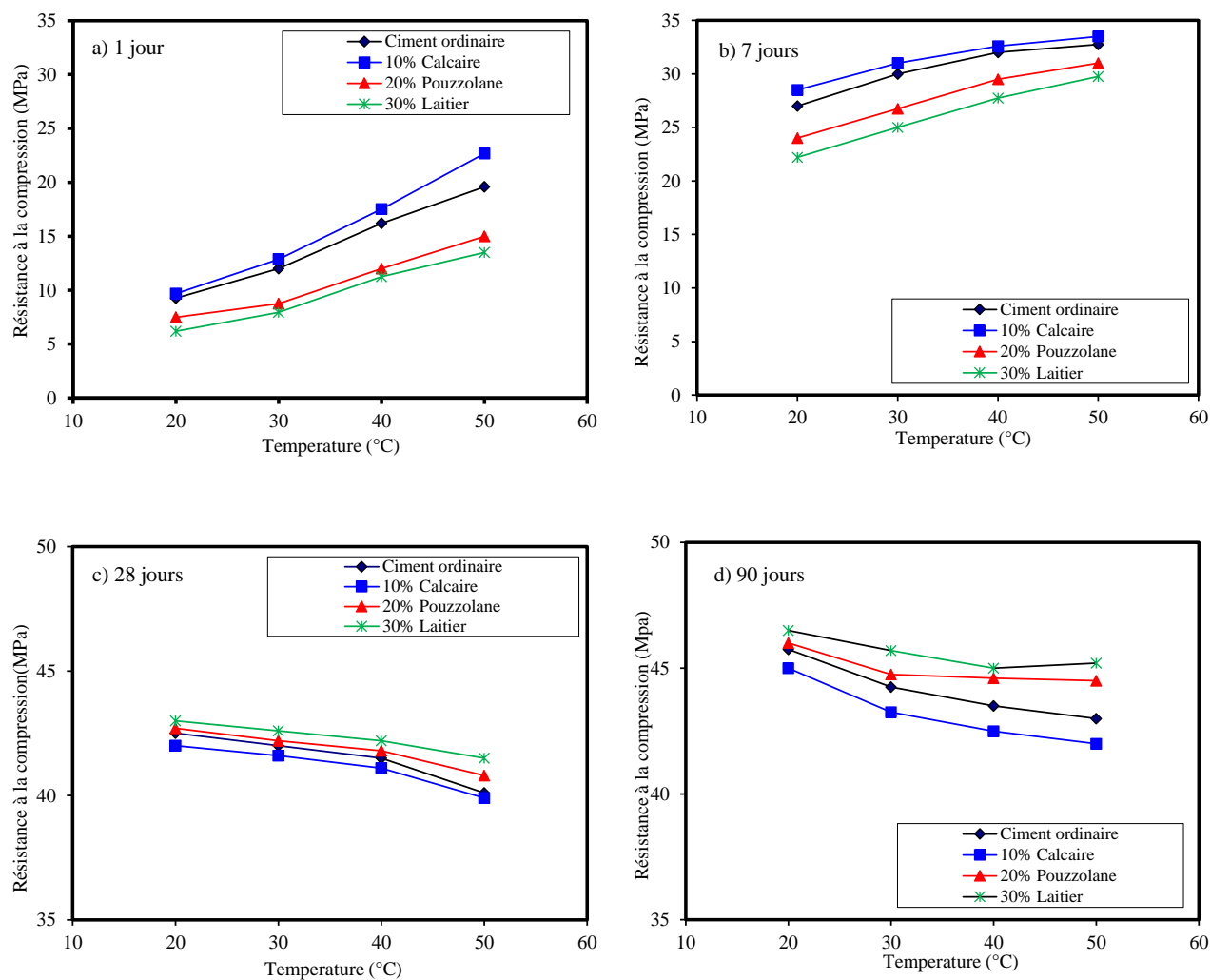


Figure 4.11 : Evolution des résistances à la compression en fonction de la température pour les différents types de ciments.

La relation des résistances avec la température de cure s'inverse et une légère diminution avec la température est observée. A 90 jours, une chute de résistance avec la température est observée pour tous les mélanges. Cette chute est moins prononcée lorsque le ciment est remplacé par une addition minérale telle que la diminution de résistance entre une cure de 20 et 50°C est de 6, 7, 3 et 2.5 % respectivement pour un mortier à base de ciment ordinaire et ceux contenant 10 % de calcaire ; 20% de pouzzolane naturelle et 30% de laitier. Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par d'autres chercheurs (Behim et al., 2003).

Des études conduites par Elkhadiri et Puertas, (2008), par diffraction aux rayons X, ont confirmé une formation rapide de CSH, une élévation de la température et une amélioration des résistances mécaniques. Au-delà de 15 jours, l'élévation de température génère un effet négatif sur les résistances par contre lorsque le ciment est conservé sous 22°C ses résistances évoluent graduellement avec l'âge.

b) Température variable :

Les résultats illustrés sur les figures 4.12 à 4.18 montrent que le mortier conservé à 1 et 3 jours sous des températures élevées atteint des résistances à la compression plus importantes que celles des mortiers conservés sous 20°C à 3 et 7 jours d'âge. Il est évident que l'exposition des mortiers à des cures de température élevée accélère le processus d'hydratation et conduit à la formation rapide et massive des hydrates qui possède un effet considérable sur l'évolution des résistances mécaniques. Pour les mortiers de différentes compositions soumis à 1,3 et 7 jours sous une température élevée, on remarque une augmentation des résistances à 3 et 7 jours par rapport au mortier conservé sous une température ambiante de 20°C. Au jeune âge, le mortier au calcaire présente les résistances les plus élevées suivies respectivement par celles du ciment ordinaire, du ciment pouzzolanique et du ciment au laitier. Les mortiers à base de pouzzolane naturelle ou du laitier présentent les plus faibles résistances à cause de l'effet de dilution qui n'est pas compensé par la faible activité de ces additions à ce stade de l'hydratation.

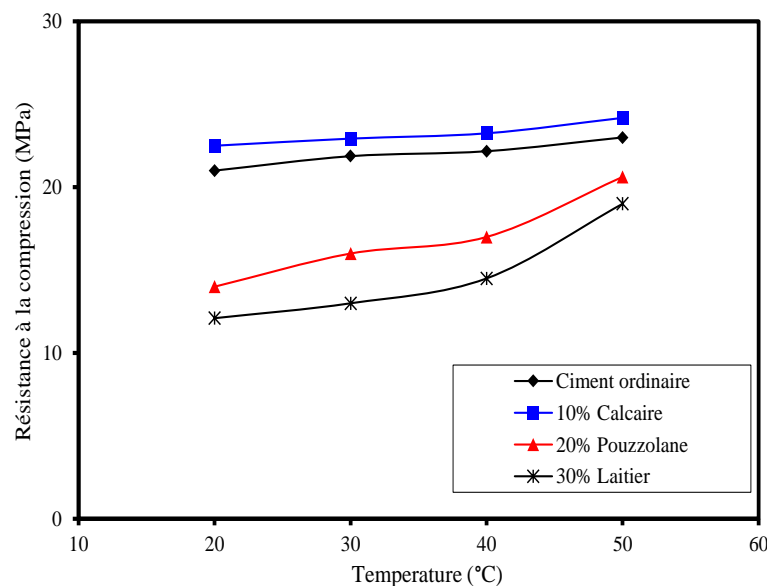


Figure 4.12 : Résistance à la compression à 03 jours pour une durée de cure de 01 jour.

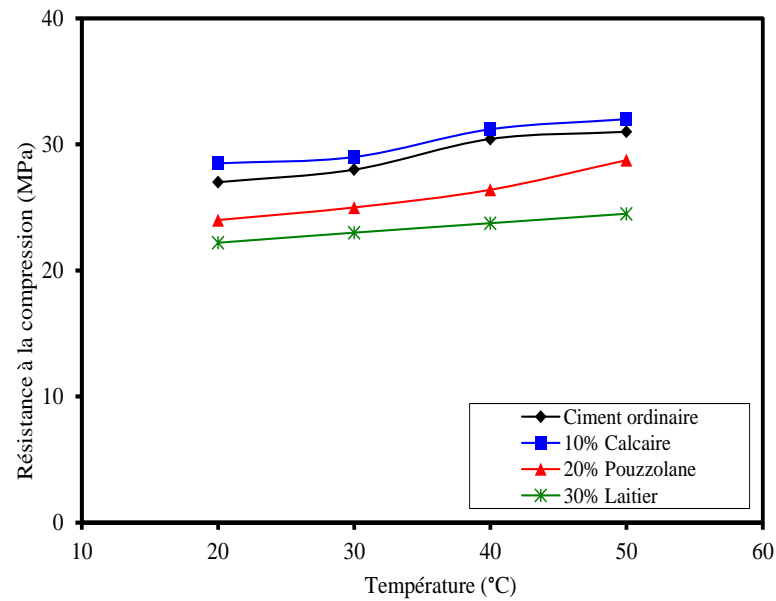


Figure 4.13 : Résistance à la compression à 07 jours pour une durée de cure de 01 jour.

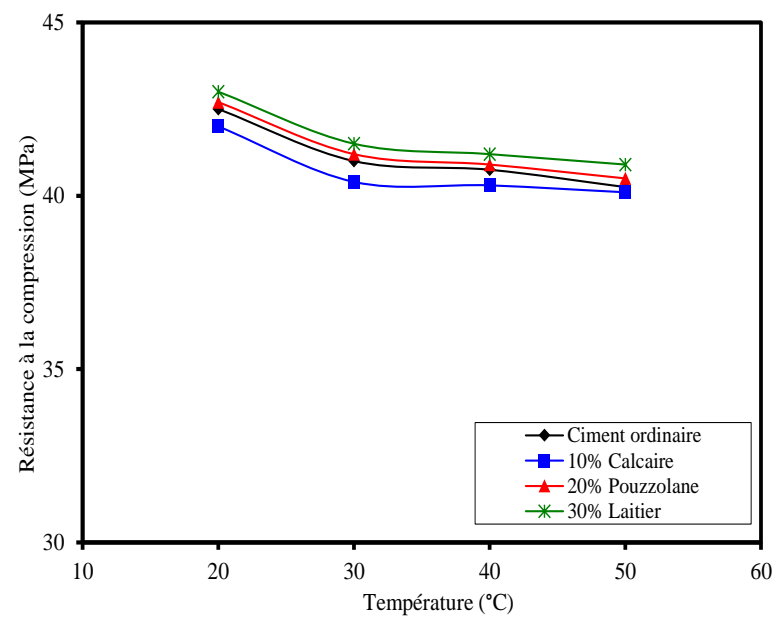


Figure 4.14 : Résistance à la compression à 28 jours pour une durée de cure de 01 jour.

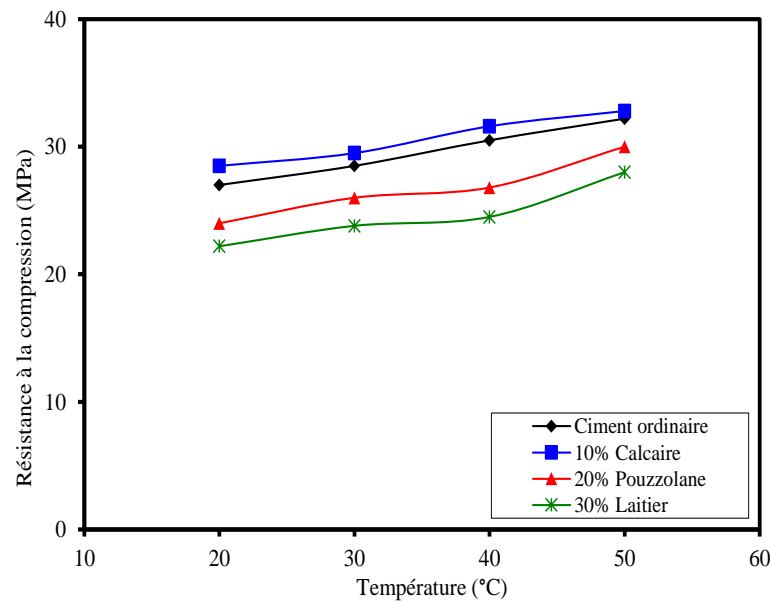


Figure 4.15 : Résistance à la compression à 07 jours pour une durée de cure de 03 jours.

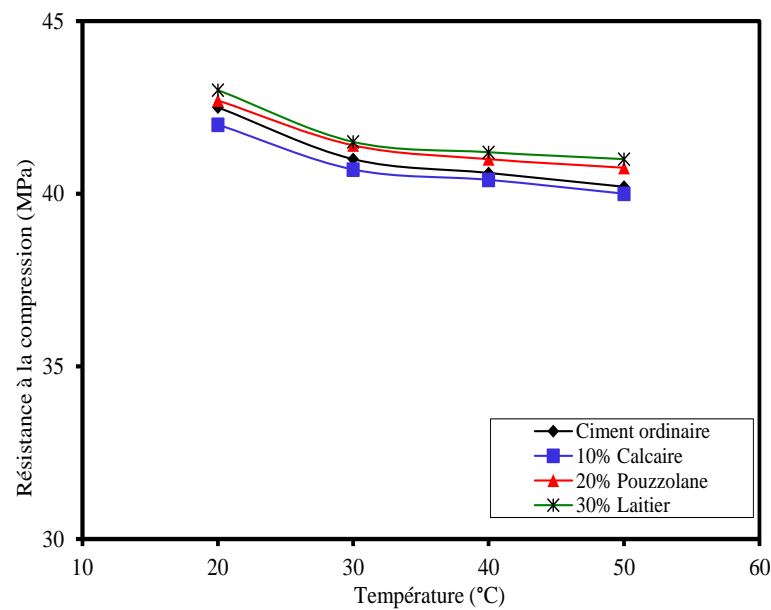


Figure 4.16 : Résistance à la compression à 28 jours pour une durée de cure de 03 jours.

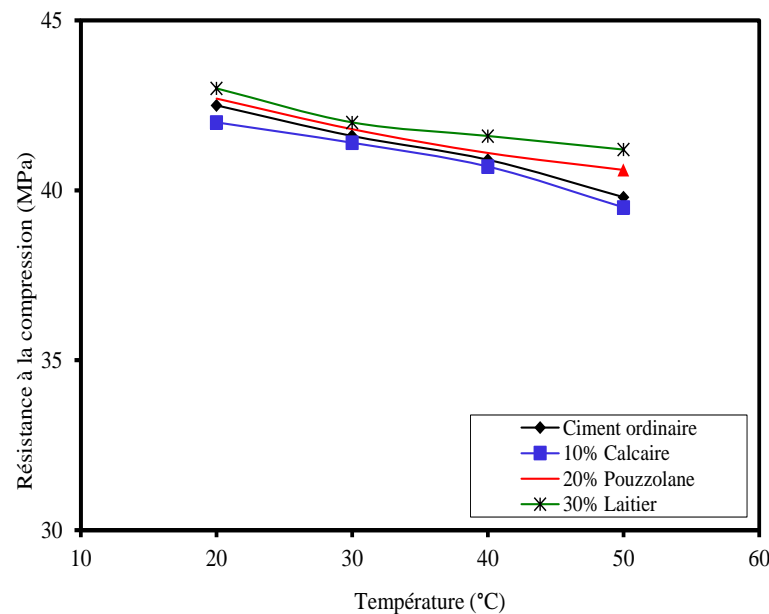


Figure 4.17 : Résistance à la compression à 28 jours pour une durée de cure de 07 jours.

Plus tard, une diminution des résistances à la compression est observée sous l'effet de l'élévation de température de cure pour tous les types de mortiers étudiés. Cette diminution de la résistance est le résultat de l'hydratation initiale rapide causant plus d'hydrates formés avec une distribution non uniforme. Ceci affecte la taille et la distribution des pores particulièrement de larges pores capillaires (Mindess et Young, 1981). Ces résultats sont en conformité avec ceux d'autres chercheurs (Oztek, 1984, Kim et al. 1998) où l'élévation de la température de cure au jeune âge possède un effet considérable sur le développement des résistances à long terme. A 28 jours d'âge, la réaction pouzzolanique de la pouzzolane naturelle et l'hydraulicité du laitier se déclenchent et engendrent une augmentation des résistances des mortiers qui dépassent celles du mortier ordinaire. A 90 jours, une chute de résistance avec l'augmentation de température est observée pour tous les mortiers. Cette chute est moins évidente lorsque le mortier contient des additions minérales surtout en dépassant une température de 30°C.

Pour un mortier qui subit une cure de 1 jour sous une température de 50°C, on enregistre une chute de résistance de 9 et 10 % pour un mortier à base de ciment ordinaire et celui contenant 10 % de calcaire. Par contre, cette chute est seulement de 5% lorsque le ciment est remplacé par 20% de pouzzolane naturelle ou 30% de laitier. La présence de la

pouzzolane ou du laitier réduit l'effet néfaste de l'élévation de température où plus les éprouvettes sont exposées, plus l'effet est réduit. Plus la durée de conservation est prolongée, plus la pouzzolane et le laitier contribuent à minimiser l'effet néfaste de l'élévation de la température sur les résistances mécaniques à long terme. Ces résultats sont s'accordent parfaitement avec les conclusions apportées par d'autres chercheurs (Ezziane et al., 2007 ; Abd-El Aziz et al., 2012).

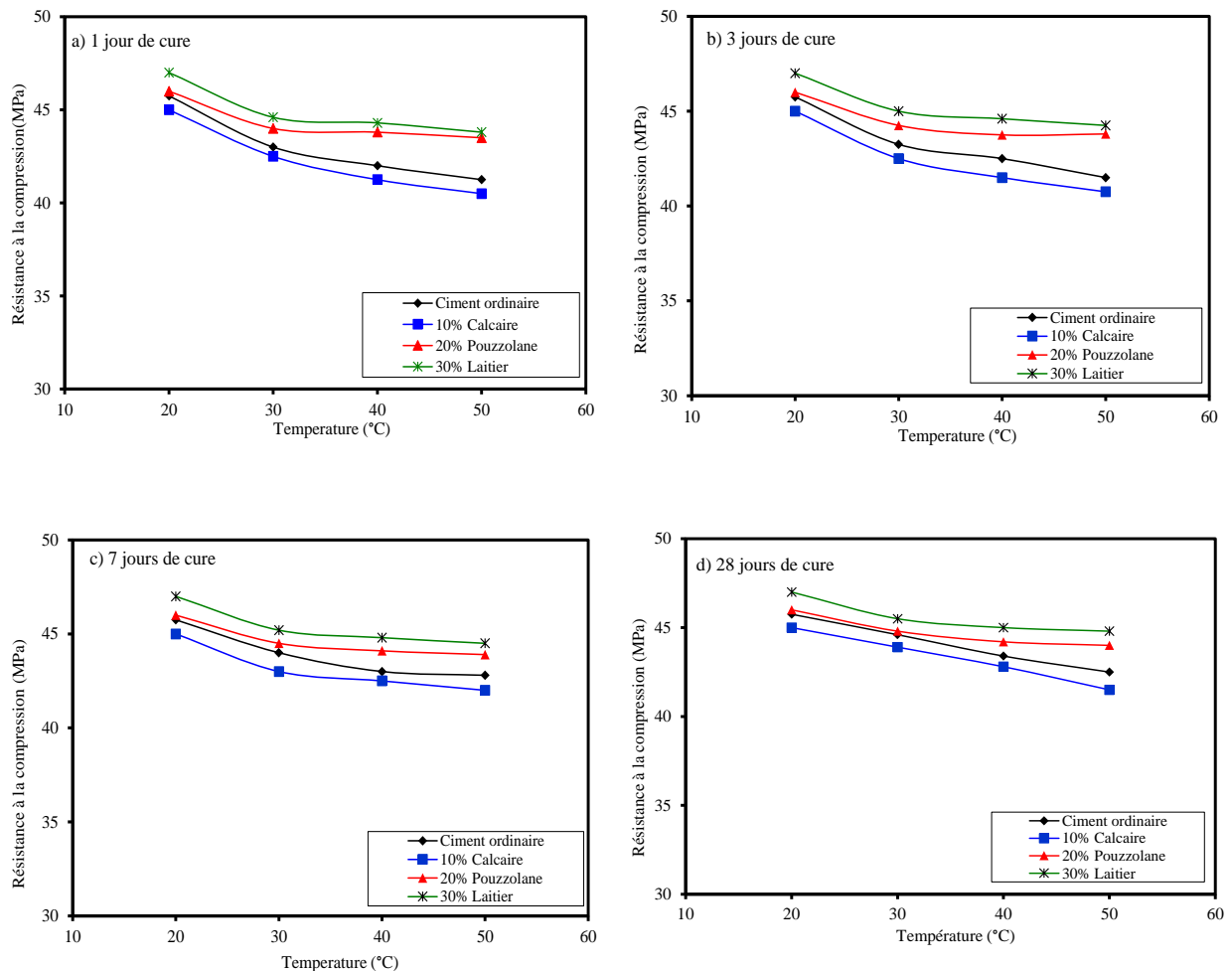


Figure 4.18 : Résistance à la compression à 90 pour plusieurs durées de cure

4.4. Propriétés de durcissement

Afin de mieux analyser ces résultats, nous utilisons une approche adoptée par l'ASTM standard (ASTM C 1074-93, 1995) pour l'estimation des résistances du béton par l'approche de la maturité et qui suppose que la cinétique de l'hydratation peut être prédite par l'équation suivante :

$$R = R_u \frac{t - t_0}{(t - t_0) + t_{50}} \quad (4.1)$$

Avec :

R : propriété du ciment (chaleur d'hydratation, retrait, résistance, etc)

R_u : valeur ultime,

t_0 : temps de la période dormante avant le développement de la résistance (peut être assimilé au temps de fin prise en heure,

t_{50} : temps nécessaire pour atteindre 50 % de la valeur ultime en heure.

Cette équation peut être écrite comme suit :

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_u} + \frac{t_{50}}{R_u} \left(\frac{1}{t - t_0} \right) \quad (4.2)$$

La corrélation des résultats donne des droites de forme ($Y=b+aX$), d'où on peut tirer les valeurs des demi-âges de résistance t_{50} . Ces résultats obtenus sont représentés dans le tableau 4.1, pour les différentes températures. Pour le calcul, on prend comme résistances ultimes celles correspondants à 90 jours.

Tableau.4.1 : Valeurs de t_{50} en heure et des résistances finales
Pour les différents types des ciments.

Types de Ciment	Résistances finales(Mpa)				Demi-âges de résistance t_{50} (jours)				Energie d'activation (kJ/mole)
	20 °C	30°C	40 °C	50°C	20 °C	30 °C	40 °C	50°C	
CEMI	48,19	45,09	42,79	41,18	4.48	3.01	2.12	1.45	29.45
10% Calcaire	47,66	44,09	42,09	40,05	4.10	2.75	1.74	1.10	28.86
20% Pouzzolane	50,9	46,65	44,54	42,29	7.11	4.67	3.32	2.10	34.82
30% Laitier	53,43	49,05	46,96	43,75	8.13	5.95	4.14	2.35	35.22

4.4.1. Demi-âge de résistance

Le demi-âge de résistance représente le temps nécessaire au mortier ou au béton pour atteindre la moitié de la résistance ultime. La figure 4.19 représente les variations des demi-âges de résistance obtenus en fonction de la température de cure pour les différents types de mortiers étudiés.

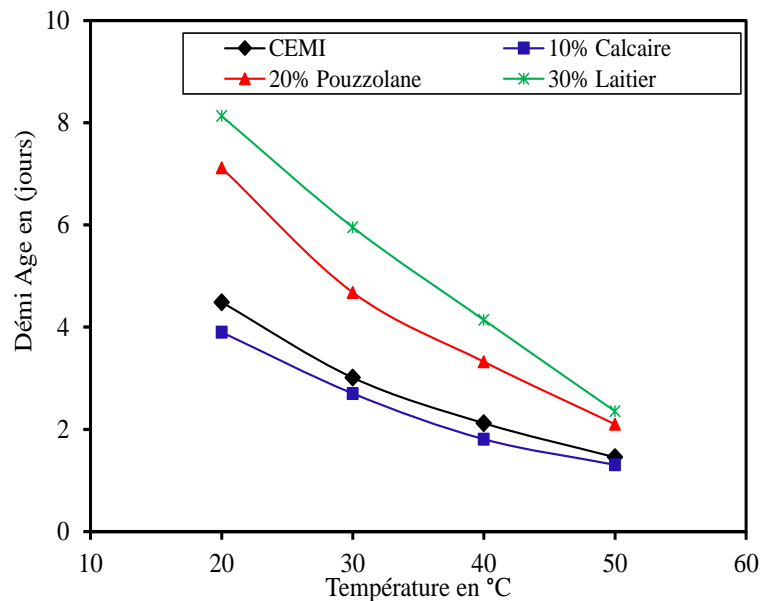


Figure 4.19 : Demi-âge de résistances en fonction de la température de cure.

Bien que le laitier et la pouzzolane naturelle soient considérés comme des ajouts actifs, leurs présences dans la composition du ciment fait retarder l'évolution des résistances au jeune âge et de même augmenter le demi-âge de résistance. Par contre, l'élévation de la température crée une diminution monotone du demi-âge de résistance comme le montre la figure 4.19. L'ajout calcaire est considéré comme inerte, mais il contribue à l'amélioration des résistances au jeune âge en modifiant la cinétique d'hydratation. Ceci engendre une diminution du demi-âge de résistance qui reste légèrement inférieur à celui du ciment ordinaire. On note que l'élévation de la température conduit à un rapprochement des valeurs de demi-âge quel que soit l'ajout utilisé ; ainsi il apparaît que l'effet de la nature de l'ajout disparaît avec l'élévation de la température de cure.

4.4.2. Energie d'activation

Il est très intéressant d'utiliser le concept de l'énergie d'activation de la réaction d'hydratation pour visualiser la différence entre l'activation des ajouts minéraux et celle du ciment témoin (ciment sans ajouts). En considérant la réaction d'hydratation comme une simple réaction, on peut évaluer sa cinétique par la relation d'Arrhenius suivante (Chanvillard et D'Aloia, 1997 ; Roy et Idorn, 1982) :

$$k = A \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (4.3)$$

Avec :

k : constante cinétique,

E_a : énergie d'activation,

R : constante des gaz parfaits ($R=8.314$ J/mole K°)

T : Température en degré Kelvin

A : constante.

Pour deux températures T_1 et T_2 , le même degré d'avancement de l'hydratation doit être achevé aux temps t_1 et t_2 d'où on peut écrire :

$$\frac{k_1}{k_2} = \exp\left[\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}\right)\right] = \frac{t_2}{t_1} \quad (4.4)$$

Les valeurs de l'énergie d'activation E_a peuvent être calculées en utilisant les temps correspondant à 50 % du degré d'avancement de l'hydratation (T_{50}) pour deux températures données. Le tableau 4.2 présente l'énergie trouvée pour chaque type de ciment et pour les différentes températures. On remarque que la présence de ces ajouts actifs tels que le laitier et la pouzzolane modifient considérablement l'énergie d'activation du mélange en provoquant une augmentation de près de 20%. Malgré que la pouzzolane engendre une énergie plus faible que celle du laitier, elle reste considérée parmi les ajouts les plus actifs et les plus conseillés en climat chaud autant plus qu'elle représente seulement 20% dans le ciment. Le calcaire donne des énergies d'activation plus faible que celle des autres ajouts. Ceci lui rend plus actif au jeune âge et moins sensible à l'élévation de température.

Le tableau 4.2 représente aussi une comparaison des énergies d'activation trouvées par d'autres chercheurs sur des ajouts différents. Il est bien clair que les ajouts locaux possèdent des énergies plus faibles tout en gardant le même comportement vis-à-vis de l'élévation de température. Cela est souvent attribué à leurs compositions chimiques et minéralogiques caractérisées par un faible taux de verre et à leurs finesses moins élevées. On peut ajouter à cela la qualité du clinker utilisé où ce dernier demeure le premier responsable du taux d'activité de toute addition minérale.

Tableau 4.2 : Variation de l'énergie d'activation en présence pour les différents ajouts en kJ/mole

Taux de substitution	Ajout	0%	10%	20%	30%	40%	50%	65 %	Observations
Travaux de thèse	Calcaire	29.8	28.86						SSB (CEM I) = 3100 SSB (C) = 3200 cm ² /g
	Pouzzolane	29.8		34.82					SSB=3150 cm ² /g
	Laitier	29.8			35.22				SSB=3100 cm ² /g
(Roy et Idorn.1982)	Laitier	44.31					49.1		Ciment ; 3680 cm ² /g laitier ; 5590 cm ² /g
(Ezziane et al 2007)	Pouzzolane	24.4				32.6			SSB=3200 cm ² /g
(Weiping et coll.1994)	Laitier	39.0						49.3	/
(Bougara et al. 2001)	Laitier	25.79					45.84		Ciment ; 3100 cm ² /g laitier ; 3627 cm ² /g

4.4.3. Résistances ultimes

Dans le cadre d'une approche très simple, et étant donné l'influence de la température sur le développement de la résistance du béton, on peut admettre que la résistance ultime est très proche de la résistance à 90 jours. Généralement, ces résistances peuvent être représentées par une fonction affine et décroissante de l'accroissement de la température de cure, selon l'équation suivante décrite par l'équation de D'Aloia et Chanvillard (1997) :

$$R_u(T) = R_u(20^\circ\text{C})[1 - k(T - 20)] \quad (4.6)$$

Où k est la pente du modèle normalisé qui correspond à la moyenne des valeurs obtenues dans la bibliographie égale à $10.2 \cdot 10^{-3}$.

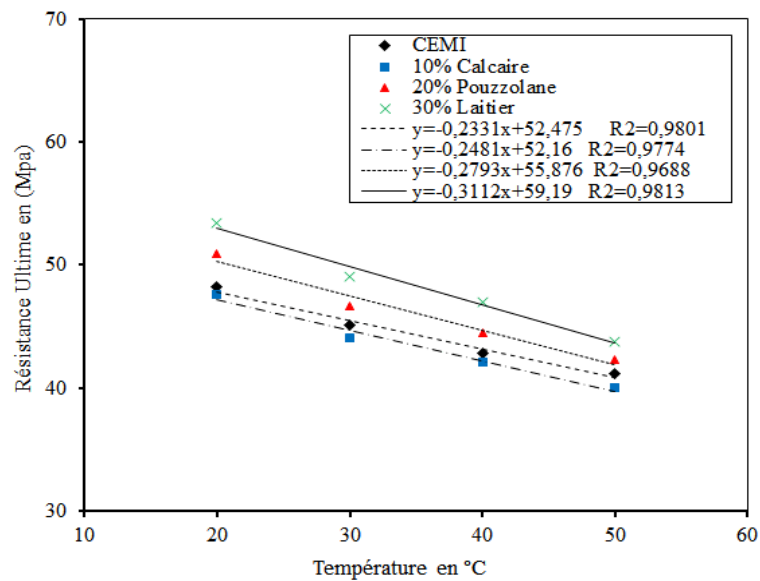


Figure 4.20 : Résistances finales ultimes en fonction de la température de cure.

La présence des ajouts minéraux tels que le calcaire, la pouzzolane et la laitier dans la composition du ciment modifie considérablement les résistances ultimes. D'après la figure 4.20 on remarque des valeurs de résistances décroissantes avec l'élévation de température pour tous les mélanges étudiés et représentées par des droites affines avec des coefficients de correction qui varient entre 0.96 et 0.98. Ceci a conduit les recherches vers une utilisation de ce produit afin d'acquérir des performances meilleures selon des modes de conservation appropriés spécialement sous des conditions atmosphériques sévères de température.

4.5. Préviation des résistances mécaniques

4.5.1. Principe de maturité

La prise en compte du double effet de la température et du temps sur la cinétique d'hydratation fait appel au principe de la maturité et du temps équivalent (Plowman, 1956). Le principe de la maturité consiste à exprimer l'avancement de l'hydratation du ciment et l'évolution des propriétés du matériau, non pas en fonction de l'âge réel mais en fonction de sa maturité. Pour un béton donné, cette maturité dépend de la température de cure à laquelle il a été soumis durant son historique de cure.

La norme ASTM C918-93 (1995) considéré que l'utilisation de l'équation de maturité développée à partir d'essais normalisés de résistance à la compression sur éprouvettes constitue une méthode aussi valable d'estimation de la résistance potentielle d'un béton à âge donné que la détermination directe.

La première définition de la notion de maturité a été proposée par Saul pour un béton soumis à une cure humide (Saul, 1951), elle est donnée la relation suivante :

$$M = \sum_0^t (T - T_0) \Delta t \quad (4.7)$$

Avec :

M : maturité (°C heures ou °C jours)

Δt : intervalle de temps (en heures ou jours)

T : la température moyenne du béton pendant l'intervalle Δt

T_0 : température en dessous de laquelle l'hydratation cesse ($T_0 = -10^\circ\text{C}$).

Pour prévoir la résistance à la compression du ciment avec la température de durcissement, une relation entre la résistance et la maturité est nécessaire. Plowman (1956) a exprimé cette relation par une forme logarithmique donnée par :

$$R = a + b \ln(M) \quad (4.8)$$

Avec :

R : représente la résistance mécanique.

a, b : des coefficients spécifiques du béton.

M : maturité (°C heures ou °C jours)

4.5.2. Nouveau modèle de prévision des résistances

On a utilisé le principe de maturité pour prédire l'évolution de la résistance des mortiers à base des ciments composés, conservés sous des températures de cure variables à partir des mortiers de référence (sans ajout). Les équations logarithmiques des résistances à la compression pour une maturité inférieure à 350 (°C.heures), sont présentées dans le tableau 4.3.

Tableau 4.3 : Relation entre la résistance et la maturité ($M < 30$ (Cx heures)) :
 $R = a + b \ln(M)$

Type de Ciment	Equation logarithmique De la résistance	Coefficient de Corrélation R^2
CEMI	$S_c = 8.6 \ln(M) - 18.45$	0.9721
CEMII (10 % Calcaire)	$S_c = 8.44 \ln(M) - 16.50$	0.9337
CEMII (20% Pouzzolane)	$S_c = 8.95 \ln(M) - 23.54$	0.9695
CEMII (30% Laitier)	$S_c = 8.57 \ln(M) - 23.28$	0.9642

D'après les figures 4.21 à 4.2 on remarque une dispersion entre la résistance à la compression et la maturité au-delà de $M > 350$, d'où la relation (4.8) de la maturité n'est plus valable pour prédire les résistances mécaniques à long terme. Pour cela on doit appliquer un coefficient de correction k (k_c , k_T , k_t) composé de trois paramètres ; celui exprimant le type de ciment (C), celui exprimant l'effet de la température (T) et celui de l'âge (t), d'où la maturité équivalente s'écrit comme suit :

$$M_e = M k_c k_T k_t \tag{4.9}$$

Avec :

$$\begin{aligned} k_c &= f(\text{cement type}) \\ k_T &= e^{-0.03T} \text{ (Température)} \\ k_t &= e^{-0.015t} \text{ (âge)} \end{aligned} \tag{4.10}$$

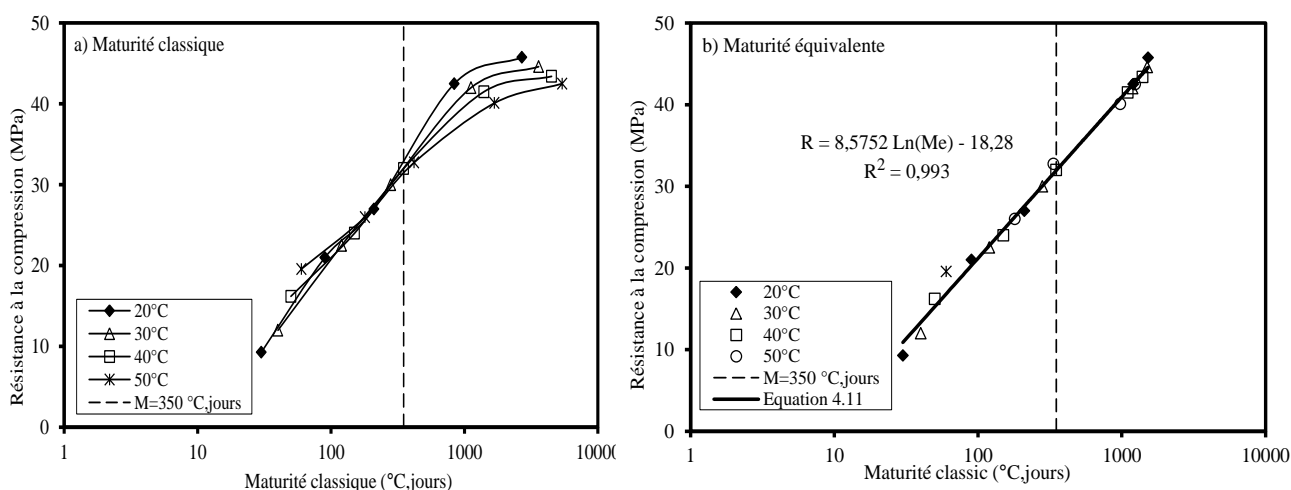


Figure 4.21 : Résistance à la compression en fonction de la maturité pour le ciment portland.

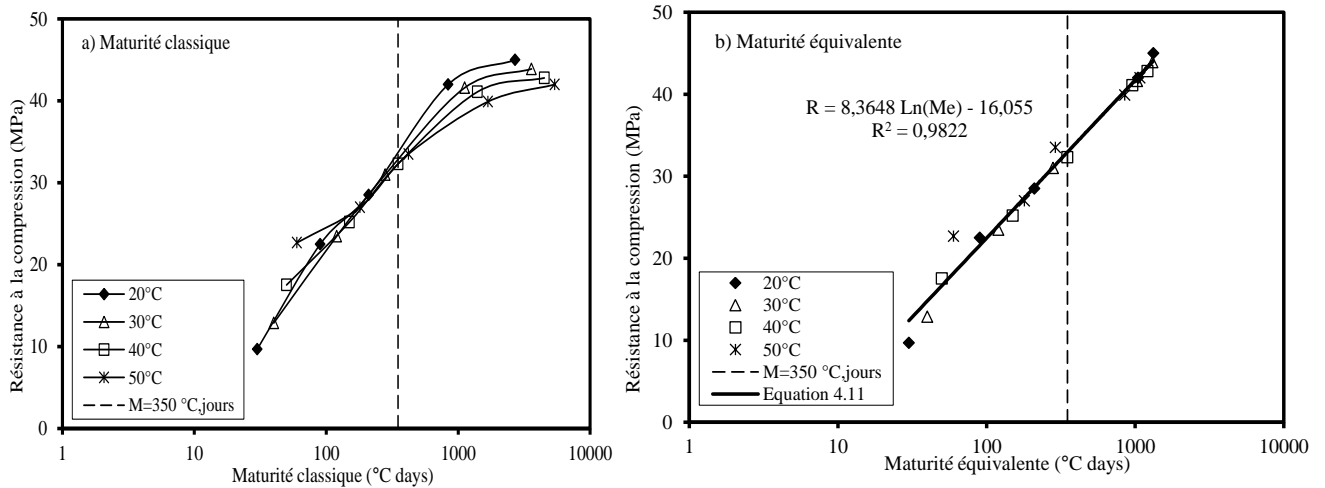


Figure 4.22 : Résistance à la compression en fonction de la maturité pour le ciment au calcaire.

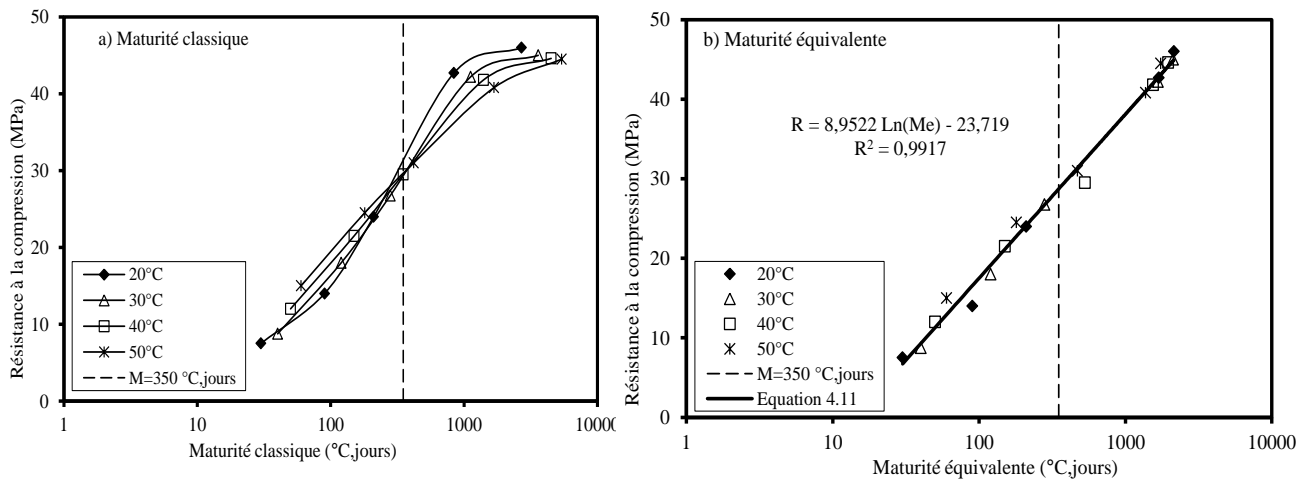


Figure 4.23 : Résistance à la compression en fonction de la maturité pour le ciment à la pouzzolane

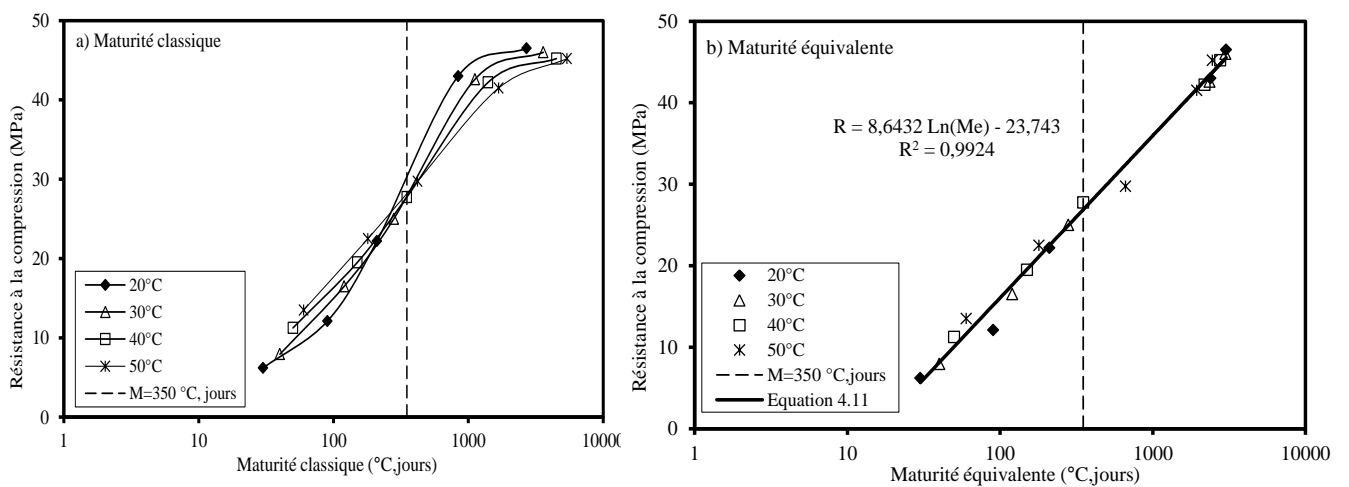


Figure 4.24 : Résistance à la compression en fonction de la maturité pour le ciment au laitier.

La relation de prévision de la résistance pour les différents types des ciments étudiés en fonction du nouveau modèle de la maturité s'écrit comme suit :

$$\begin{aligned}
 R &= a + bLn(M) \dots\dots\dots M \leq 350 \\
 R &= a + bLn(M_e) \dots\dots\dots M > 350
 \end{aligned}
 \tag{4.11}$$

Les équations logarithmiques de la résistance pour une maturité supérieure à 350 (°C.heures), sont présentées dans le tableau 4.4. Les figures 4.21.b à 4.24.b représentent la corrélation des résistances par ce nouveau modèle ou ces coefficients de corrélation R² s'approchent considérablement de l'unité et la dispersion à long terme disparaît, ainsi il assure la linéarité entre la résistance mécanique et le logarithme de la maturité

Tableau.4.4 : Relation entre la résistance et la maturité équivalente (M>350) :
 $R = a + bLn(M_e)$

Cement type	Valeurs de k _c	Equation logarithmique De la résistance	Coefficient de corrélation R ²
CEMI	3.97	$R=8.57Ln (Me) - 18.25$	0.9930
CEMII (10 % Calcaire)	3.45	$R=8.37 Ln (Me) - 16.05$	0.9822
CEMII (20% Pouzzolane)	5.58	$R=8.95 Ln (Me) - 23.72$	0.9917
CEMII (30% Laitier)	7.87	$R=8.64 Ln (Me) - 23.74$	0.9924

4.5.3. Validation du modèle

Le modèle développé, pour la prédiction de l'effet de la température sur la résistance à la compression du ciment contenant différents ajouts minéraux, par la méthode de la maturité doit être validé avec d'autres résultats, on a choisi de vérifier ce modèle par les résultats des résistances obtenus sous des températures de cure variables. Entre autre, certains résultats trouvés par d'autres chercheurs (Sang et Kim, 2004, Kim et al., 2002 ; Eren, 2008) ont été sélectionnés. La première étude a été faite par Sang et Kim (2004) sur un mortier à base de ciment portland conservé sous des températures de 10, 23 et 50 °C avec un rapport E/C égal à 0.4. La deuxième étude est présentée par Kim et al. (2002) sur un mortier contenant du ciment portland conservé sous des températures de 10, 23, 35 et 50 °C, avec un rapport E/C égal à 0.5. La troisième étude faite par Eren (2008) sur un mortier contenant 50% du laitier exposé sous des températures de 20, 35,60 et 80 °C. (Voir la figure 4.25).

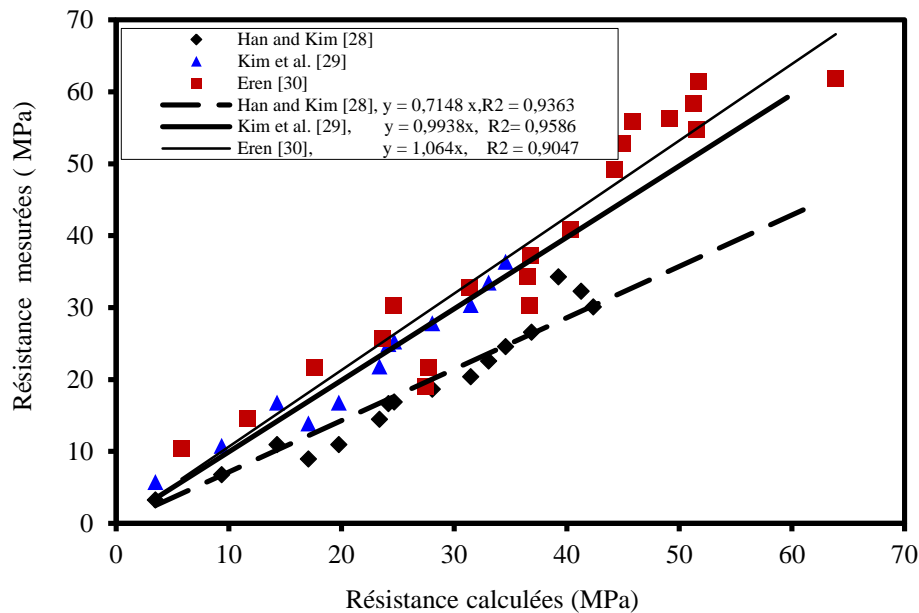


Figure 4.25 : Comparaison entre les résistances expérimentales et calculées.

D'après les résultats obtenus, on remarque que les coefficients de corrélation pour les deux chercheurs (Sang et Kim, 2004 ; Kim et al. 2002) sont satisfaisante, seulement le coefficient de corrélation obtenu pour les résultats de Eren (Eren.2008) est un peu faible par rapport aux autres chercheurs. Cela et peut être dû à la température élevée qui atteint 80°C.

Le nouveau principe de maturité équivalente a été appliqué aussi sur les résultats sous des cures à température variable. La figure 4.26 illustre les corrélations obtenues entre les valeurs mesurées et calculées avec l'utilisation du principe de la maturité équivalente. La fiabilité de cette dernière est plus que parfaite où elle atteint des coefficients de corrélation très proche de l'unité avec un rapprochement inférieure à 4%.

L'utilisation du principe de maturité équivalente présente des résultats satisfaisants pour la prévision de résistances mécaniques à long terme pour les différents types des ciments étudiés conservés sous différentes température de cure. On peut conclure que l'utilisation du modèle classique est valable pour la prévision de résistance à courte terme, par contre à long terme il est indispensable d'utilisé le nouveau modèle de maturité équivalente.

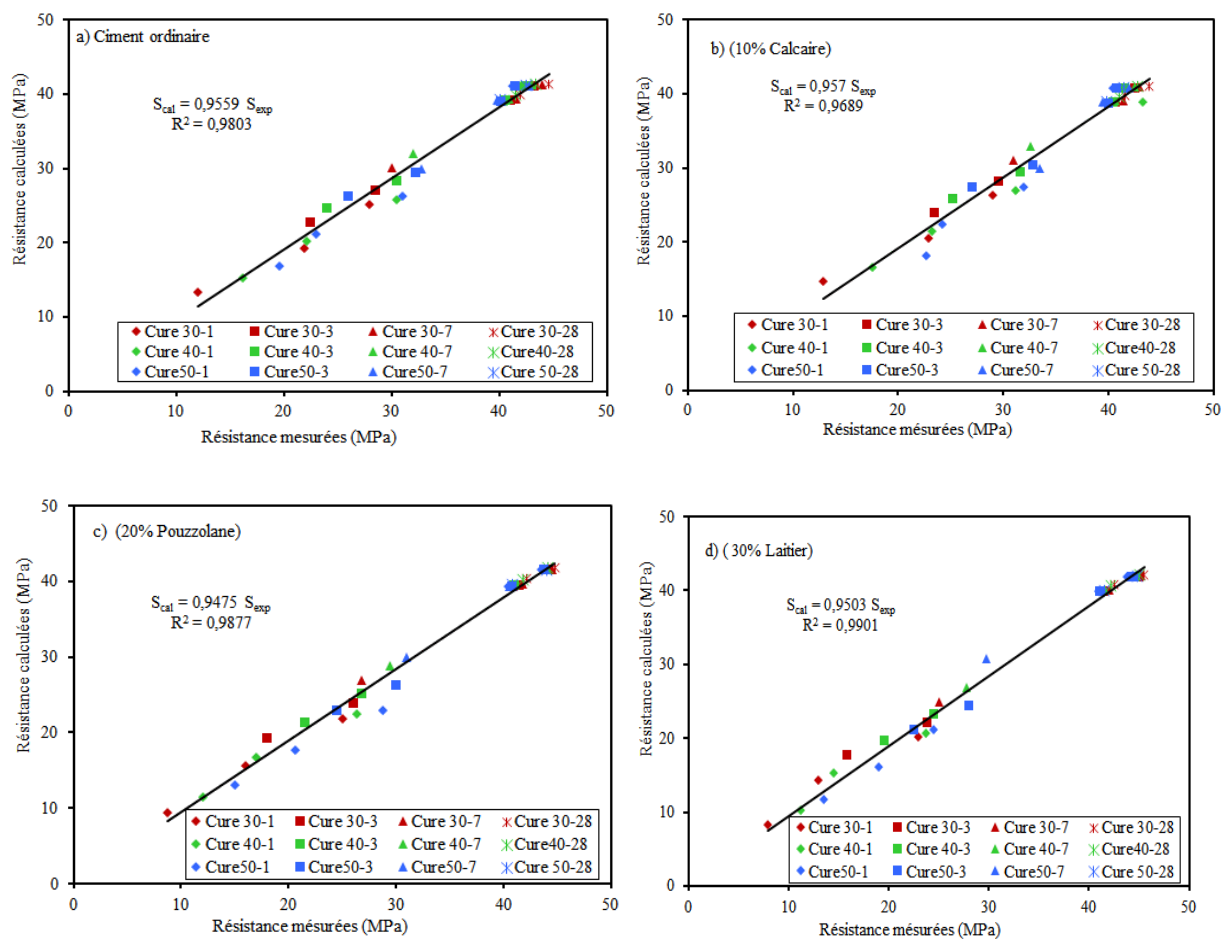


Figure 4.26 : Relation entre les résistances expérimentales et calculées de différents ajouts.

4.6. Conclusion

L'analyse des résultats obtenus, des résistances à la compression et à la traction des mortiers à base des ciments composés durcissant sous différentes températures de cure, on a permis de déterminer les propriétés de durcissement tels que le demi-âge de résistance, les résistances ultimes et l'énergie d'activation. Ceci conduit à bien comprendre la contribution des additions minérales sur l'hydratation sous des températures de cure élevées. Ainsi nous avons pu trouver une relation de la résistance mécanique en fonction de la maturité en portant une correction à l'indice de maturité. Les résultats obtenus ont montré que le modèle de la maturité équivalente proposée à une fiabilité plus élevée pour la prévision des résistances mécaniques des ciments composés surtout à long terme.

Chapitre 05 :

*Hydratation des
ciments composés
Sous des
températures élevées*

5.1. Introduction

L'étude de la cinétique de la chaleur d'hydratation apparaît comme un passage obligé pour comprendre les phénomènes physico-mécaniques qui contrôlent le comportement des matériaux cimentaires. L'hydratation commence dès que les différentes phases du ciment entrent en contact avec l'eau de gâchage et qui s'accompagne avec un dégagement de chaleur ce qui rend l'hydratation du ciment exothermique.

Cette étude expérimentale est basée sur le suivi de l'évolution du degré d'hydratation pour un ciment ordinaire et ceux contenant 10% de calcaire, 20% de pouzzolane ou 30% du laitier. La chaleur est mesurée avec un calorimètre semi adiabatique posé dans une chambre climatique avec des températures contrôlées de 20, 30, 40 et 50°C. Les résultats obtenus permettent de mieux comprendre l'effet de la température de cure sur la cinétique d'hydratation et de comprendre la contribution des additions minérales sur la modélisation de la chaleur et l'amélioration de la qualité de la pâte.

5.2. Cinétique d'hydratation

5.2.1. Influence du type d'ajout utilisé

L'essai calorimétrique étant fait sur un ciment ordinaire où on a substitué le ciment par 10% de calcaire, 20% de pouzzolane et 30% du laitier. Il paraît important d'étudier l'influence du type d'ajout sur la mesure de degré d'hydratation. Les essais ont été réalisés à une température de 20°C. Les résultats sont présentés sur le tableau 5.1 pour les cinq premiers jours après le contact du ciment avec l'eau de gâchage.

Tableau 5.1 : Valeurs de la chaleur d'hydratation dégagée en J/g pour différents types de ciment à $T=20^{\circ}\text{C}$.

Age	CEM I	Calcaire 10%	Pouzzolane 20%	Laitier 30%
1 jour	279	232	185	195
2 jours	310	271	228	245
3 jours	317	273	229	252
4 jours	323	274	230	256
5 jours	327	276	240	258

Le ciment ordinaire se caractérise par une hydratation rapide qui atteint 58% de sa valeur finale à 12 heures d'âge et accomplit 90% durant 36 heures. Ceci possède des conséquences positives sur la rigidité et des conséquences négatives sur la microstructure qui sera vulnérable à la fissuration précoce si aucune mesure de cure n'est utilisée.

a) Calcaire :

D'après les résultats obtenus, on remarque que le ciment à base de calcaire présente une évolution continue de la chaleur d'hydratation pour atteindre 84% de sa valeur finale pendant le premier jour. Au deuxième jour, elle représente 98% et atteint sa valeur maximale au troisième jour qui avoisine les 99%, ceci qui confirme l'effet positif de cette addition au jeune âge où l'effet de dilution crée par cette addition inerte est rapidement compensé par son activité physique. Au cinquième jour, la chaleur descend de 15 % par rapport à celle du ciment ordinaire ce qui rend l'activité du calcaire limitée à long terme. L'addition du calcaire peut avoir plusieurs effets, comme l'augmentation du taux d'hydratation du ciment qui induit une diminution des pores capillaires, ce qui rend plus difficile la percolation de l'eau (Neto et Campitelli, 1990 ; Laure Pelletier-Chaignat et al., 2012).

b) Pouzzolane :

Le ciment à la pouzzolane naturelle présente moins de chaleur d'hydratation à cause de l'effet de dilution et à la réaction pouzzolanique retardée. La figure.5.1 montre une évolution de la chaleur dégagée inférieure à celle du ciment sans ajout où ce ciment atteint 79% de sa valeur finale dans 24 heures. Après le deuxième jour, il représente 97 % de sa valeur finale. Au cinquième jour, la chaleur dégagée avoisine 100%. Ce résultats est conforme à celui trouvé par Turanli et al. (2005) où ils ont montré que les ciments composés aux pouzzolanes dégagent une faible chaleur d'hydratation par rapport aux ciments portland, ainsi que lorsque le dosage en pouzzolane augmente, la chaleur d'hydratation diminue et la quantité de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ diminue, due à la réaction pouzzolanique qui consomme la portlandite. Ils ont déclaré que les échantillons de ciment composé contenant la pouzzolane naturelle testés à 7 et 28 jours, ont une faible chaleur d'hydratation mais pour des dosages élevés en pouzzolane cette chaleur augmente. Ce comportement peut être attribué à une participation large de la réaction pouzzolanique due à l'activité pouzzolanique de l'addition.

c) Laitier :

On remarque d'après la figure 5.1, que la présence du laitier donne des dégagements de chaleur inférieurs par rapport à ceux du ciment témoin, cela est dû à son hydraulité latente. Les courbes de la chaleur dégagée présentées sur la figure 5.1, montrent un dégagement faible pendant le premier jour par rapport à celui du ciment sans ajout (témoin). La valeur de la chaleur dégagée à un jour représente 75% de sa valeur finale. Après trois jours, l'hydraulité latente du laitier contribue à faire augmenter la chaleur d'hydratation qui devient presque identique à celle du ciment ordinaire où elle atteint 97% de sa valeur finale. A long terme, cette chaleur peut dépasser celle d'un ciment ordinaire ce qui coïncide avec les résultats trouvés par Garcia et Sharp (2000) qui concluent que la chaleur d'hydratation d'un ciment contenant 60% de laitier dépasse celle du ciment ordinaire.

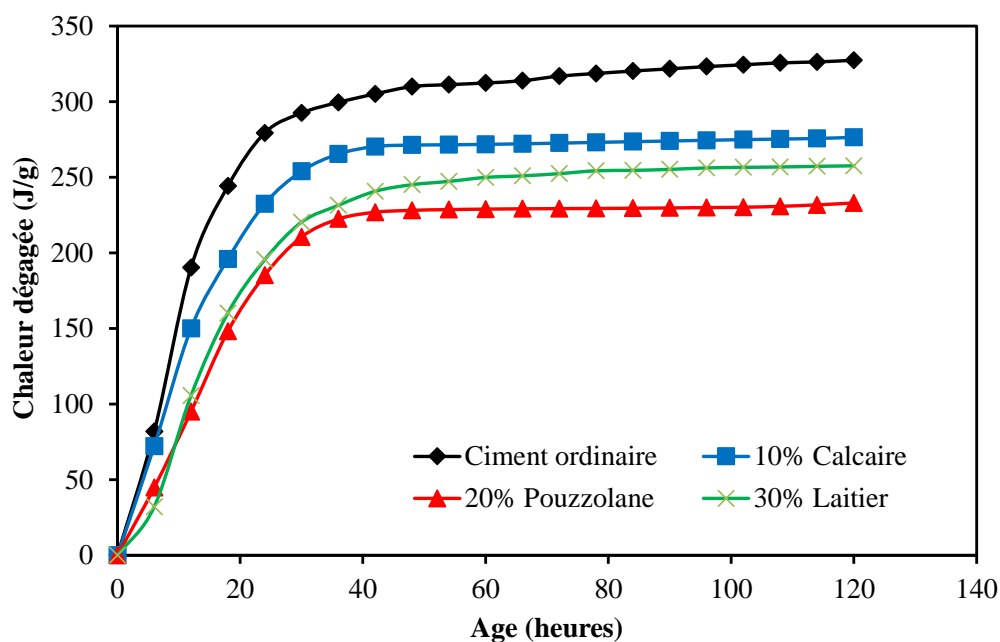


Figure.5.1 : Évolution de la chaleur d'hydratation pour différents types d'ajout ($T=20^{\circ}\text{C}$).

5.2.2. Influence de la température

Les courbes de chaleur dégagée sont déduites directement de la température mesurée au cœur des éprouvettes lors des essais. La figure 5.2 montre l'évolution de la chaleur dégagée à douze heures de conservation sous des températures constantes pour les différents types des ciments étudiés. La température de cure possède un effet positif sur le dégagement de chaleur, sous une température de 50°C le ciment ordinaire présente les valeurs les plus élevées de la chaleur dégagée qui est de l'ordre de 327 J/g .

D'après les résultats obtenus sur les figures 5.2 à 5.5, on remarque que la chaleur dégagée par le ciment au calcaire est plus élevée par rapport à celle des autres ajouts ; elle est de l'ordre 294 J/g suivie par celle du ciment au laitier qui est 254 J/g et du ciment à la pouzzolane naturelle qui donne 199 J/g. Ce qui confirme l'effet positif du calcaire au jeune âge où l'effet de dilution crée par cette addition inerte est rapidement compensé par son activité physique, contrairement à la pouzzolane et le laitier qui se manifeste tardivement à cause de la réaction pouzzolanique retardée pour la pouzzolane et l'hydraulicité latente du laitier. A 24 heures on remarque sur la figure 5.3 une augmentation linéaire de la chaleur dégagée avec l'élévation de la température pour tous les mélanges. On peut constater aussi que le dégagement de chaleur du ciment au calcaire est presque similaire à celui du ciment ordinaire avec l'élévation de la température et garde toujours sa supériorité de son effet positif par rapport aux autres ajouts qui se manifestent tardivement. Les résultats des essais montrent qu'à court terme, il y a un effet catalyseur de la température sur les réactions d'hydratation ; plus la température augmente, plus les cinétiques d'hydratation du ciment sont accélérées. Des résultats similaires sont observés par Mounanga et al. (2004) où le degré d'hydratation des pâtes de ciment, déduit par l'analyse thermogravimétrique, augmente avec la température de cure.

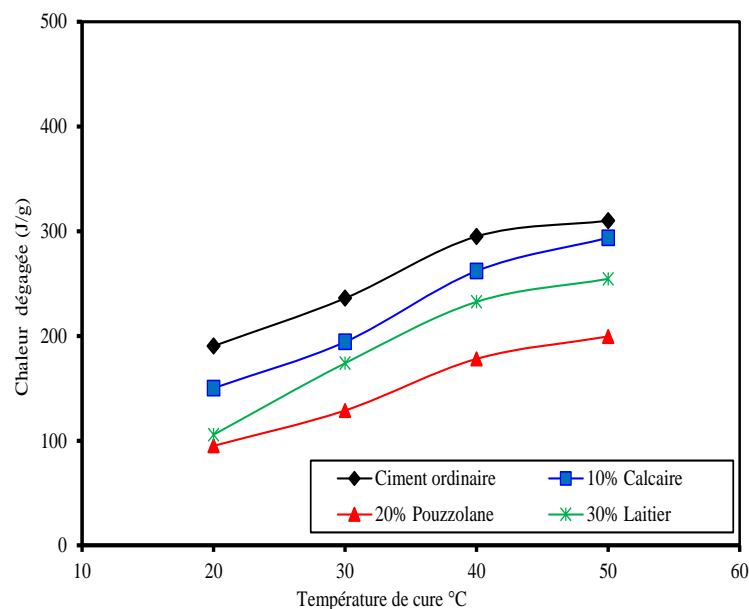


Figure.5.2 : Evolution de la chaleur d'hydratation pour les différents types d'ajouts à 12 heures.

On aperçoit sur la figure 5.4, qu'après le troisième jour d'hydratation et sous une température qui dépasse 40°C, la réaction pouzzolanique de la pouzzolane naturelle et l'hydraulicité du laitier s'enclenchent et engendrent un dégagement de chaleur très important qui avoisine celui du ciment au calcaire et dépasse celui du ciment ordinaire.

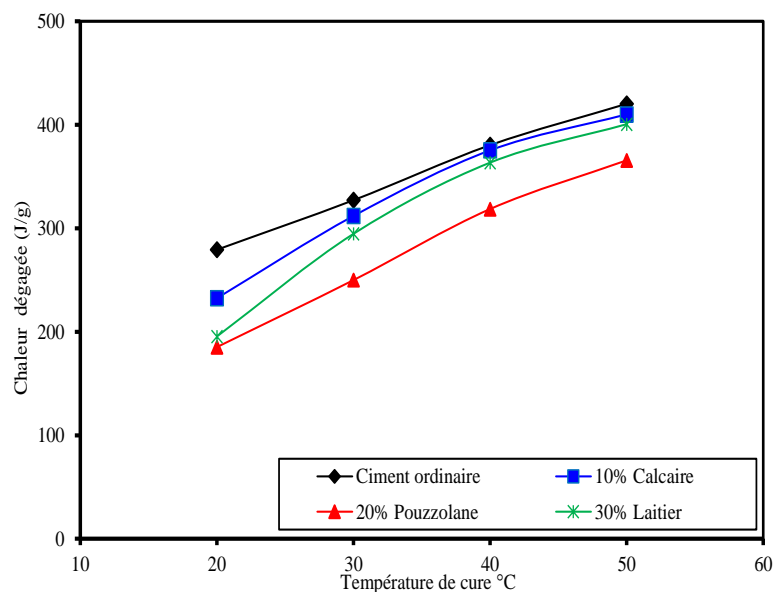


Figure.5.3 : Evolution de la chaleur d'hydratation pour les différents types d'ajouts à 24 heures

D'après la figure 5.5, on constate qu'à partir de la cinquième journée d'hydratation, l'élévation de la température conduit à un rapprochement des valeurs de dégagement de chaleur quel que soit l'ajout utilisé ; ainsi il apparaît que l'effet de la nature d'ajout disparaît avec l'élévation de la température de cure lorsque cette dernière dépasse 40°C.

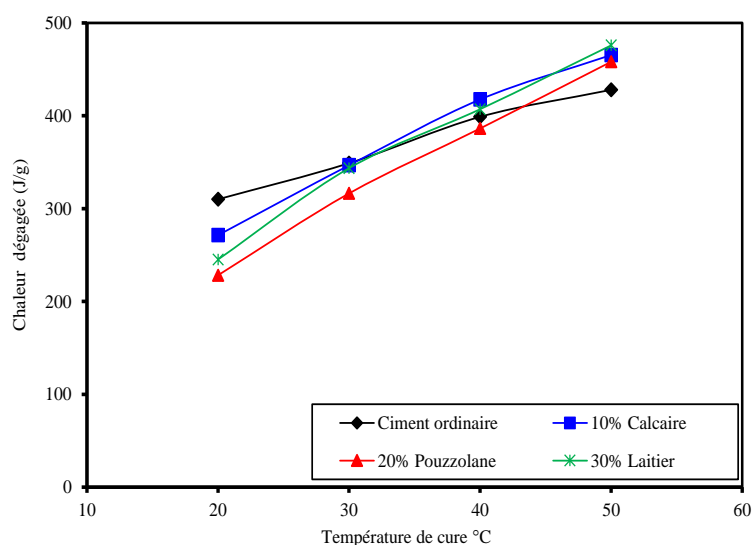


Figure.5.4 : Evolution de la chaleur d'hydratation pour les différents types d'ajouts à 48 heures

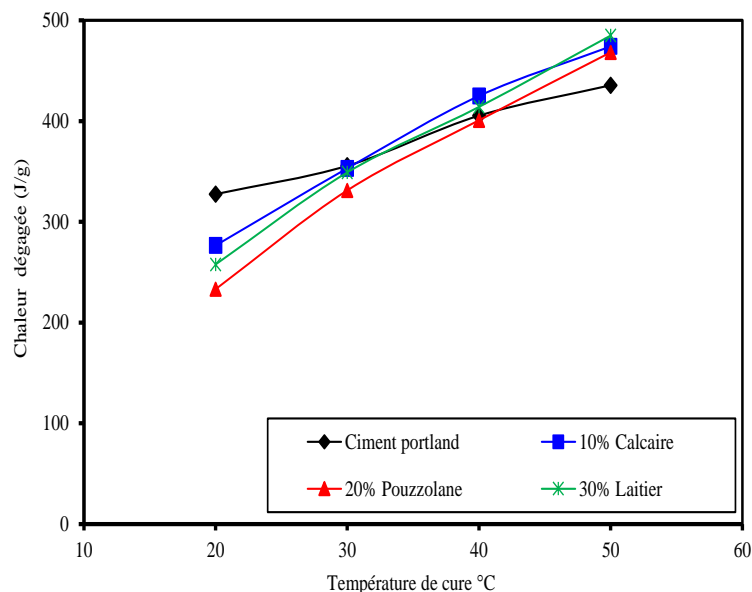


Figure 5.5 : L'évolution de la chaleur d'hydratation pour les différents types d'ajouts à 120 heures

D'après les résultats illustrés sur les figures 5.2 à 5.5, il s'avère que la température de cure accélère l'hydratation des ciments composés qui deviennent plus active et peuvent engendrer des dégagements de chaleurs très importants dépassant, parfois ceux d'un ciment ordinaire. Le tableau 5.2 récapitule les temps pour qu'un ciment contenant une addition minérale atteigne la même chaleur dégagée par un ciment ordinaire. Ce résultat montre l'intérêt que présente l'utilisation des additions minérales en climat chaud. Leur utilisation peut réduire la forte chaleur dégagée par l'hydratation du ciment ordinaire et qui vient s'ajouter à la chaleur naturelle pour nuire à l'état du béton durci. La pouzzolane naturelle avec son activité pouzzolanique retardée résiste mieux à l'élévation de température où sa chaleur sous une cure de 50°C ne dépasse celle d'un ciment ordinaire qu'après 34 heures. Pour un ciment au laitier, cet avantage n'est constaté que si la température reste inférieure à 40°C. Pour une cure sous 50°C, le ciment au calcaire est le plus sensible et peut atteindre la chaleur d'un ciment ordinaire en seulement 15 heures sous une température de 50°C. Par contre, pour les autres ciments composés, il faut presque le double pour se comparer à un ciment ordinaire.

Tableau 5.2 : Temps nécessaire en heures pour atteindre la chaleur d'un ciment ordinaire.

Addition minérale	20°C	30°C	40°C	50°C
Ciment avec 10% Calcaire	/	120	30	15
Ciment avec 20% Pouzzolane naturelle	/	/	/	34
Ciment avec 30% Laitier	/	/	34	28

5.3. Analyse du flux thermique

5.3.1 Effet de type d'ajout sur le flux thermique

En utilisant les résultats obtenus des chaleurs d'hydratation, on peut représenter le flux dégagé par un simple rapport de l'incrément de chaleur sur le pas de temps correspondant. Les courbes de flux thermique ont toutes la même allure avec un rétrécissement de la période dormante avec l'élévation de la température et un allongement avec la présence des additions minérales. Le flux correspondant au second pic est accéléré et augmenté par la température de cure et retardé avec la présence des additions minérales. Sur le tableau 5.3, on présente les valeurs du second pic et les temps de son apparition. D'après la figure 5.6, on remarque que le ciment ordinaire se caractérise par un flux de chaleur plus grand et très rapide par rapport à celui des autres ciments contenant des substances minérales. La valeur du second pic pour le ciment ordinaire est atteinte dans 8 heures seulement.

a) Calcaire :

La courbe du flux thermique représentée sur la figure 5.5 montre que l'ajout calcaire accélère les réactions d'hydratations où son effet se manifeste dès les premières heures. Le tableau 5.3 montre que la valeur du second pic pour le ciment au calcaire est réduite de 10 % environ par rapport au ciment sans ajout avec un temps d'apparition presque similaire. Ceci confirme l'effet accélérateur de l'addition calcaire sur l'hydratation du ciment. Ce résultat est en concordance avec les conclusions de Rahhal et Talero (2004) où ils ont montré que l'effet accélérateur du calcaire contribue considérablement à l'augmentation de flux de chaleur.

b) Pouzzolane naturelle :

Pour un mortier contenant la pouzzolane naturelle, on remarque d'après la figure 5.6, que la valeur du second pic se produit à 10 heures, tout en restant retardée de 2 heures par rapport à celle du ciment ordinaire. D'après les résultats présentés sur le tableau 5.3, on constate que le flux thermique du ciment à la pouzzolane est inférieur de 27 % par rapport à celui du ciment sans ajout. Il apparaît clairement que la contribution de la pouzzolane naturelle à l'hydratation est faible. Ceci confirme les conclusions faites par Turanli et al. (2005), où ils ont montré que les ciments composés aux pouzzolanes dégagent une faible chaleur d'hydratation par rapport aux ciments portland.

c) Laitier :

Lorsqu'un ciment est substitué par 30% de laitier, un changement est apparu sur la courbe du flux thermique enregistré. D'après la figure 5.6, le flux de chaleur est réduit de 18% ainsi que le temps d'apparition est prolongé de 2 heures par rapport à celui du ciment sans ajout. On peut expliquer ces résultats par le caractère hydraulique latent du laitier qui se manifeste tardivement. Cette observation est confirmée par des études antérieures (Roy et Idorn, 1982 ; Weiping, 1994 ; Rahhal et Talero, 2004).

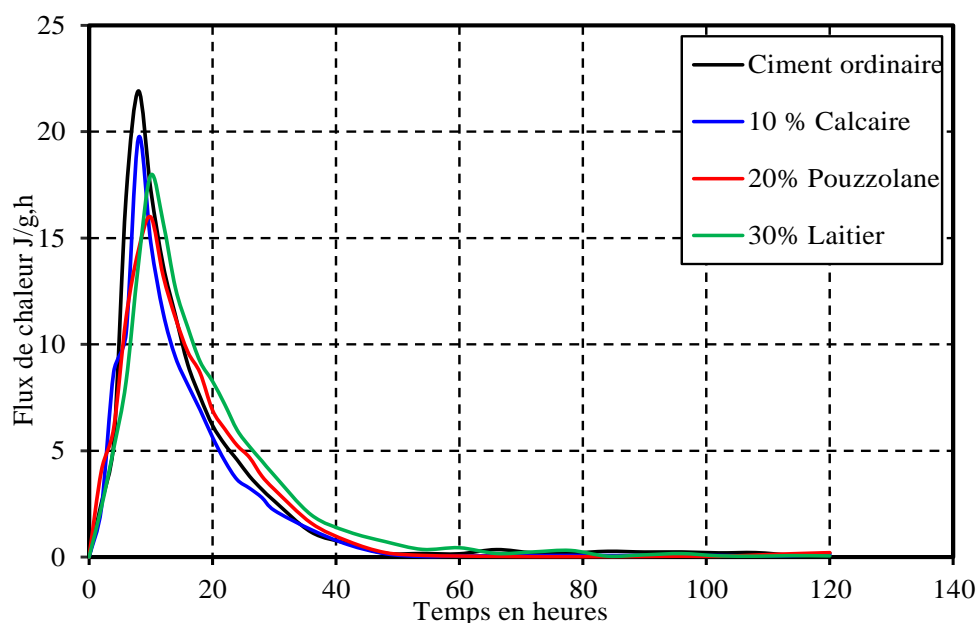


Figure 5.6 : Flux de chaleur dégagée pour les différents types des ciments pour $T=20^{\circ}\text{C}$.

5.3.2 Effet de la température

Le tableau 5.3 et les figures 5.7, 5.8, 5.9 et 5.10, illustrent les résultats obtenus des valeurs du flux thermique du second pic et le temps de son apparition pour chaque type de ciment conservé sous différentes températures de cure. Les courbes obtenues sur la figure 5.7 montrent clairement l'influence de la température sur le processus d'hydratation du ciment ordinaire. On observe une augmentation du flux de chaleur de 11, 30 et 40% par rapport à celui sous 20°C respectivement pour une cure sous 30, 40 et 50°C . De même, le temps de son apparition est réduit avec l'élévation de la température, ce qui crée une accélération de l'hydratation du ciment. Sa valeur passe de 8 à 6 heures entre une cure de 20 à 50°C . Le flux de chaleur est maximal et d'autant plus tôt que la température initiale du béton est plus élevée.

Ce dernier atteint un maximum puis décroît lentement du fait de la faible conductivité thermique du béton (Gautier, 1979).

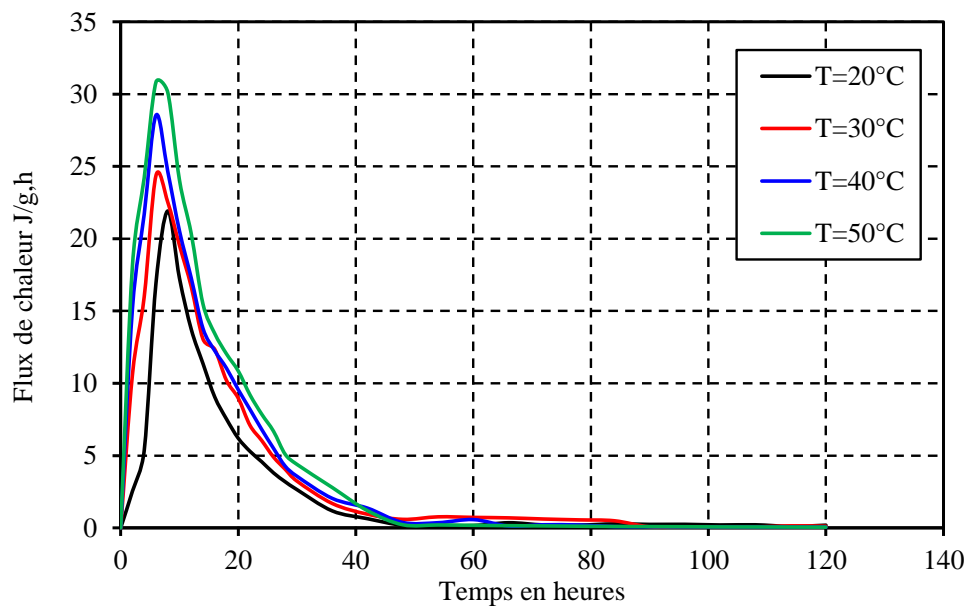


Figure 5.7 : Flux de chaleur dégagée pour le ciment ordinaire sous différentes température.

Tableau 5.3 : Valeurs du flux de chaleur du second pic et son temps de son apparition.

Type de ciment	Temperature °C	Chaleur dégagée J/g.h	Flux de chaleur J/g.h (Pic I)	Temps (h) (Pic II)
CPA	20	327	21,91	8
	30	356	24,36	6
	40	405	28,54	6
	50	436	30,83	6
Calcaire	20	276	19,69	10
	30	353	27,58	8
	40	425	32,93	8
	50	474	35,03	8
Pouzzolane	20	233	15,99	10
	30	331	22,96	8
	40	401	28,36	6
	50	468	30,59	6
Laitier	20	258	17,95	10
	30	349	27,48	10
	40	414	30,07	8
	50	485	37,29	6

a) Calcaire :

On remarque sur la figure 5.8 que les courbes thermiques du ciment au calcaire ont toutes les mêmes allures avec des valeurs de pics qui dépendent de la température de cure. Pour les ciments conservés sous des températures de 30, 40 et 50°C, ces valeurs dépassent respectivement celle du ciment de référence de 40, 67 et 77%. On observe sur le tableau 5.3 que le temps d'apparition est de l'ordre de 8 heures sous une température de 50°C. Par contre à 20°C il se prolonge jusqu'à 10 heures. Lorsque la température s'élève, les réactions chimiques sont accélérées d'où un accroissement très intense du flux de chaleur. La plus grande partie de la chaleur est libérée au cours des tous premiers jours où 50% de la chaleur sera dissipée en 24 heures (M. Venuat, 1989, Vratislav Tydlitát et al., 2014).

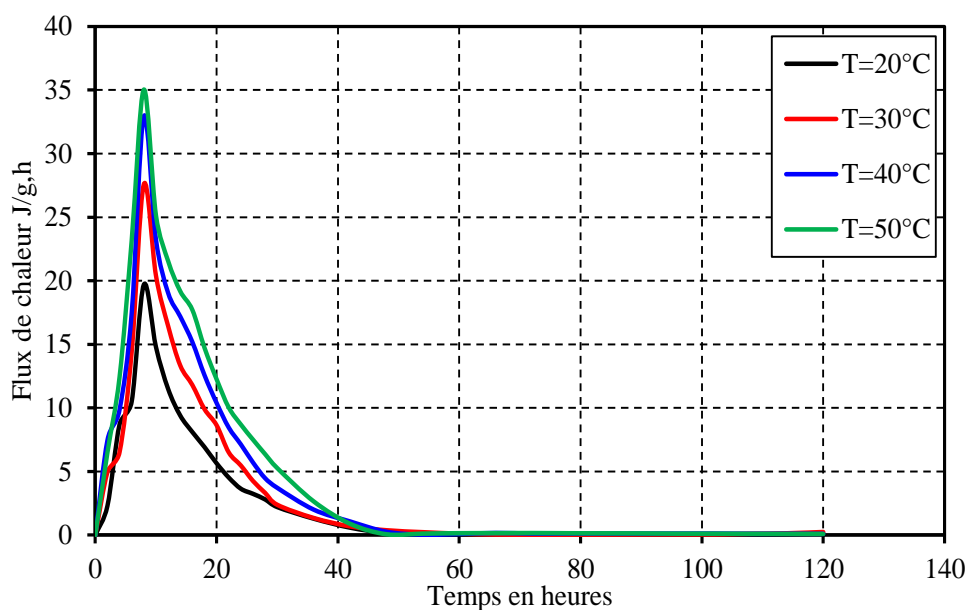


Figure 5.8 : Flux de chaleur dégagée pour le ciment au calcaire sous différentes température.

b) Pouzzolane :

D'après la figure 5.9 et le tableau 5.3, on observe pour le ciment à la pouzzolane naturelle que le flux thermique est influencé par l'élévation de la température. Lorsque la température augmente, le flux thermique s'apparie tôt avec une intensité plus grande par rapport au ciment conservé à 20°C. Par exemple, le flux thermique à 50°C est maximal et prend comme valeur 30 J/g.h avec un temps d'apparition de 6 heures seulement. Par contre à

20°C le flux thermique ne dépasse pas 16 J/g.h à 10 heures. On remarque un palier de ralentissement pour le ciment avec la pouzzolane naturelle par rapport aux autres ajouts tels que le laitier et le calcaire. Par contre la substitution du ciment portland par un autre ajout actif comme la fumée de silice contribue façons remarquable à la diminution de la période dormante et le temps d'apparition du deuxième pic avec l'élévation de la température de cure (Wenhua Zhang et al., 2012).

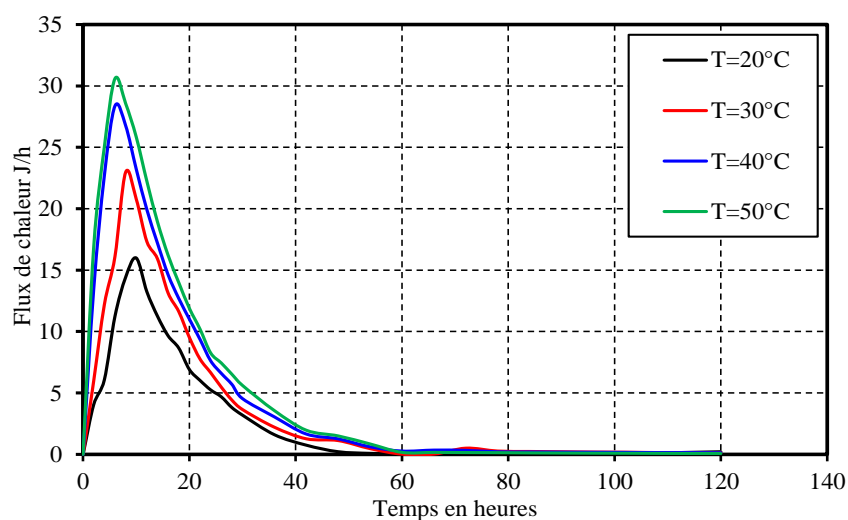


Figure 5.9 : Flux de chaleur dégagée pour le ciment à la pouzzolane naturelle sous différentes températures.

c) Laitier :

Lorsque le ciment est substitué par 30% du laitier, on remarque, d'après les résultats illustrées sur la figure 5.10, que le flux de chaleur correspondant au deuxième pic a augmenté de 53, 67 et 100% pour les températures respectivement de 30, 40 et 50°C par rapport au ciment de contrôle conservé à une température de 20°C. Par ailleurs, son temps d'apparition est réduit avec l'élévation de température. Pour une température de 50°C, sa valeur diminue de 4 heures par rapport à la température de référence de 20°C. Le taux d'hydratation augmente avec la teneur en laitier dans le ciment ainsi que l'élévation de la température diminue le temps d'apparition du deuxième pic en raison de la réaction rapide de C_3A à des températures élevées (Fanghui Han et al., 2015).

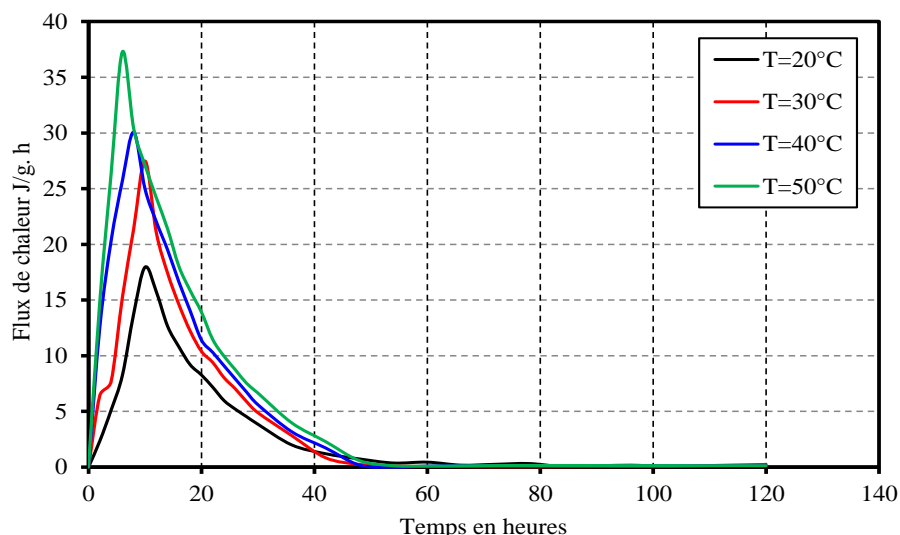


Figure 5.10 : Flux de chaleur dégagée pour le ciment au laitier sous différentes températures.

5.4. Effet de l'indice de basicité

Dans le cas des ciments contenant des substances minérales, l'étude de la chaleur dégagée en fonction de l'indice de basicité est d'une grande importance. Dans une étude présentée par Usharov et al. (Usharov et al. 1998), la chaleur d'hydratation décroît dans le sens d'augmentation de l'indice de basicité pour une plage de basicité allant de 1.34 à 3.16. L'indice de basicité est défini comme le rapport des oxydes basiques sur les oxydes acides représenté par la relation suivante :

$$I_b = \frac{\text{CaO} + \text{MgO}}{\text{SiO}_4 + \text{Al}_2\text{O}_3} \quad (5.1)$$

Lorsque le ciment est substitué par une proportion p de substance minérale, cet indice aura la valeur :

$$I_b = \frac{(1-p)(\text{CaO} + \text{MgO})_{\text{ciment}} + p(\text{CaO} + \text{MgO})_{\text{ajout}}}{(1-p)(\text{SiO}_4 + \text{Al}_2\text{O}_3)_{\text{ciment}} + p(\text{SiO}_4 + \text{Al}_2\text{O}_3)_{\text{ajout}}} \quad (5.2)$$

Le tableau 5.4, indique la variation de la chaleur finale dégagée pendant 5 jours en fonction de l'indice de basicité pour les différents mortiers confectionnés. On constate une nette relation entre la chaleur d'hydratation et l'indice de basicité pour les ajouts actifs tels que la pouzzolane naturelle et le laitier où leurs chaleurs décroissent linéairement avec la

diminution de l'indice de basicité. Par contre le calcaire fait augmenter l'indice de basicité à cause de sa forte teneur en CaO et la faible présence des autres oxydes dans sa composition qui donne par la suite un dégagement de chaleur plus important que celui des ajouts actifs tout en restant inférieur à celui du mortier témoin.

Tableau 5.4 : Variation de la chaleur dégagée en fonction de l'indice de basicité

Ciment	Indice de Basicité	Chaleur d'hydratation
CEM I	2,48	327
Calcaire	2,71	276
Pouzzolane	1,61	233
Laitier	1,81	258

5.5. Prédiction de la chaleur dégagée par le principe de la maturité

La maturité d'un béton définit son état à un temps donné de son durcissement et prend en compte l'effet couplé de la température et du temps d'hydratation du béton (Kada-Benameur et al., 2000). Ainsi, deux bétons atteignent des caractéristiques identiques s'ils possèdent la même maturité quel que soit les conditions de leurs conservations. Ce concept est très important dans le monde du génie civil car il permet de retracer l'évolution des réactions d'hydratation ainsi que les autres propriétés. La maturité peut donc s'exprimer de la manière suivante :

$$M[t, H(T)] = \int_0^t T(\tau) d\tau \quad (5.3)$$

Avec :

- H(T) : Histoire de température
- M[t,H(T)] : Maturité au temps t pour une histoire de température donnée
- T(τ) : Température absolue au temps τ

On a utilisé le principe de maturité pour prédire le dégagement de chaleur des mortiers à base des ciments composés, conservés sous des températures élevées à partir des mortiers de référence (sans ajout). On a vérifié pour chaque type de ciment conservé sous des températures de cure constantes plusieurs corrélations possibles, d'où le modèle logarithmique obtenu qui présente la solution la plus adéquate. L'équation de prévision de la chaleur dégagée peut s'écrire sous la forme suivante :

$$Q = a + b \ln(M + k) \quad (5.4)$$

Avec :

k : coefficient dépend du type de ciment.

M : la maturité atteinte à un temps donnée sous une cure donnée

a et b : représentent les coefficients du modèle logarithmique.

Les coefficients a et b peuvent être exprimés en fonction de la température et de l'âge par les expressions ci-dessous :

$$a = \alpha \times T^n \quad (5.5)$$

$$b = \beta \times t^m \quad (5.6)$$

Les coefficients α , β , n, m sont des coefficients obtenus par l'ajustement des résultats expérimentaux des différents mortiers. Les valeurs obtenues sont récapitulées dans le tableau 5.5.

Tableau 5.5 : Valeurs des paramètres de l'équation 5.4 pour les différents types des ciments.

Paramètres	α	β	n	m	k	R^2
Ciment ordinaire	112,16	-530,73	0,35	-1,34	53,42	0,9845
10% Calcaire	55,23	-603,91	0,56	-1,25	-88,97	0,9868
20% Pouzzolane	48,32	-578,13	0,59	-1,05	-181,62	0,9724
30% Laitier	43,05	-546,00	0,63	-1,14	-82,89	0,9806

Le nouveau modèle proposé de prévision de la chaleur dégagée par le principe de la maturité a été appliqué sur les résultats sous des cures à température constante. Les figures 5.11 à 5.14 illustrent les corrélations obtenues entre les valeurs mesurées et celles calculées avec l'utilisation du principe de la maturité. La fiabilité de cette dernière est plus que parfaite où elle atteint des coefficients de corrélation très proches de l'unité avec un rapprochement inférieur à 3%.

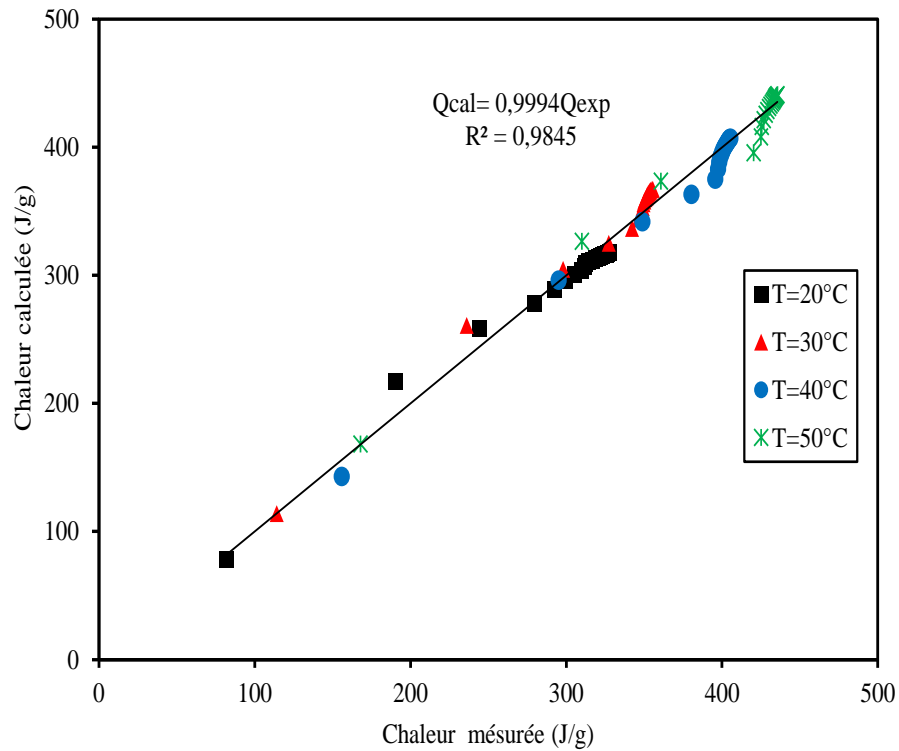


Figure 5.11 : Relation entre les résistances expérimentales et calculées pour le ciment ordinaire.

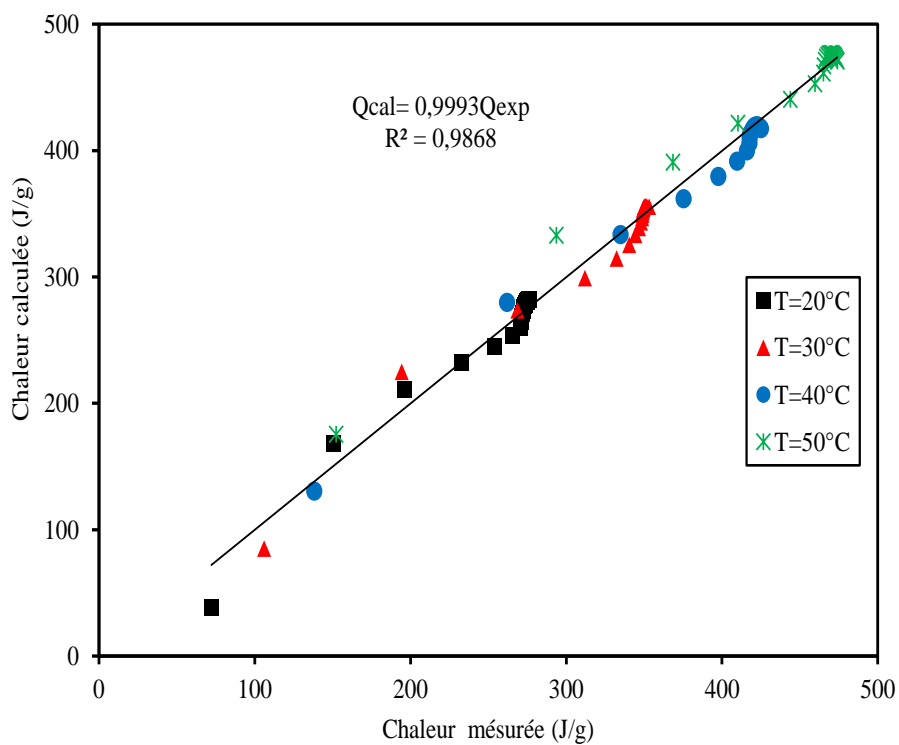


Figure 5.12 : Relation entre les résistances expérimentales et calculées pour le ciment au calcaire.

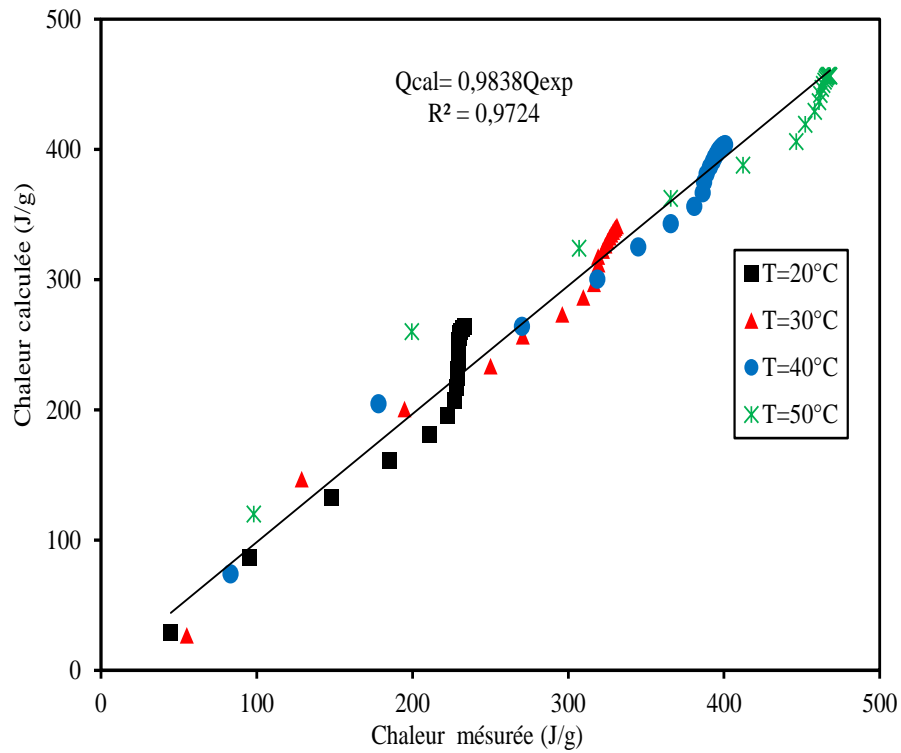


Figure 5.13 : Relation entre les résistances expérimentales et calculées pour le ciment à la pouzzolane.

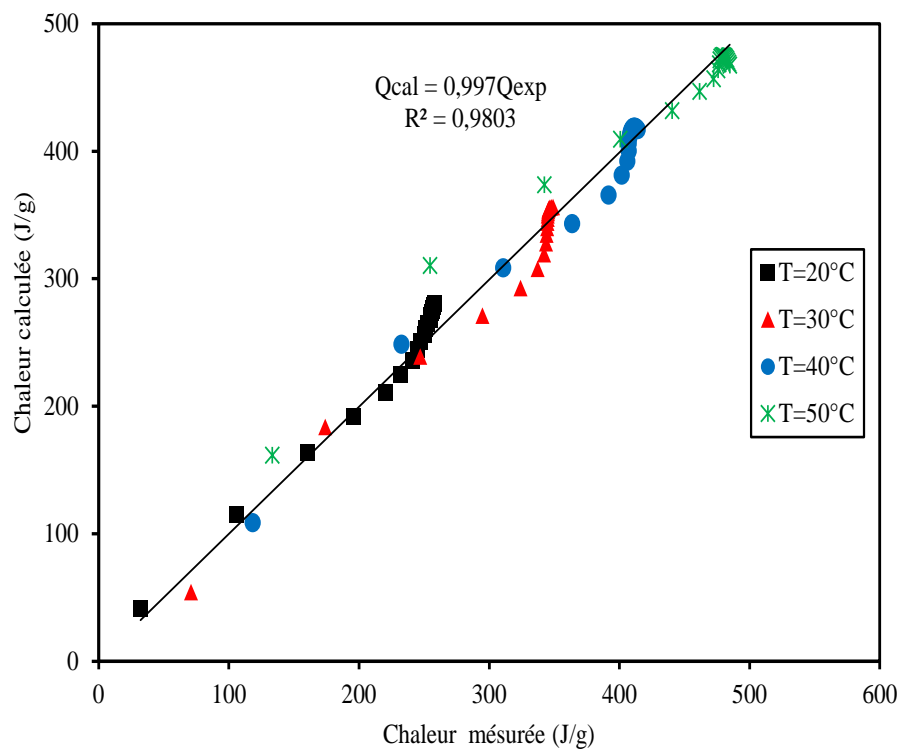


Figure 5.14 : Relation entre les résistances expérimentales et calculées pour le ciment au laitier.

5.6. Conclusion

La substitution du ciment ordinaire par le calcaire contribue à l'évolution de la chaleur d'hydratation avec des valeurs rapprochées durant le premier jour. Ensuite, la chaleur d'hydratation continue son évolution tout en restant inférieure à celle du ciment de référence. Les ciments à la pouzzolane naturelle ou au laitier présentent moins de chaleur d'hydratation à cause de l'effet de dilution et à la réaction pouzzolanique retardée et l'hydraulicité latente du laitier. Ainsi, on a pu trouver une relation d'estimation de la chaleur dégagée en fonction de la maturité. Les résultats obtenus ont montré que le modèle proposé à une fiabilité parfaite où il atteint des coefficients de corrélation très proche de l'unité. Cette proposition attend toujours une validation avec d'autres résultats trouvés par d'autres chercheurs.

Conclusions générales

Conclusions générales

L'objectif de la présente étude est d'approfondir la connaissance sur le comportement mécanique et d'hydratation des ciments composés sous des températures de cure élevées et variables dans le temps. Ainsi le principe de maturité est testé sur certains résultats tels que la résistance mécanique et la chaleur d'hydratation. Il ressort de cette étude que les bétons conservés en climat chaud sont généralement influencés de façons néfastes sur leurs propriétés que ce soit mécanique, physique ou de durcissement. On constate que la dégradation de la microstructure du ciment fait diminuer non seulement sa résistance à la compression mais fait aussi changer sa cinétique d'hydratation.

L'élévation de la température entraîne une modification de la microstructure par une distribution non uniforme des hydrates formés ce qui crée une augmentation de la porosité dans le matériau et une dégradation de ses caractéristiques. Ceci provoque des pertes de rigidité et de résistance à la compression, et rend le matériau dégradé plus vulnérable avec un comportement de plus en plus déformable et une perméabilité accrue favorisant la pénétration des solutions agressives. Pour cela, l'ajout des additions minérales peut contribuer à minimiser ces dégradations et rend le béton plus performant en climat chaud.

D'après cette étude, on peut énumérer les conclusions suivantes qui sont basées sur des résultats expérimentaux conduits sur des mortiers de ciment composé, exposés à différentes températures avec des durées de cure variables :

- L'exposition des mortiers à des cures avec des températures variables possède un effet considérable sur l'évolution des résistances mécaniques au jeune âge, où le mortier au calcaire présente les résistances les plus élevées suivies respectivement par celles du ciment à la pouzzolane et au laitier.
- Le calcaire a un effet accélérateur sur l'hydratation du ciment, ainsi la résistance à la compression au jeune âge augmente avec l'élévation de la température. Par contre à long terme, sa présence conduit à une chute de résistance de 7% sous une température de 50°C.
- La présence de la pouzzolane naturelle dans le ciment diminue l'effet néfaste de l'augmentation de la température. La chute de résistance à 90 jours est moins

prononcée avec la présence de la pouzzolane naturelle où on a enregistré une baisse seulement de 3% entre une cure de 20 et 50°C.

- L'ajout du laitier dans le ciment contribue d'une façon positive à réduire l'effet néfaste de l'élévation de la température où plus les éprouvettes sont exposées plus l'effet est réduit. Ainsi, la chute de résistance à 90 jours sous une température de 50°C n'atteint que 2.5% seulement.
- Lorsque le ciment subit un échelon de température élevée au jeune âge, on enregistre des baisses de résistances à la compression pour tous les types des ciments. Cette diminution est moins prononcée lorsque le ciment est substitué par une addition active comme la pouzzolane ou le laitier. Pour un mortier qui subit une cure de 1 jour sous une température de 50°C, la chute de résistance à 90 jours est de l'ordre seulement de 5 % si le ciment contient 20% de pouzzolane ou 30% de laitier par contre cette chute atteint 10% pour 10% de calcaire.
- L'expression classique de l'indice de maturité semble limitée et ne peut pas exprimer l'évolution de la résistance à partir d'un certain seuil, ou delà de $M > 350$. Une nouvelle expression a été proposée qui tient compte de la nature du ciment, l'âge et la température.
- Les résultats obtenus ont montré que le modèle de la maturité équivalente proposée présente une fiabilité élevée pour la prévision des résistances mécaniques des ciments composés durcissant sous des températures de cure variables, avec des coefficients de corrélation (R^2) qui varie entre 0.90 et 0.98.
- L'élévation de la température de cure conduit à un rapprochement des valeurs de demi-âge quel que soit l'ajout utilisé, ainsi il apparaît que l'effet de la nature d'ajout disparaît avec l'élévation de la température.
- La présence des ajouts actifs tels que la pouzzolane naturelle et le laitier modifient considérablement l'énergie d'activation du mélange en provoquant une augmentation de près de 20%. Par contre le calcaire donne une énergie d'activation plus faible que celle des autres ciments.
- Le ciment à base de calcaire présente une évolution de chaleur d'hydratation continue avec l'élévation de la température et peut dépasser la chaleur d'un ciment ordinaire en seulement 15 heures pour une cure de 50°C.

- Le ciment à la pouzzolane naturelle avec son activité pouzzolanique retardée résiste mieux à l'élévation de la température où sa chaleur sous une cure de 50°C ne dépasse celle d'un ciment ordinaire qu'après 34 heures.
- La présence du laitier diminue le dégagement de chaleur à cause de son hydraulicité latente. Son dégagement de chaleur est un peu faible durant le premier jour par rapport à celui du ciment sans ajout (témoin). Il atteint la chaleur d'un ciment sans ajouts qu'après 28 heures sous une température de 50°C.
- La température de cure a un effet considérable sur le dégagement de chaleurs finales pour tous les mélanges étudiés telle que l'augmentation de la chaleur dégagée entre une cure de 20 et 50°C est de 33, 72, 100 et 88% respectivement pour le ciment ordinaire et ceux contenant 10% de calcaire, 20% de pouzzolane naturelle et 30% de laitier.
- L'élévation de la température influe sur les valeurs du flux thermique et en particulier celui du second pic. Lorsque la température de cure augmente de 20 à 50°C, le flux du second pic augmente de 41, 78, 91 et 107% respectivement pour le ciment ordinaire et ceux contenant 10% de calcaire, 20% de pouzzolane naturelle et 30% de laitier. De même le temps d'apparition du second pic est écourté de 2 heures pour le ciment ordinaire et le ciment au calcaire et de 4 heures lorsque le ciment est composé de pouzzolane naturelle ou de laitier.
- Le nouveau modèle proposée pour la prévision des chaleurs dégagées des ciments composés sous des températures de cure constantes présente une large satisfaction des résultats obtenus, où il donne des coefficients de corrélation très proche de l'unité. Les écarts moyens entre les valeurs mesurées et calculées par le nouveau modèle ne dépasse pas 9, 11, 18, 14 J/g pour le ciment ordinaire et ceux contenant 10% de calcaire, 20% de pouzzolane naturelle et 30% de laitier. Cette proposition du modèle attend toujours une validation avec des résultats des autres travaux des chercheurs.

Perspectives

Ce travail de recherche a permis d'établir une base de données expérimentale conséquente et grâce à une meilleure compréhension du comportement mécaniques et d'hydratation des ciments composées en climat chauds. Pour cela, il été nécessaire de proposer quelques perspectives qui restent à explorer :

- Comment le degré d'hydratation évolue-t-il à long terme en présence des additions minérales et sous des températures élevées.
- Préciser la structuration des phases d'hydratation des ciments composées sous des températures élevées.
- Prévission de la chaleur d'hydratation et le flux de chaleur des ciments composés sous des températures de cure variables par le principe de la maturité.
- Quantification de l'efficacité des additions minérales dans la composition du ciment en climat chaud.
- Etude de l'influence de l'augmentation de la température sur d'autres propriétés des ciments composées tels que le retrait, le fluage, durabilitéetc.
- Analyser l'effet d'autres types de liants composés et l'efficacité des solutions techniques proposées (ajout de fibres ou d'adjuvants réducteurs de retrait) sur le risque de fissuration des bétons au jeune âge à cause de l'élévation de la température.
- Comportement rhéologique des mortiers et bétons en climat chaud.
- Détermination des modèles qui décrivent les évolutions du degré d'hydratation en fonction de quelques paramètres environnementaux, afin de lier directement l'évolution mécanique du matériau à son évolution physico-chimique.

Références
bibliographiques

*References bibliographies***A**

- Abd-El Aziz M.A., Abd El Aleem S., Heikal M., “*Physico-chemical and mechanical characteristics of pozzolanic cement pastes and mortars hydrated at different curing temperatures*”, *Construction and Building Materials*, 26(1), 2012, pp.310-316.
- ACI committee 305. “*Recommended practice for hot weather concreting*”, 1982.15p
- Alahmadi B., “*Initial and final setting time of concrete in hot weather*”, *Materials and Structures*, Vol. 33, Oct. 2000, pp.511-514.
- Amrane A., Kenai S., “*Propriétés mécaniques et durabilité du béton au laitier en climat chaud*”, *Proceedings du Séminaire International sur la qualité du béton en climat chaud*, Ghardaia, 22-24 Mars 1994, pp.106-122.
- Arnaud L., Thinet S., “*Mechanical evolution of concrete during setting*”, *Materials and Structures*, Vol, 36(260), 2003, pp.355-364.
- Ashraf M., Naeem Khan A., Qasair A., Mirza J., Goyal A., Anwar A.M., “*Physical-chemical, morphological and thermal analysis for the combined pozzolanic activities of minerals additives*”, *Construction and Building Materials*, Vol. 23, 2009, pp. 2207-2213.
- ASTM C 1074-93, “*Standards practice for estimating concrete strength by the maturity method*”, *ASTM Standards in ACI 301 and 318, Publication SP-71*, 1995, ACI, Farmington Hills, pp.297-303.
- ASTM C 618-94., “*Standard Specification for coal fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use as a mineral admixture in Portland cement concrete*”, *ASTM Standards in ACI 301 and 318, Publication SP-71*, 1995, ACI, Farmington Hills, pp.238-240.
- ASTM C 918-93., “*Specification for Steel Sheet, Zinc-Nickel Alloy-Coated by the Electrolytic Process for Applications Requiring Designation of Coating Mass on Each Surface*”, *ASTM Standards Update*, February, 1995.
- Atis C.D., Kilic A., Sevim U.K., “*Strength and shrinkage properties of mortar containing a nonstandard high calcium fly ash*”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 34, N°1, 2004, pp.99-102.
- Atrushi D.S., “*Tensile and compressive creep of early age concrete: testing and modelling*”, PhD Thesis, The Norwegian University of Science and technology Trondheim, Norway, 2003, 333p.

B

- Bajou L., Youjun X., Qianlian Y., “*Influence of ultrafine fly ash composite on the fluidity and compressive strength of concrete*”, *Cement and concrete research*, Vol. 30, 2000, pp.1489-1493.
- Baroghel-Bouny V., Mounanga P., Khelidj A., Loukili A., Rafai N., “*Autogenous deformations of cement pastes: Part II: W/C effects, micro-macro correlations, and threshold values*”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 36, N°1, 2006, pp.123-136.

- Bazant Z.P., Cusatis G., Cedolin L., *“Temperature effect on concrete creep modelled by microprestress-solidification theory”*, Journal of Engineering Mechanics (ASCE), Vol. 130 (6), 2004, pp.691-699.
- Bazant Z.P., *“Mathematical Modelling of creep and shrinkage of concrete”*, John Wiley and Sons Ltd, 1988, 469p.
- Behim M., Cyr M., Habita M.F., Clastres P., Hauts-Fourneaux d'El Hadjar (Algérie) : *“Réactivité du laitier granulé, Revue Ciments, Bétons, Plâtres et Chaux ”*, N° 860, Avril-Mai 2003, pp.40-44.
- Bentz D.P., Garboczi E.J., *“Percolation of phases in a three-dimensional cement paste microstructure model”*, Cement Concrete Research, Vol. 21, 1991, pp.325-344.
- Bergstrom S.G., *“Curing temperature age and strength of concrete”*, Magazine of Concrete Research, Vol. 5(14), 1951, pp.61-66.
- Birt J.C., *“Curing concrete-an appraisal of attitudes, practices and knoweidge”*, CIRIA Report 43, second edition, 1981, 31p.
- Bissonnette B., Pigeon M., *“Tensile creep at early age of ordinary silica fume and fiber reinforced concretes”*, Cement and Concrete Research, Vol. 25, 1995, pp.1075-1085.
- Bouasker M., Mounanga P., Turcry P., Loukili A., Khelidj A., *“Chemical shrinkage of cement pastes and mortars at very early age: Effect of limestone filler and granular inclusions”*, Cement and Concrete Composites, Vol. 30(1), 2008, pp.13-22
- Boubekeur T.**, Boulekbache B., *‘Effet de Calcaire et de Laitier Sur les Propriétés Physico mécaniques et la durabilité des Ciments Portlands’*, 29^{ème} Rencontres Universitaires de l'AUGC, Tlemcen (Algérie), 29-31 mai 2011, 10 p.
- Boubekeur T.**, Boulekbache B., Makhelouf A., *‘Influence du laitier sur les propriétés des ciments à base de calcaire’*, Symposium International sur la Construction en Zone Sismique, Université Hassiba Benbouali de Chlef (Algérie), 26–27 octobre 2010. 10 p.
- Boubekeur T.**, Ezziane K., *‘Influence de la variation de la température de cure sur le comportement mécanique des mortiers à base des ciments composés’*, Colloque International sur les Matériaux et le Développement Durable, Université de Boumerdes, 6-9 Mai 2013, 9 p.
- Boubekeur T.**, Ezziane K., Kadri E-H., *‘Estimation of mortars compressive strength at different curing temperature by the maturity method’*, Construction and Building Materials, Vol. 71, 2014, pp.299-307.
- Bougara A., Ezziane K., Kadri A., *‘Prédiction des résistances du ciment au laitier durcissant sous une température’*, Canadian Journal of Civil Engineering, Vol. 28, 2001, pp.555-561.
- Bouguara A, Milestone N.B, Kadri A, Ezziane K, *‘Characteristics of the calorimetric behaviour of Algerian blast-furnace slag’*, Global Slag Conference, November 2008, Strasbourg. www.propubs.com/gcg.

Brue F., *“Rôles de la température et de la composition sur le couplage Thermo-Hydro-Mécanique des bétons”*, Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lille, octobre 2009, 291p.

C

Caijun Shi, Day Robert L., *“Some factors affecting early hydration of alkali-slag cements”*, Cement and Concrete Research, Vol. 26(3), 1996, pp.439-441.

Caré S., *“Effect of temperature on porosity and on chloride diffusion in cement pastes”*, Construction and Building Materials, Vol. 22, 2008, pp.1560-1573.

Carino N.J, R.C.Tank, *“Maturity functions for concretes made with various cements and admixtures”*, ACI Materials Journal, Vol. 89(2), 1992, pp.188-196.

Carino N.J., Lew H.S., *“The maturity method: from theory to application”*, Proceedings of the structures congress and Exposition, May 21-23, Washington 2001, 19 p.

Castellote M, Alonso C, Andrade C, Turrillas X, Campo J. *“Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction”*, Cement Concrete Research, Vol. 34, 2004, pp.1633-1644.

Chanvillard G., D'Aloia L., *“Concrete strength estimation at early age: modification of the method of equivalent age”*, ACI Materials journal, Vol. 94 (6), 1997, pp.520-530.

Chindaprasirt P., Homwuttiwong S., Sirivivatnanon V., *“Influence of fly ash fineness on strength, drying shrinkage and sulphate resistance of blended cement mortar”*, Cement and Concrete Research, Vol. 34(7), 2004, pp.1087-1092.

Collins F., Sanjayan J.G., *“Effect of ultra-fine materials on workability and strength of concrete containing alkali-activated slag as the binder”*, Cement and concrete research, Vol. 29, 1999, pp.459-462.

D

De Larrard F., *“Construire en béton : l'essentiel sur les matériaux, chapitre 4, le béton durcissant”*, presse de l'école nationale des ponts et chaussée, 2002, p197, Paris.

De Schutter G., *“Degree of hydration based Kelvin model for the basic creep of early age concrete”*, Materials and Structures, Vol. 32, 1999, pp.260-265.

Deschner F., Lothenbach B., Winnefeld F., Neubauer J., *“Effect of temperature on the hydration of Portland cement blended with siliceous fly ash”*, Cement and Concrete Research, Vol. 52, (2013), pp.169-181.

E

EL-Alfi E., Danweesh H. and EL-Diamony H., *“Addition of limestone in the low heat Portland cement”*, Ceramics- Silikaty, Vol. 44(3), 2000, pp.109-113.

Elkhadiri I., Puertas F., *“the effect of curing temperature on sulphate-resistant cement hydration and strength”*, Construction and Building Materials, Vol. 22, 2008, pp.1331-1341.

EN 197-1., *“Ciment : Composition, spécifications et critères de conformité- partie 1 : ciments courants”*, 1996, 27 p.

- Eren O., "Strength, development of concretes with ordinary Portland cement, slag or fly ash cured at different temperatures", *Materials and structures*, Vol. 35, November 2002, pp.536-540.
- Escalante-Garcia, J.I., Sharp, J.H., "The Microstructure and Mechanical Properties of Blended Cements Hydrated at Various Temperatures", *Cement and Concrete Research*, Vol. 31(5), 2001, pp.695-702.
- Escalante-Garcia J.I., Sharp J.H., "The effect of temperature on the early hydration of Portland cement and blended cement", *Advances in Cement Research*, Vol. 12(3), 2000, pp.121-130.
- Ezziane K., "Etude des modifications physico-mécaniques apportées par les ajouts minéraux aux bétons", Thèse de Doctorat d'Etat, UST Oran (Algérie), 2006.172p.
- Ezziane K., Bougara A., Kadri A., Khalafi H., Kadri E., "Compressive strength of mortar containing natural pozzolan under various curing temperature", *Cement and Concrete composites*, Vol.(29), 2007, pp, 587-593.
- Ezziane K., Kadri E.H, Hallal A., Duval R., "Effect of mineral additives on the setting of blended cement by the maturity method", *Materials and Structures*, Vol. 43, 2010, pp.393-401.

F

- Fanghui H., Zengqi Z., Dongmin W., Peiyu Y., "Hydration heat evolution and kinetics of blended cement containing steel slag at different temperatures", Vol. 605, 2015, pp.43-51.
- Freiesleben H.P., Pedersen E.J. "Maturity computer for controlled curing and hardening of concrete", *Nordic. Concrete Research*, (1977), pp. 21-25.

G

- Gallias J.L., Kara Ali R. and Bigas J.P., "the effect of fine mineral admixtures on water requirement of cement pastes", *Cement and Concrete Research*, Vol. 30, 2000, pp.1543-1549.
- Gallucci E., Zhang X., Scrivener K.L., "Effect of temperature on the microstructure of calcium silicate hydrate (C-S-H)", *Cement and Concrete Research*, Vol. 53, 2013, pp.185-195.
- Garcia B.S., "Retrait au jeune âge du béton : Développement d'une méthode expérimentale et contribution à l'analyse physique du retrait endogène", PhD Thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1999, 233p
- Gautier E., "Flux de chaleur d'hydratation", Rapport interne du CERILH, 1978.
- Gauthier E. and Regourd M., "The hardening of cement in function of temperature", *Proceeding of RILEM International Conference on Concrete of Early Ages*, Vol. 1, Paris 1982, pp.145-155.
- Ghrichi M., Kenai S., Said-Mansour M., "Mechanical properties and durability of mortar and concrete containing natural pozzolana and limestone blended cements", *Cement and Concrete Composites*, Vol. 29, 2007, pp.542-549.

Gutsch A., Rostásy F.S., '*Young Concrete Under High Tensile Stresses- Creep, Relaxation and Cracking*', Proceeding of the RILEM International Symposium, Edited by R. Springenschmid, E & FN Spon, London 1994, pp.111-118.

H

Han S.H., Kim J.K., '*Effect of temperature and age on the relationship between dynamic and static elastic modulus of concrete*', Cement and Concrete Research, Vol. 34, 2004, pp.1219-1227.

Heikel M., El-Didamony H., Morsy M.S., '*Limestone filled pozzolanic cement*', Cement and concrete research, Vol. 30, 2000, pp.1827-1834.

Hua C., Acker P., Ehrlacher A., '*Analyses and models of the autogenous shrinkage of hardening cement paste I: Modelling at macroscopic scale*', Cement and Concrete Research, Vol. 25(7), 1995, pp.1457-1468.

I

Illston J.M., Sanders P.D., '*The effect of temperature change upon the creep of mortar under torsional loading*', Magazine of Concrete Research, 25 (84), 1973, pp. 136-144.

J

Janotka I., Nurnbergerova T., '*Effect of temperature on structural quality of the cement paste and high-strength concrete with silica fume*', Nuclear Engineering and Design, 235, 2005, 2019-2032.

Jensen O.M., Hansen P.F., '*Influence of temperature on autogenous deformation and relative humidity change in hardening cement paste*', Cement and Concrete Research, Vol. 29, 1999, pp.567-575.

Jianyong L., Yan Y., '*A study on creep and drying shrinkage of high performance concrete*', Cement and Concrete Research, Vol. 31(8), 2001, pp.1203-1206.

K

Kada-Benameur, H., Wirquin, E., Duthoit B., '*Determination of apparent activation energy of concrete by isothermal calorimetry*', Cement and Concrete Research, Vol. 30, 2000, pp.301-305.

Kadri E.H., Duval R., '*Hydration heat kinetics of concrete with silica fume*', Construction and Building Materials, Vol. 23, 2009, pp.3388-3392.

Kanstad T., Hammer T.A., BjEntegaard O., Sellevold E.J., '*Mechanical properties of young concrete: Part I: Experimental results related to test methods and temperature effects*', Materials and Structures, Vol. 36, 2003, pp.218-225.

Katri R.P., Sirivivatnanon V., Gross W., '*Effect of different supplementary cementitious materials on mechanical properties of high performances concrete*', Cement and Concrete Research, Vol. 25(1), 1995, pp.209-220.

Kim J.K, Moon Y.H, Eo S.H., '*Compressive strength development of concrete with different curing time and temperature*', Cement and Concrete Research, Vol. 28(12), 1998, pp.1761-1773.

- Kim J.K, Han S.H, Song Y.C., ‘*Effect of temperature and aging on the mechanical properties of concrete Part 1 experimental results*’, Cement and Concrete Research, Vol. 32, 2002; pp.1087–1094.
- Khoury G.A., Grainger B.N., ‘*Sullivan P.J.N. Strain of concrete during first heating to 600 °C under load*’, Magazine of Concrete Research, 37 (133), 1985, pp. 195-215.
- Kjellsen K.O., Detwiler R.J., Gjørsv O.E., ‘*Pore Structure of Plain cement pastes hydrated at different Temperatures*’, Cement and Concrete Research, Vol. 20, 1990, pp.927-933.
- Kleiger P., ‘*Effects of mixing and curing temperatures on concrete strength*’, ACI journal, N° 54-62, 1958, pp.1063-1081.
- Kourounis S., Tsvivilis S., Tsakiridis P.E., Papadimitriou G.D., Tsibouki Z., ‘*Properties and hydration of blended cements with steelmaking slag*’, Cement and Concrete Research, Vol. 37, 2007, pp.815-822.
- Kwan A.K.H., ‘*Use of condensed silica fume for making high-strength self-consolidating concrete*’, Canadian Journal of Civil Engineering, Vol. 27, 2000, pp.620-627.

L

- Le Chatelier H., ‘*Sur le Changement de Volume qui accompagne le durcissement des ciments*’, Bulletin de la société de l’encouragement pour l’industrie nationale, Vol. 5(5), 1900, pp.54-57.
- Lewandowski R., Versuchsreihe mit Flugasche – ‘*Einfluss von Flugasche-Stäuben unterschiedlicher Qualität auf die betoneigenen schafften*’, Baugewerbe, p. 44-49, 1983.
- Lothenbach B., Le Saout G., Gilucci E., Scrivener K., ‘*Influence of limestone on the hydration of Portland cements*’, Cement and Concrete Research, Vol. 38(6), 2008, pp.848-860.
- Loukili A., Chopin D., Khelidj A., Le Touzo J.Y. ‘*A new approach to determine autogenous shrinkage of mortar at an early age considering temperature history*’, Cement and Concrete Research, Vol. 30, 2000, pp.915-922.
- Lura P., Van Breugel K., Maruyama I., ‘*Effect of curing temperature and type of cement on early age shrinkage of high-performance concrete*’, Cement and Concrete Research, Vol. 31, 2001, pp.1867-1872.

- Longuet P., Beuglen L., Zelwer A., ‘*La phase liquide du ciment hydrate*’, publication technique CERILH, N°219, 1982. 7p

M

- Martínez-Ramírez S., Frías M., ‘*The effect of curing temperature on white cement hydration*’, Construction and Building Materials, Vol. 23, 2009, pp.1344-1348.
- McIntosh J.D., ‘*The Effects of Low-temperature curing on the Compressive Strength of Concrete*’, RILEM Symposium on Winter Concreting, Copenhagen, Danish Institute for Building Research, 1956, 18p

- Mehta P.K., *‘Concrete Structure: Properties, and Materials, Prentice-Hall’*, 1986. 38p
- Menendez G., Bonavetti V., Irassar E.F., *‘Strength development of ternary blended cement with limestone filler and blast furnace slag’*, Cement and Concrete Composition, Vol. 25, 2001, pp.61-67.
- Mehta P.K., *‘Pouzzolanes naturelles, dans, Matériaux complémentaires en cimentation’*, Editeur V.M. Malhortra, 1987. pp.3-38.
- Mehta P.K., *‘Pozzolanic and cementitious by-products in concrete: Another look,’* Proceedings of the 3th CANMET/ACI International Conference on fly ash, silica fume, slag and natural pozzolans in concrete, Trondheim, Norway, 1989, pp.1-43.
- Mindess S, Young JF. *‘Concrete, Prentice Hall’*, 1981, 212p
- Monzo, J., and Borrachero, M.V., *‘Mechanical Treatment of Fly Ashes: Strength Development and Workability of Mortars Containing Ground Fly Ashes’*, Proceedings of the Fifth CANMET/ACI International Conference on Fly Ash, Silica Fume, Slag, and Natural Pozzolans in Concrete, Milwaukee, Wisconsin, USA, 1995, pp.339-353.
- Mounanga P., Baroghel-Bouny V., Loukili A., Khelidj A., *‘Autogenous deformation of cement pastes: Part I: Temperature effects at early age and micro-macro correlations’*, Cement and Concrete Research, Vol. 36, 2006, pp.110-122.
- Mounanga P., Khelidj A., Loukili A., Baroghel-Bouny V., *‘Predicting Ca (OH)₂ content and chemical shrinkage of hydrating cement pastes using analytical approach’*, Cement and Concrete Research, Vol. 34, 2004, pp.255-265.
- Mounanga P., Irfan M., Khokhar A., Elhachem R., Loukili A., *‘Improvement of the early-age reactivity of fly ash and blast furnace slag cementations systems using limestone filler’*, Materials and Structures, Vol. 44, 2011, pp.437-453.

N

- Nasser .K.W., Neville A.M., *‘Creep of concrete at elevated temperatures’*, ACI Journal, Vol, 62, 1965, pp.1567-1579.
- Nagataki S., Ujike I., *‘Air permeability of concrete mixed with fly ash and condensed silica fume’*, ACI Materials Journal, Vol. (91), 1986, pp.1049-1068.
- Neto C.S., Campitelli V.C., *‘The influence of limestone additions on the rheological properties and water retention value of Portland cement slurries, tire de carbonate additions to cement’*, Klieger P. and Hooton D. Editeurs, 1990, STP 1064, ASTM. 24p
- NA 442, *‘Liants hydrauliques – Ciments courants : Composition, spécifications et critère de conformité’*, IANOR, Alger, 2000, 30p.
- Neville, A.M., *‘Propriétés des bétons’*, Edition Eyrolles, Paris 2000, 806 p.
- NF EN 206-1., *Béton Partie 1 : Spécification, performances, production et conformité*, 2002, 77 p.
- NF EN 450, *‘Cendres volantes pour béton-Définitions, exigences et contrôle de qualité’*, 1995, 20 p.

NF P 18-508., '*Addition pour béton hydraulique – Additions calcaires : Spécifications et critères de conformité*', 1995, 22p.

NF EN 196-3, '*Méthodes d'essais – partie 3 : détermination du temps de prise et de stabilité*', 1996, 13 p.

NF EN 196-1, '*Méthodes d'essais des ciments – partie 1 : Détermination de la résistance*', 1996, 31 p.

O

Oluokun F.A., Burdette E.G., Deatherage J.H., '*Early-age concrete strength prediction by maturity: another look*', ACI Material Journal, Vol.87 (6), 1990, pp.565-572.

Oztekin E., '*Determination of heat treatment cycle for cements, Turkish cement manufacturers*', Association Cement Building, Vol. 206(3), 1984, pp.24–26.

P

Perreira C.J., Rice R.W., Skalny J.P., Grace W.R., '*Pore structure and its relationship to properties of materials*', Materials. Research. Proceeding. Vol 137, 1989, 3-21p.

Petit J.Y., Wirquin E., Khaat K.H., '*Effect of temperature on the rheology of flowable mortars*', Cement and Concrete Research, Vol. 32, 2010, pp.43-53.

Pelletier-Chaignat L., Winnefeld F., Lothenbach B., Jörg Müller C., '*Beneficial use of limestone filler with calcium sulphoaluminate cement*', Construction and Building Materials, Vol. 26, 2012, pp.619-627.

Plowman J.M., '*Maturity and the strength of concrete, Magazine of Concrete Research*', Vol. 8(22), 1956, p13.

Prosen E.J., Brown P W., Frohnsdorff G., Davis F., '*A multichambered microcalorimeter for the investigation of cement hydration*', Cement and Concrete Research, Vol. 15(4), 1985, pp.703-710.

P 18-305, '*Bétons prêt à l'emploi*', 1996, 48 p.

R

Ramlochan T., Zacarias P., Thomas M.D.A., Hooton R.D., '*the effect of pozzolans and slag on the expansion of mortars cured at elevated temperature Part I: Expansive behaviour*', Cement and Concrete Research, Vol 33, 2003, pp.807-814.

Rahhal R., Talero R., '*Early hydration of Portland cement with crystalline mineral additions*', Cement and Concrete Research, Vol. 35(7), 2004, pp.1285-1291.

Regourd M., Gauthier E., '*Comportement des ciments soumis au durcissement accéléré*', Béton 387, 1980, pp83-96.

Richardson I.G., '*Tobermorite/jennite – and tobermorite/calcium hydroxide- based models for the structure of C–S–H: applicability to hardened pastes of tricalcium silicate, b-dicalcium silicate, Portland cement, and blends of Portland cement with blast furnace*

slag, metakaolin, or silica fume'', Cement and Concrete Research, Vol. 34, 2004, pp.1733–1777.

Rosler M., Odler I., 'Investigations on the relationship between porosity structure and strength of hydrated Portland cement pastes: Effect of porosity'', Cement and Concrete Research, Vol 15(2), 1985, pp.320-330.

Roy D.M., Idorn G.M., 'Hydration, Structure, and Properties of Blast Furnace Slag Cements'', Mortars, and Concrete, ACI Journal, Nov-Dec 1982, pp.444-457.

S

Sabeur H., Meftah F., 'Dehydration creep of concrete at high temperatures. Materials and structures'', Rilem, November. 2006, 14p.

Salhi M., 'Etude des caractéristiques mécaniques d'un béton conservé dans l'eau de mer : Essais accélérés'', Thèse de magister, ENSET Oran (Algérie), 2012, 125p.

Saul A.G.A., 'Principles underlying the steam curing of concrete at atmospheric pressure'', Magazine of Concrete Research, Vol. 2(6), 1951, pp.127–140.

Schöler A., Lothenbach B., Winnefeld F., Zajac M., 'Hydration of quaternary Portland cement blends containing blast-furnace slag, siliceous fly ash and limestone powder'', Cement and Concrete Composites, Vol. (55), 2015, 374-382.

Shi C., Day R.L., 'A calorimetric study of early hydration of alkali-slag cement'', Cement and Concrete Research, Vol. 25(6), 1995, pp.1333-1346.

Shalon R., 'Report on behaviour for concrete in hot climates Part 1: Fresh concrete'', Materials and construction, Vol. 11(62), 1978, pp.127-139.

Stark J., Bolimann K., 'Delayed ettringite formation'', Nordic Concrete Research, Vol. 23(2), 2000, 25 p.

T

Targan S., Elgin A., Erdogan Y., Sevinc V., 'Influence on natural pozzolan, colematite ore waste, bottom ash on the properties of Portland cement'', Cement and Concrete Research, Vol. (33), 2003, pp.1175-1182.

Taylor H.F.W., 'Cement chemistry'', Academic press limited, London, 1990, 455p

Turanli L., UZal B., Bektas F., 'Effect of large amounts of natural pozzolan addition on properties of blended cements'', Cement and concrete research, Vol. 35, 2005, pp.1106-1111.

Turanli L., UZal B., Bektas F., 'Effect of materials characteristics on the properties of blended cements containing high volumes of natural pozzolans'', Cement and concrete research, Vol. 34, 2004, pp.2277-2282.

Tsivilis S., Chaniotakis E., Badogiannis E., Pahoulasa G., Ilias A., 'A study on the parameters affecting the properties of Portland limestone cements'', Cement and Concrete Composites, Vol. 21, 1999, pp.107-116.

- Turcry P., Loukili A., Barcelo L., Casabonne J.M., *“Can the maturity concept be used to separate the autogenous shrinkage and thermal deformation of a cement paste at early age”*, Cement and Concrete Research, Vol. 32, 2002, pp.1443-1450.
- Tsivilis S., Tsantilas J., Kakali G., Chaniotakis E., Sakellariou A., *“The permeability of Portland limestone cement concrete”*, Cement and Concrete Research, vol. 33(9), 2003, pp.1465-1471.
- Tydlitát V., Matas T., Cerny R., *“Effect of w/c and temperature on the early-stage hydration heat development in Portland-limestone cement”*, Construction and Building Materials, Vol. 50, 2014, pp.140–147.
- Topcu I.B., Toprak M.U., *“Fine aggregate and curing temperature effect on concrete maturity”*, Cement and Concrete Research, Vol. 35, 2005, pp.758-762.

U

- Umehara H., Uehara T., Iisaka T., Sugiyama A., *“Effect of Creep in Concrete at Early Age on Thermal Stresses”*, Thermal Cracking in Concrete at Early Ages, Proc. of the RILEM International Symposium, Edited by R. Springenschmid, E and FN Spon, London, pp. 79-86. (1994),
- UZal B., Turanli L., *“Studies on blended cements containing high volume of natural pozzolans”*, Cement and concrete research, Vol. 33, 2003, pp.1777-1781.
- Usherov-Marshak A.V., Krivenko P.V., Pershina L.A., *“The role of solid phase basicity on heat evolution during hardening of cement”*, Cement and Concrete Research, Vol. 28(9), 1998, pp.1289-1296.

V

- Van Rompaey, G., *“Etude de la réactivité des ciments riches en laitier à basse température et à temps court, sans ajout chloruré”*, Thèse de Doctorat, Université libre de Bruxelles, (2006). 462p.
- Venuat M., *“La pratique du bétonnage par temps chaud”*, Revue technique du Bâtiment, Jan-Fév. 1979, 103p.
- Verbeck G.J., Helmuth R.H., *“Structures and physical properties of cement past”* Proceedings of the 5th International Symposium of the Chemistry of Cement, Tokyo (Japan) Vol. (1),1968, pp. 1-32.
- Viviani M., Glisic B., Smith I.F.C., *“Separation of thermal and autogenous deformation at varying temperatures using optical fiber sensors”*, Cement and Concrete Research, Vol. (38), 2007, pp.196-204.
- Voglis N., Kakali G., Chaniotakis E., Tsivilis S., *“Portland-limestone cements their properties and hydration compared to those of other composite cements”*, Cement and concrete composites, Vol. (27), 2005, pp.191-196.

W

- Wenhua Z., Yunsheng Z., Laibao L., Guorong Z., Zhiyong L., *“Investigation of the influence of curing temperature and silica fume content on setting and hardening process of the*

blended cement paste by an improved ultrasonic apparatus”, *Construction and Building Materials*, Vol. (33), 2012, pp.32-40.

Weiping M.A., Sample D., Martin R., Brown P.W., “*Calorimetric Study of Cement Blends Containing Fly Ash, Silica Fume and Slag at Elevated Temperatures*”, *Cement and Concrete and Aggregates*, CCAGPD, Vol. 16(2), Dec 1994, pp.93-99.

Wirquin E., Broda M., Duthoit B., “*Determination of the apparent activation energy of one concrete by calorimetric and mechanical means Influence of a superplasticizer*”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 32, 2002, pp.1207-1213.

Wittmann F.H., “*On the Interaction of Gel Particules in Hydrating Portland, cement: Hydration and setting of Cements*”, Ed. A. Nonat et J.C. Mutin, RILEM, E ET FN Spon, London, 1992. 418p

X

XP P 18-303, “*Normalisation française : Eau de gâchage pour béton*”, Août 1999, 16p.

Xueyu P., Bentz D.P., Meyer C., Funkhouser G. P., Darbe R., “*A comparison study of Portland cement hydration kinetics as measured by chemical shrinkage and isothermal calorimetry*”, *Cement and Concrete Composites*, Vol. (39), 2013, pp.23-32.

Y

Yahia A. A., “*The maturity method: Modifications to improve estimation of concrete strength at later ages, Construction and Building Materials*”, Vol. (20), 2006, pp.893-900.

Ye G., Liu X., De Schutter G., Poppe A.M., Taerwe L., “*Influence of limestone powder used as filler in SCC on hydration and microstructure of cement pastes*”, *Cement and Concrete Composites*, Vol. (29), 2007, pp.94-102.

Yilmaz B., Olgun A., “*Studies on cement and mortars containing low-calcium fly ash, limestone, and dolomitic limestone*”, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 30(3), 2008, pp.194-201.

Z

Zhang X., Han J., “*the effect of ultra-fine admixture on the rheological property of cement paste*”, *Cement and concrete research*, Vol. (30), 2000, pp.827-830.
