

---

# Etude de la microfissuration endogène des matrices cimentaires au jeune âge par la méthode de la réplique

Nordine Leklou — Pierre Mounanga

GeM UMR CNRS 6183 – Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique, IUT de Saint-Nazaire, 58 rue Michel Ange, BP 420, 44606 Saint-Nazaire cedex

[nordine.leklou@univ-nantes.fr](mailto:nordine.leklou@univ-nantes.fr)

[pierre.mounanga@univ-nantes.fr](mailto:pierre.mounanga@univ-nantes.fr)

---

*RÉSUMÉ. Cet article présente une étude sur l'évolution microstructurale de matrices cimentaires aux jeune et très jeune âges. L'objectif visé est de suivre, dans les premiers jours de structuration du matériau, le développement de la zone d'interface entre la pâte de ciment et les inclusions granulaires. A cette fin, la méthode dite de la « simple réplique » a été utilisée. Cette technique consiste à observer un fac-similé de la surface de l'échantillon préalablement polie. Elle permet ainsi d'éviter le séchage et la mise sous vide de l'échantillon, généralement réalisés avant l'observation au microscope à balayage électronique (MEB). L'étude a été menée sur des mortiers de ciment Portland et de billes de verres de 3 et 8 mm. Les effets de la taille des inclusions et de la température de conservation ont été analysés à différentes échéances d'observation, entre 8h et 120h d'hydratation. Pour les matériaux étudiés, les résultats obtenus mettent en évidence un décollement progressif entre pâte de ciment et billes de verre et la présence de microfissuration au sein des matrices conservées à 40°C.*

*ABSTRACT. This article presents a study on the microstructural evolution of cementitious matrices at early stages of hydration. The main objective was to follow the development of the interfacial zone between cement paste and granular inclusions during the hardening process. For this purpose, the "simple replica" method was used. This technique consists in observing a facsimile of the sample surface polished beforehand. It thus prevents the vacuum drying of the sample, generally performed before the observation with a scanning electron microscope (SEM). The study was conducted on Portland cement mortars containing glass beads with diameter of 3 and 8 mm. The effects of inclusion size and temperature were analyzed at different time of observation, between 8 and 120 hours of hydration. The results showed a progressive separation between cement paste and glass beads and the presence of microcracks in the matrices kept at 40°C.*

*MOTS-CLÉS : Matrices cimentaires, billes de verre, microstructure, méthode de la réplique, jeune âge*

*KEYWORDS: Cementitious matrices, glass beads, microstructure, replica method, early age*

---

## 1. Introduction

Les matrices cimentaires manifestent au jeune âge des variations volumiques d'origine physico-chimique liées aux phénomènes de contraction Le Chatelier et d'autodessiccation du réseau poreux. Autour des granulats, ces déformations sont partiellement empêchées et les contraintes en traction induites sont susceptibles d'engendrer une microfissuration de la matrice (Lura *et al.*, 2009 ; Mounanga *et al.*, 2011). Cette microfissuration constitue un endommagement diffus qui peut avoir des répercussions à l'échelle macroscopique sur le comportement du matériau et notamment sur ses propriétés de transfert (Grassl *et al.*, 2010).

Afin d'étudier le développement de ces phénomènes à l'échelle microscopique, on se propose d'exploiter la méthode dite de la simple réplique, développée dans les années 1980, et utilisée notamment pour le suivi de l'évolution de la microfissuration dans les bétons (Ollivier, 1985). Cette méthode d'investigation a été récemment utilisée pour caractériser la microfissuration de matériaux cimentaires due à des pathologies de long terme (Leklou *et al.*, 2009, 2010). Elle consiste à observer un fac-similé de la surface de l'échantillon préalablement polie. La technique présente l'avantage de ne pas introduire d'artefact dû à une microfissuration engendrée par le séchage de l'échantillon dans la chambre d'observation du microscope.

Cette étude a été menée sur des mortiers à base de billes de verre de 3 et 8 mm incorporées dans différentes matrices cimentaires. Les effets de la taille des inclusions, de la concentration granulaire et du rapport eau/ciment (E/C) sur le développement de la microstructure de l'interface pâte de ciment/inclusion sont analysés à différentes échéances d'observation.

## 2. Protocole expérimental

### 2.1. Matériaux

Pour cette étude, un ciment Portland CEM I 52,5R de finesse 3390 cm<sup>2</sup>/g a été utilisé. Sa composition chimique et sa composition minéralogique potentielle déterminée par le calcul de Bogue sont données dans les Tableaux 1 et 2. Des billes de verre de diamètres 3,35 mm et 8 mm ont été utilisées pour la fabrication des mortiers. Deux mortiers ont été mis en œuvre avec des rapports E/C de 0,30 et 0,50. Les mortiers ont été coulés dans des moules métalliques de dimensions 40 × 40 × 160 mm. La composition des mortiers est donnée dans le Tableau 3.

Après confection, les éprouvettes sont démoulées, sciées et polies afin de réaliser des répliques à différentes échéances (8h – 10h – 24h – 72h – 120h). Entre chaque échéance, les éprouvettes sont maintenues dans des conditions endogènes. Une série d'éprouvettes notées « M1-20 » et « M2-20 » est conservée dans une salle contrôlée en température (20±1°C) et une deuxième série « M2-40 » est conservée dans une étuve à température imposée égale à 40±1°C.

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

Ciment	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
Teneur (%)	20,2	4,9	2,8	64,4	0,9	3,1	1,0	0,2

\* Données inscrites sur les fiches techniques fournies par le fabricant.

**Tableau 2.** *Composition minéralogique de Bogue du ciment (% g/g massique)*

Ciment	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF	Gypse
Teneur (%)	60,38	12,21	8,81	7,97	7,44

**Tableau 3.** *Composition des mortiers*

Matériau	Dosage (g)	
	Mortier M1	Mortier M2
Ciment	300	300
Eau	150	90
Billes de verre Ø 3,35 mm	/	300
Billes de verre Ø 8 mm	600	/
Eau/Ciment (E/C)	0,50	0,30
Billes/Ciment (B/C)	2	1

## 2.2. Procédure expérimentale : méthode de la simple réplique

Après sciage et polissage des éprouvettes, on pulvérise, à la surface de l'échantillon poli, du méthyle acétate. Puis on applique immédiatement un film de Bioden (acétyle cellulose). Une fois que le dissolvant s'est évaporé, au bout de 2 minutes, le film est délicatement enlevé et placé sur un support métallique. La reproduction est ensuite métallisée avec une fine couche d'or et observée sous vide avec un microscope électronique à balayage (MEB) de type EVO40 (Carl Zeiss®).

## 3. Résultats

### 3.1. Observations à 20°C

Les Figures 1 à 3 présentent les observations réalisées à 20°C sur les répliques des mortiers M1 et M2 pour différentes échéances.

Les premières observations ont été effectuées à 24 h sur le mortier M1. Avant cette échéance, le mortier présente une cohésion relativement faible, notamment entre la pâte et les inclusions. Ceci engendre des déchaussements de billes lors du sciage et du polissage des échantillons. Par ailleurs, le film de Bioden adhère avec

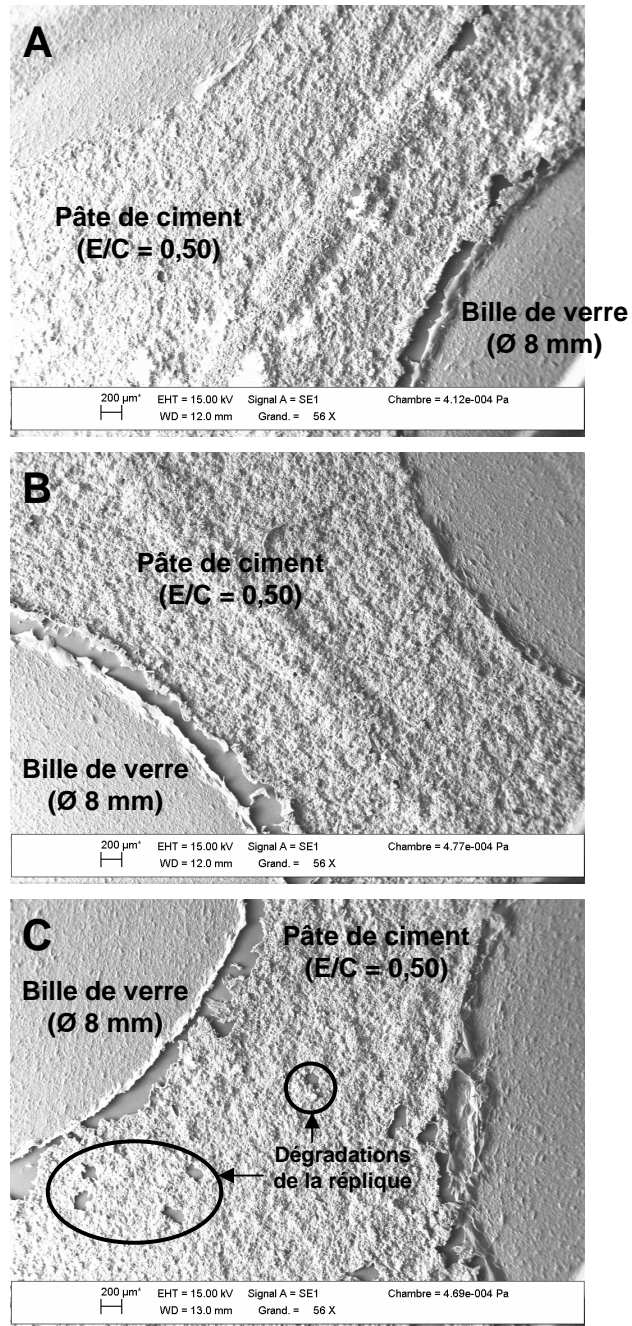
beaucoup de difficulté sur une matrice trop humide. Au-delà de 24 h, le matériau peut être découpé sans difficulté majeure et il est alors possible de réaliser une réplique de la surface polie.

La Figure 1 ne met pas en évidence de microfissuration de la matrice du mortier M1. Même à des grossissements plus élevés, il n'a pas été possible de distinguer de microfissures du matériau. On remarque qu'au cœur de la matrice et en périphérie de certaines billes de verre, le film de Bioden est déchiré par endroits (Figures 1 et 2). Ceci semble indiquer une faible qualité d'adhérence du film sur la matrice et une interface pâte de ciment/bille de verre très poreuse. Cet aspect très dégradé du film n'est pas présent autour de tous les grains.

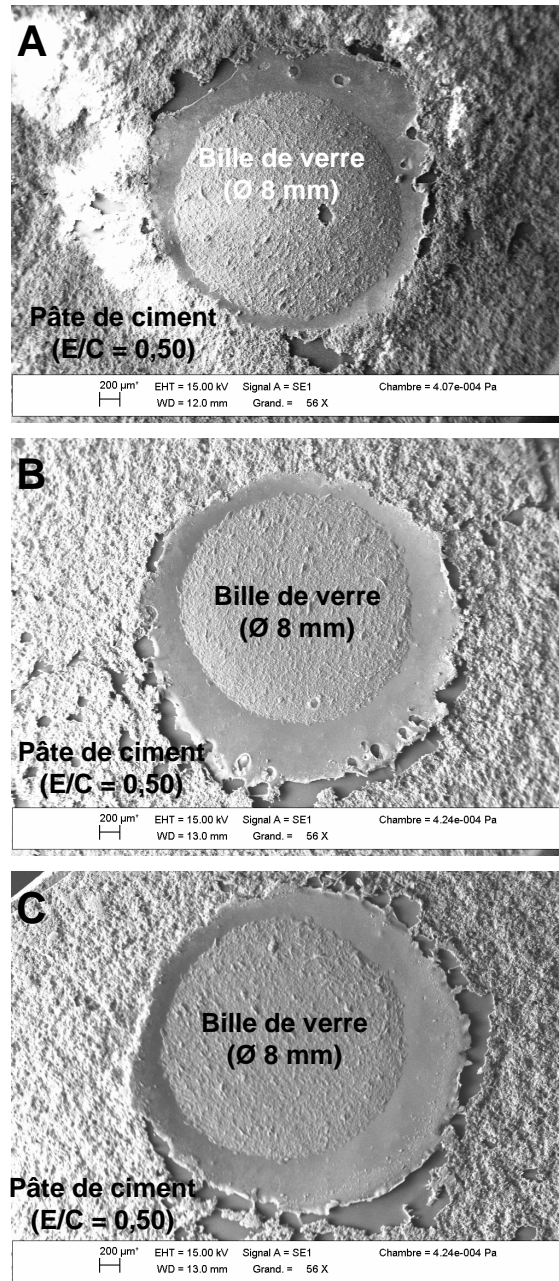
Compte tenu du rapport E/C élevé de la matrice, il est peu probable que la dégradation du film autour des inclusions soit due à un endommagement de la matrice causée par du retrait endogène empêché. Deux phénomènes peuvent être avancés pour expliquer la rupture du film :

- le premier est lié aux conditions de préparation de l'échantillon. Le sciage et le polissage peuvent engendrer un léger déchaussement de certaines billes, invisible à l'œil nu, qui entraîne un décollement microscopique entre la bille et la matrice cimentaire. Lors de la réalisation de la réplique, le film de Bioden ne trouvant pas de support dans cette zone de décollement, il se déchire au cours de son application ou de son enlèvement ;
- La seconde explication tient au comportement du matériau. Pour des rapports E/C moyens ou élevés ( $\geq 0,50$ ), le matériau peut être sujet au ressuage d'une partie de son eau de gâchage. Le ressuage est un phénomène qui se produit à deux échelles : à l'échelle macroscopique, il se manifeste par une couche d'eau superficielle au-dessus du matériau et à l'échelle microscopique, il se localise autour et, principalement, en partie supérieure des granulats. Ce phénomène est ici amplifié par le fait que les billes de verre sont non poreuses et n'absorbent donc pas d'eau du mélange (Figure 2). Il en résulte une interface pâte de ciment/granat très poreuse sur laquelle le film Bioden adhère très peu et se dégrade.

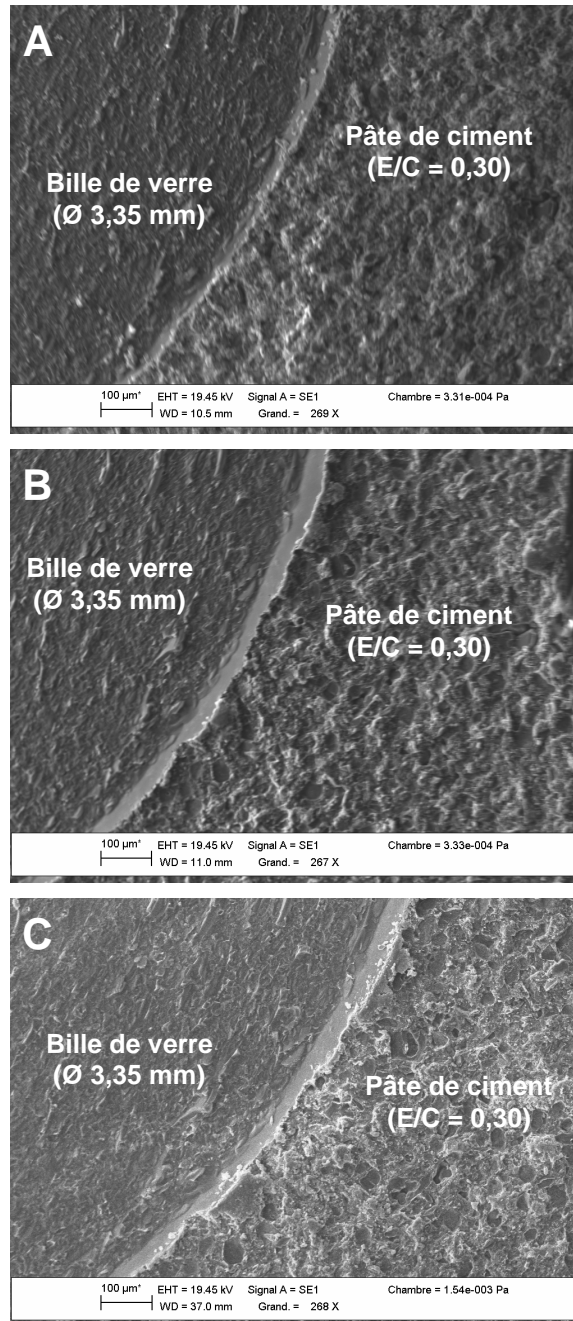
Les répliques obtenues sur la matrice de rapport E/C = 0,30 et présentées à la Figure 3 sont de meilleure qualité : le film ne présente pas autant de dégradations que les répliques du mortier M1. Par ailleurs, la matrice du mortier M2 apparaît plus dense. On observe clairement une rupture nette du film de Bioden autour de l'inclusion, indiquant, comme précédemment, d'une part, une interface pâte de ciment/billes de verre plus riche en eau et d'autre part, un décollement entre l'inclusion et la matrice cimentaire. La largeur de cette « interface », correspondant à l'épaisseur de la déchirure du film, augmente au cours du temps. Ceci semble mettre en évidence une évolution dimensionnelle de la matrice que l'on peut assimiler à du retrait endogène. Notons qu'aucune microfissuration n'est visible au sein de la matrice cimentaire. En effet, dans la zone observée, les déformations de la pâte de ciment ne se trouvent pas empêchées par la présence de l'inclusion.



**Figure 1.** Observation de l'interface pâte de ciment/inclusions sur répliques du mortier « M1-20 » ( $T = 20 \pm 1^\circ\text{C}$ ) à différentes échéances. A. Age : 24h ; B. 72h ; C. 120h ( $\times 56$  – Electrons secondaires, sous vide)



**Figure 2.** Dissymétrie de l'interface pâte de ciment/inclusion probablement liée à un ressuage localisé. Observation sur répliques du mortier « M1-20 » ( $T = 20 \pm 1^\circ\text{C}$ ) à différentes échéances. A. Age : 24h ; B. 72h ; C. 120h ( $\times 56$  – Electrons secondaires, sous vide)



**Figure 3.** Observation de l'interface pâte de ciment/inclusions sur répliques du mortier « M2-20 » ( $T = 20 \pm 1^\circ\text{C}$ ) à différentes échéances. A. Age : 10h ; B. 24h ; C. 120h ( $\times 268$  – Electrons secondaires, sous vide)

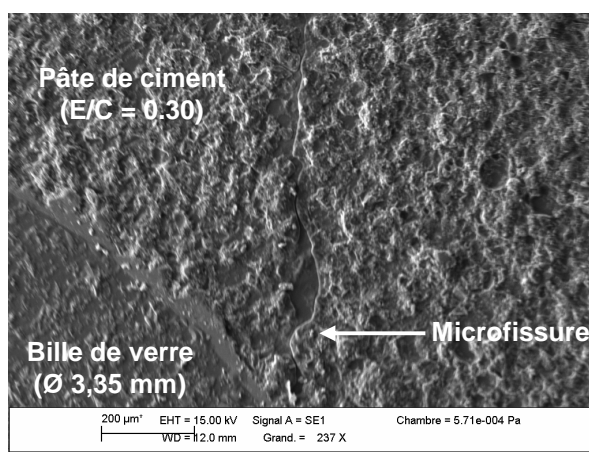
### 3.2. Observations à 40°C

Afin d'étudier l'effet de la température de conservation sur l'évolution de la microstructure du mortier M2, une série d'éprouvettes a été conservée à 40°C pendant toute la période d'investigation. Les Figures 4 et 5 présentent les observations réalisées sur les répliques de ce mortier à différentes échéances. Comme pour les répliques réalisées à 20°C sur le mortier, on ne constate pas de dégradation du film de Bioden, excepté à l'interface pâte de ciment/bille de verre. Les mêmes raisons exposées plus haut (paragraphe 3.1) peuvent être avancées pour expliquer ce phénomène.

Par ailleurs, l'examen des prises de vue microscopiques fait apparaître la présence de microfissures à l'interface pâte de ciment/inclusion, visibles dès 10 h d'hydratation (Figure 4). Ces microfissures très fines rayonnent particulièrement depuis l'inclusion et se propagent de quelques dizaines voire quelques centaines de microns au cœur de la pâte de ciment. Deux phénomènes peuvent expliquer le développement de cette microfissuration :

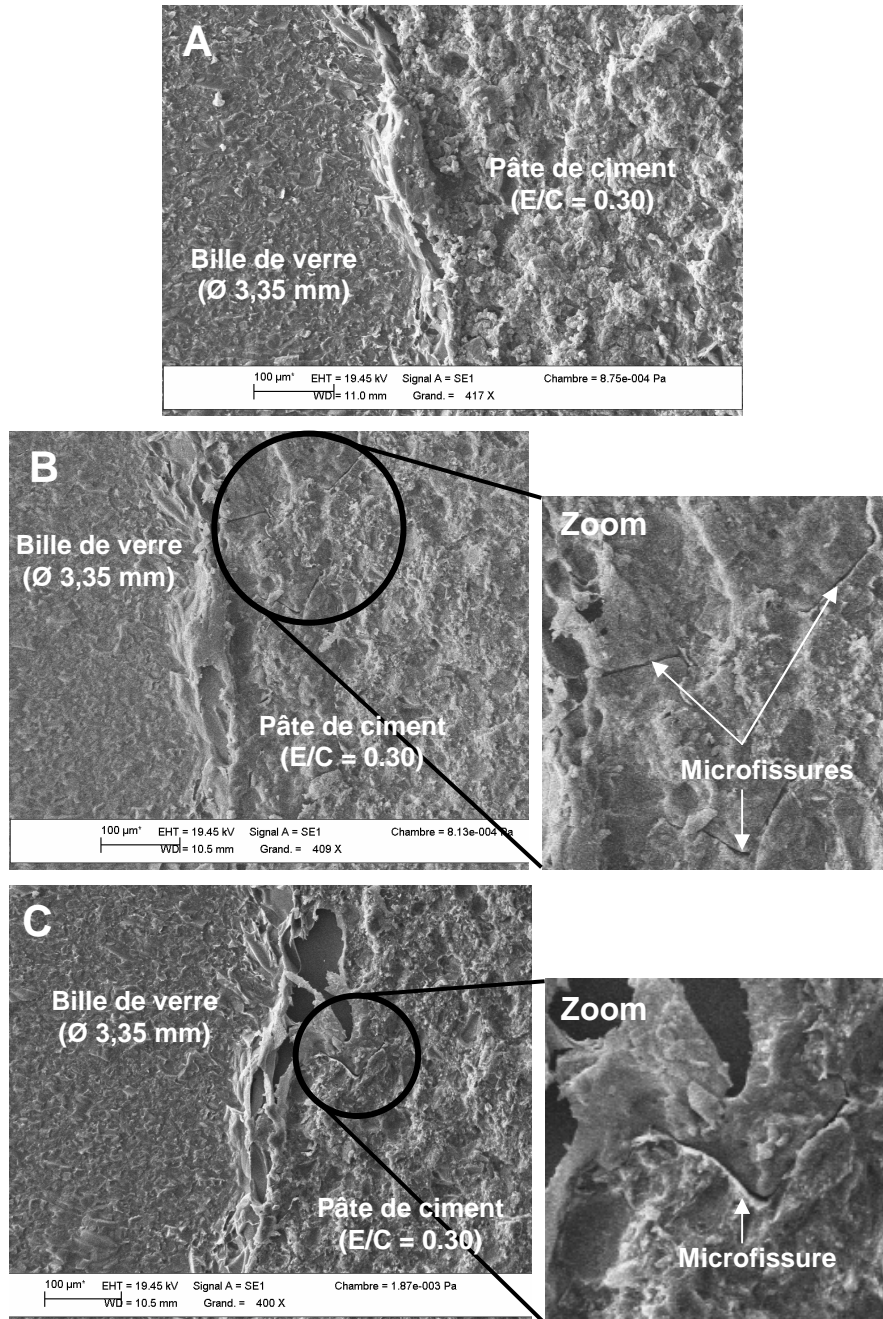
- D'une part, une dilatation différentielle des inclusions de verre et de la pâte, engendrant des contraintes de traction au sein de la matrice ;
- D'autre part, la génération de contraintes liée au développement accéléré du retrait endogène du mortier soumis à 40°C. Il a en effet été montré que l'augmentation de la température engendrait une fissuration plus rapide des pâtes de ciment Portland (Mounanga *et al.*, 2011).

Le découplage de ces deux phénomènes (microfissurations d'origine thermo-mécanique et/ou d'origine chimio-mécanique) devra faire l'objet de travaux de recherches supplémentaires.



**Figure 4.** Microfissuration de la matrice observée sur réplique du mortier « M2-40 » ( $T = 40 \pm 1^\circ\text{C}$ ) à 10h d'hydratation ( $\times 237$  – Electrons secondaires, sous vide)





**Figure 5.** Evolution de la microfissuration de la matrice observée sur répliques du mortier « M2-40 » ( $T = 40 \pm 1^\circ\text{C}$ ) à différentes échéances. A. Age : 8h ; B. 12h ; C. 24h ( $\times 400$  – Electrons secondaires, sous vide)

#### 4. Conclusions

L'objectif de cette étude préliminaire était double. Il s'agissait d'évaluer la pertinence de l'utilisation de la méthode de la « simple réplique » pour étudier la microstructure de matrices cimentaires au très jeune âge et d'analyser l'évolution de cette microstructure dès les premières heures suivant la fabrication du matériau. Les premiers résultats obtenus sont prometteurs mais demandent à être approfondis :

- L'humidité trop importante et la faible cohésion du mortier de rapport E/C moyen ( $E/C = 0,50$ ) n'ont pas permis de réaliser de répliques avant 24 h d'hydratation. Au delà de 24 h, les répliques de ce mortier ont clairement mis en évidence une dissymétrie de la zone d'interface due au ressuage microscopique qui se développe autour des inclusions ;
- Concernant le mortier de rapport  $E/C = 0,30$  conservé à 20°C, on observe un écartement progressif au cours du temps entre les billes de verre et la matrice, qui est probablement lié à une évolution dimensionnelle au jeune âge de la matrice maintenue en conditions endogènes ;
- A 40°C et dès 10h, ce mortier présente des microfissures rayonnant depuis les inclusions et se propageant de plusieurs dizaines de microns dans la pâte. Les contraintes à l'origine de cette microfissuration peuvent être d'origine thermo-mécanique ou chimio-mécanique. L'identification plus précise des causes fait actuellement l'objet d'une nouvelle campagne d'essais.

#### 5. Bibliographie

- Grassl P., Wong H.S., Buenfeld N.R., "Influence of aggregate size and volume fraction on shrinkage induced micro-cracking of concrete and mortar", *Cement and Concrete Research*, vol. 40, n° 1, 2010, p. 85-93.
- Leklou N., Aubert J.E., Escadeillas G., "Microscopic observations of samples affected by the delayed ettringite formation (DEF)", *Materials and Structures*, vol. 42, n° 10, 2009, p. 1369-1378.
- Leklou N., Aubert J.E., Escadeillas G., "Effect of wetting-drying cycles of mortars samples affected by DEF", *MEDACHS'10*, La Rochelle (France), 28-30 avril 2010.
- Lura P., Jensen O.M., Weiss J., "Cracking in cement paste induced by autogenous shrinkage", *Materials and Structures*, vol. 42, n° 8, 2009, p. 1089-1099.
- Mounanga P., Bouasker M., Pertué A., Perronnet A., Khelidj A., "Early-age autogenous cracking of cementitious matrices: physico-chemical analysis and micro/macro investigations", *Materials and Structures*, vol. 44, n° 2, 2011, p. 749-772.
- Ollivier J.P., "A non destructive procedure to observe the microcracks of concrete by scanning electron microscopy", *Cement and Concrete Research*, vol. 15, n° 6, 1985, p. 1055-1060.