
Hydratation, retrait et durabilité de bétons de poudres réactives extrudables

**Khalid Cherkaoui^{1,2} — Pierre Mounanga² — Abdelhafid Khelidj²
— Mireille Courtial^{1,3} — Marie-Noëlle de Noirfontaine¹ —
Frédéric Dunstetter¹**

¹Laboratoire des Solides Irradiés, CNRS UMR 7642 – CEA-Ecole Polytechnique, Ecole Polytechnique 91128 Palaiseau Cedex, France

²LUNAM Université, Université de Nantes – IUT Saint-Nazaire, GeM, CNRS UMR 6183, Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique, France

³IUT de Béthune, 1230 rue de l'Université, 62400 Béthune Cedex, France

[\[pierre.mounanga, khalid.cherkaoui, abdelhafid.khelidj\]@univ-nantes.fr](mailto:[pierre.mounanga, khalid.cherkaoui, abdelhafid.khelidj]@univ-nantes.fr)

[\[mireille.courtial, marie-noelle.de-noirfontaine\]@polytechnique.edu](mailto:[mireille.courtial, marie-noelle.de-noirfontaine]@polytechnique.edu)

dunstet@poly.polytechnique.fr

RÉSUMÉ. Le comportement de cinq bétons de poudres réactives (BPR), dont quatre présentaient des propriétés d'extrudabilité, a été étudié depuis les premières minutes après leur fabrication jusqu'à plus de 90 jours de maturation. La pression d'extrusion, la cinétique d'hydratation, le développement des retraits chimique, endogène libre et empêché au jeune âge, les résistances mécaniques en compression et en flexion, le module d'élasticité dynamique et les paramètres de durabilité ont été mesurés. L'analyse des résultats a montré l'intérêt d'une substitution partielle de la fumée de silice par du quartz broyé sur les propriétés des BPR. L'analyse coût/performance a mis en évidence que le principal avantage de l'utilisation des BPR se situe au niveau de leur potentiel de durabilité, 10 à 100 fois plus élevé que celui de bétons ordinaire ou à hautes performances, selon le paramètre considéré.

ABSTRACT. The behavior of five reactive powder concrete (RPC), with four of them being extrudable, has been studied since the first minutes after preparation up to more than 90 days. Extrusion pressure, hydration rate, development of chemical, free and restrained autogenous shrinkage at early age, compressive and flexural strength, dynamic Young's modulus and durability parameters were measured. The result analysis showed the benefits of partial substitution of silica fume with crushed quartz on the properties of RPC. The cost/performance analysis highlighted that the main advantage of using RPC lies in their durability potential, which is 10 to 100 times higher than that of ordinary or high performance concrete, according to the property involved.

MOTS-CLÉS : Béton de poudres réactives, extrusion, hydratation, retrait, durabilité

KEYWORDS: Reactive powder concrete, extrusion, hydration, shrinkage, durability

1. Introduction

Les bétons de poudres réactives (BPR) sont des matériaux à matrice cimentaire possédant des performances mécaniques et de durabilité exceptionnelles (Richard et Cheyrezy, 1994). Il s'agit de systèmes cimentaires à base de ciment Portland, de fumée de silice et d'éléments fins, contenant un dosage important en superplastifiant et caractérisés par un rapport eau/ciment (E/C) très faible. Ils possèdent également une plus grande homogénéité en raison du remplacement des granulats traditionnels par du sable très fin dont les tailles de particule ne dépassent pas 600 μm .

Ce cocktail de constituants aux propriétés physico-chimiques et granulométriques très différentes permet d'obtenir un squelette particulièrement dense sur une très large gamme de comportement rhéologique, de très visqueux à très fluides. La formulation des BPR, généralement basée sur une optimisation de l'arrangement granulaire et une minimisation de la porosité inter-particulaire, demeure cependant un processus complexe en raison de la grande sensibilité des propriétés du mélange à une variation même minime du dosage de ces constituants. Un autre frein majeur à l'utilisation de ces matériaux est leur coût élevé par rapport aux bétons à hautes ou à très hautes performances.

L'emploi de procédés industriels permettant à la fois de garantir le respect de la composition du mélange tout au long de la chaîne de production et d'assurer des cadences de production élevées pourrait constituer un levier important pour le développement des BPR. De ce point de vue, l'extrusion semble répondre à de telles exigences. L'extrusion est un procédé mécanique de fabrication industrielle appliqué à la mise en forme de très nombreux produits (métaux, matières plastiques, matières composites, argiles, aliments,...). Dans le domaine des matériaux à base cimentaire, cette technique pourrait constituer une voie prometteuse à forte productivité, particulièrement indiquée pour la réalisation d'éléments préfabriqués à très hautes performances mécaniques.

Dans ce cadre, la présente étude est consacrée à la mise au point de BPR extrudables (BPRE), dans la perspective de la fabrication d'éléments tubulaires adaptés à des environnements chimiquement agressifs. A cette fin, différents BPR ont été préparés avec des dosages variables en superplastifiant, en fumée de silice et en quartz broyé afin d'obtenir des mélanges extrudables. Parallèlement à leur analyse microstructurale par diffraction des rayons X et microscopie électronique à balayage (Courtial *et al.*, 2011), les matériaux ont été caractérisés à l'état frais (extrudabilité), au jeune âge (cinétique d'hydratation, retraits chimique et endogène en conditions libres et empêchées), et à plus long terme (résistance mécanique, porosité et durabilité). L'article propose une analyse croisée des propriétés des différents BPR préparés, ainsi qu'une étude du rapport coût/performances en comparaison avec d'autres types de bétons. Il est important de noter que les essais au jeune âge et à plus long terme ont été réalisés sur des échantillons de BPR non extrudés.

2. Protocole expérimental

2.1. Constituants de base et BPR

Les BPR ont été fabriqués avec du ciment (C) Portland CEM I 52,5 N (usine du Havre, Lafarge®), de la fumée de silice (FS) Condensil® S95 B ND Q4, du quartz broyé (QB) Millisil C400 Sibelco, du sable siliceux fin (S) CV32 Sibelco, du superplastifiant (SP) haut réducteur d'eau à base de polycarboxylate modifié (Cimfluid 2002, Axim) et de l'eau (E) du réseau public. La composition chimique et les propriétés physico-chimiques des différents constituants sont données dans le Tableau 1 (voir également (Courtial *et al.*, 2011)). La composition de Bogue du ciment est de 67,50% de C₃S, 10,70% de C₂S, 2,64% de C₃A, 12,80% de C₄AF et 3,30% de gypse. Le Tableau 2 récapitule les formulations de BPR mis en œuvre. Les constituants solides ont été pré-mélangés, avant l'introduction, en une fois, de l'eau de gâchage contenant le SP (Figure 1). Chaque gâchée est réalisée avec un malaxeur équipé d'une cuve de capacité 20 L. Le temps total de malaxage est de 25 min.

Tableau 1. Composition chimique (% massique) et propriétés physico-chimiques des constituants solides des BPR

Constituants	C	FS	S	QB
CaO	64,58	-	< 0,023 %	< 300 ppm
SiO ₂	21,39	93,50	> 98,7 %	> 98,9 %
Al ₂ O ₃	3,66	Teneur en oxydes : 6,10	< 0,6 %	< 8000 ppm
Fe ₂ O ₃	4,25		< 0,045 %	< 800 ppm
MgO	0,96		-	-
K ₂ O	0,28		< 0,460 %	< 6000 ppm
SO ₃	2,63		-	-
Na ₂ O	0,10		0,15	-

Tableau 2. Compositions des BPR (proportion massique)

Bétons	C	S	FS	QB	SP	E
BPRE_1	1	1,1	0,25	0	0,5%	0,16
BPRE_2	1	1,1	0,25	0	1,0%	0,16
BPR_3	1	1,1	0,25	0	1,8%	0,16
BPRE_4	1	1,1	0,25 × 3/4	0,25 × 1/4	1,8%	0,16
BPRE_5	1	1,1	0,25 × 3/4	0,25 × 1/4	2,0%	0,16

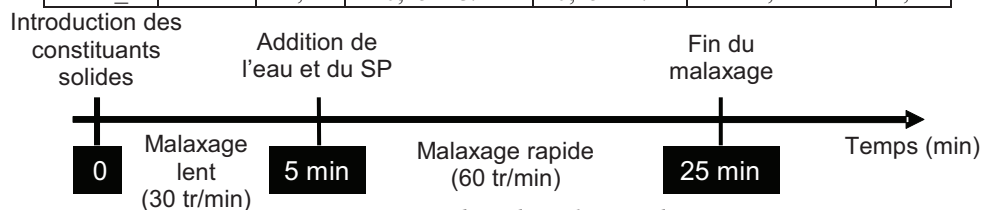


Figure 1. Procédure de malaxage des BPR

2.2. Méthodes de caractérisation des propriétés des BPR

2.2.1. Etat frais (avant prise)

Des essais d'extrusion ont été réalisés avec une extrudeuse à piston vertical de diamètre 30 mm, installée sur une presse électromécanique 50 kN. Le diamètre et la longueur de la filière sont de 12 mm et 30 mm, respectivement. Une phase de pré-compression est imposée au matériau afin d'assurer un état initial semblable des différents BPR avant extrusion. Pendant l'essai d'extrusion, la force exercée par le piston et son déplacement sont enregistrés. Différentes vitesses d'extrusion ont été appliquées afin de mesurer l'effet de ce paramètre sur l'extrudabilité des bétons. Les essais sont réalisés dans une salle à température contrôlée ($20 \pm 2^\circ\text{C}$).

2.2.2. Jeune âge (≤ 5 jours)

Le flux de chaleur d'hydratation des BPR a été enregistré à $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$, à l'aide d'un microcalorimètre isotherme, sur des échantillons de 4 à 5 g. Les déformations endogènes au jeune âge ont été mesurées en utilisant les dispositifs développés par Bouasker et Pertué, au cours de leurs thèses de doctorat, pour la mesure du retrait endogène volumique libre et la mesure du retrait endogène partiellement empêché selon la méthode de l'anneau de fissuration (Mounanga *et al.*, 2011).

2.2.3. Etat mature (à 28 jours)

Les propriétés mécaniques à 28 jours ont été déterminées sur des éprouvettes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ maintenues en conditions endogènes à $20 \pm 1^\circ\text{C}$. Le module d'Young dynamique E_m a été mesuré par une technique d'excitation par impulsion à l'aide d'un Grindosonic. La valeur moyenne de trois mesures a été prise en compte pour le calcul d' E_m . La résistance moyenne à la flexion R_f a été obtenue à partir des résultats de trois essais de flexion trois points et la résistance moyenne à la compression R_C a été mesurée sur les six morceaux d'éprouvettes rompues en flexion.

2.2.4. Long terme (≥ 90 jours)

La perméabilité au gaz, la porosité accessible à l'eau et le coefficient de diffusion des chlorures ont été mesurés sur des disques de BPR de 110 mm de diamètre et 50 mm d'épaisseur, âgés de plus de 90 jours, séchés à 80°C pendant plusieurs semaines, jusqu'à masse constante ($\pm 0,01 \text{ g}$) puis refroidis pendant 48 h dans un dessiccateur à $20 \pm 1^\circ\text{C}$. La perméabilité intrinsèque a été déterminée avec un perméamètre à charge constante de type Cembureau en utilisant de l'azote comme gaz percolant. La porosité a été mesurée selon une procédure voisine de celle recommandée par l'AFPC – AFREM (AFPC, 1997). Des essais de migration accélérée par courant électrique ont été mis en œuvre fin de quantifier la cinétique de pénétration des ions chlorure au sein des BPR (Djerbi, 2007).

3. Résultats et discussion

3.1. Comportement à l'état frais et au jeune âge (0 à 5 jours)

La Figure 2 présente les résultats d'essais d'extrusion. Les courbes « Force – déplacement » (Figure 2.a) montrent une évolution en trois principales phases (Aouadja *et al.*, 1997) : une phase d'écoulement non stationnaire (Zone 1) liée à la mise en place et au tassement de l'échantillon dans le réservoir de l'extrudeuse, suivie d'une phase d'écoulement stationnaire (Zone 2), qui indique qu'un régime permanent d'écoulement du matériau est établi, et une troisième phase (Zone 3) marquant la fin de l'essai d'extrusion. Cette dernière phase se caractérise par une évolution rapide de la force pour un faible déplacement du piston. Elle correspond à la compression de la zone morte de l'extrudeuse et à la vidange de la filière. Au cours des essais, seul le BPR_3 s'est révélé non extrudable car trop fluide. La substitution partielle de la fumée de silice par du quartz broyé a permis d'augmenter la viscosité du matériau pour le rendre de nouveau extrudable (BPRE_4 et _5).

La Figure 2.b présente les valeurs de pression d'extrusion moyennes calculées à partir des résultats enregistrés dans la Zone 2 des courbes d'extrusion. Ces valeurs sont comparables à celles obtenues dans la littérature pour des pâtes de ciment contenant des microsphères légères (Lombois-Burger *et al.*, 2006) ou des polymères (Chen *et al.*, 2008). On observe que la pression d'extrusion moyenne croît lorsque la vitesse d'extrusion augmente. Au contraire, elle est plus faible à mesure que le dosage en SP augmente, en raison de la fluidité plus élevée du mélange.

Les évolutions du flux de chaleur d'hydratation, du retrait chimique, du retrait endogène volumique et de la contrainte liée au retrait empêché des BPR sont représentées à la Figure 3. L'augmentation du dosage en adjuvant engendre un allongement de la période dormante des réactions d'hydratation. Ce phénomène peut s'expliquer par l'adsorption du SP sur les grains, engendrant ainsi un retard du processus d'hydratation. En s'adsorbant à la surface des grains, l'adjuvant minimise les contacts solides, retarde l'hydratation et l'apparition du squelette capable de s'opposer aux déformations. Ceci provoque un allongement de la phase de déformation chimique et un retard dans la transition retrait chimique – retrait d'autodessiccation induisant ainsi l'augmentation du retrait global du matériau. Cet effet retardateur a été observé sur les différents types de retrait (chimique et endogène, libre et empêché). La substitution partielle de la FS par du QB accélère le processus d'hydratation en limitant l'adsorption de l'eau de gâchage à la surface des grains. Le QB possède en effet une surface spécifique plus faible que la FS (Courtial *et al.*, 2011). Par ailleurs, la présence du QB améliore probablement la compacité du matériau. Bien moins réactif que la FS, il participe également moins au développement du retrait chimique. En effet, la substitution partielle de FS par du QB engendre une diminution de 33 % et 50 % du retrait chimique et du retrait endogène volumique, respectivement. Cependant, aucun effet n'a été observé sur la contrainte liée au retrait empêché, après 120 h.

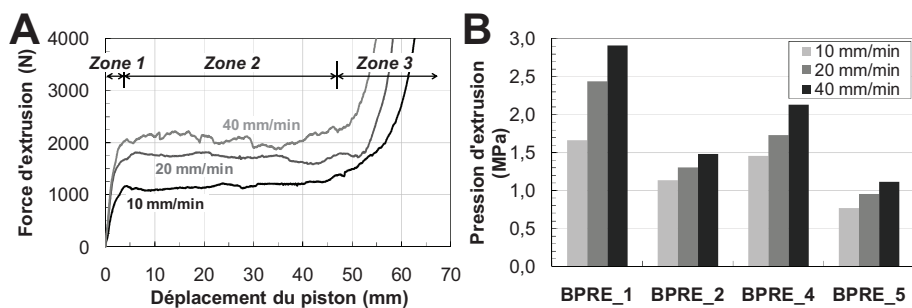


Figure 2. Résultats d'extrusion sur BPRE. A : Courbes typiques « Force d'extrusion – Déplacement du piston » du BPRE_1 obtenues à différentes vitesses d'extrusion ; B : Pression d'extrusion moyenne des BPRE selon la vitesse d'extrusion

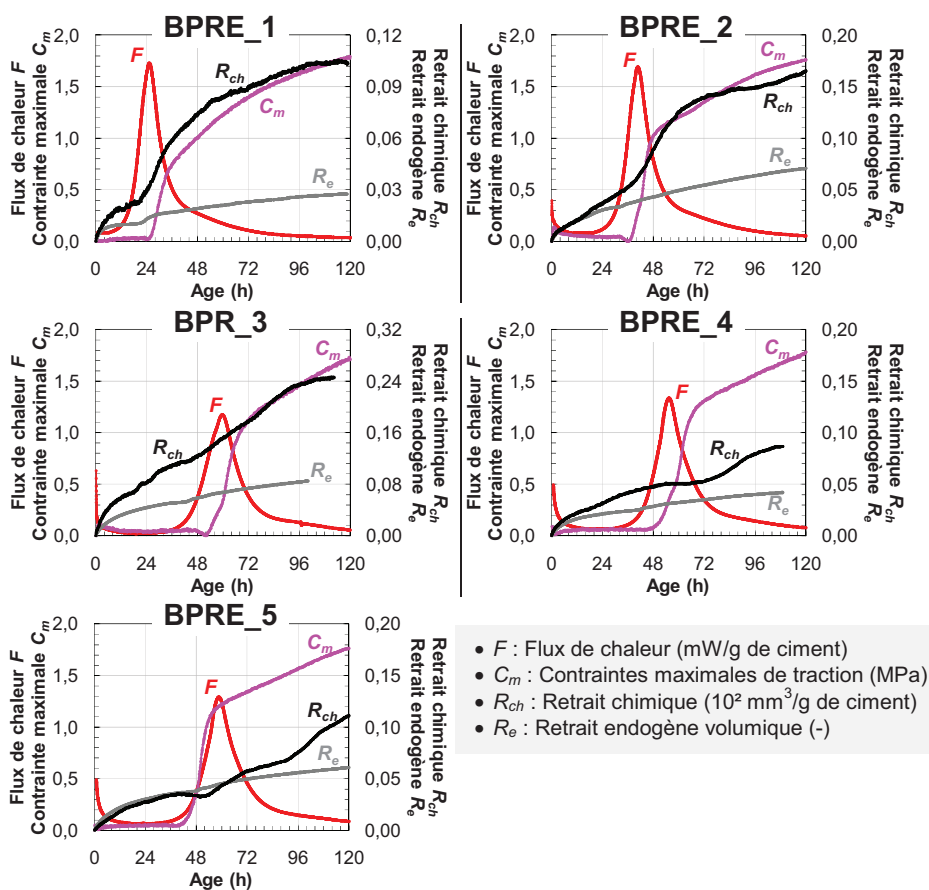


Figure 3. Evolution des courbes de flux de chaleur d'hydratation (F), de contraintes maximales de traction à l'anneau de fissuration (C_m), de retrait chimique (R_{ch}) et de retrait endogène volumique (R_e) pour les différents BPR étudiés

3.2. Comportement à âge mature et à long terme (28 à 90 jours)

Le Tableau 3 donne les résultats des essais mécaniques réalisés sur les BPR. Ils sont comparés à des données bibliographiques obtenues sur bétons ordinaire (BO) et à hautes performances (BHP). Le module d'Young et la résistance à la compression des BPR sont de 1,1 à 1,7 et de 1,7 à 3,8 fois plus élevés que pour le BO et le BHP, respectivement. En se concentrant sur les BPR, on constate que plus la quantité du superplastifiant est importante plus la résistance à la compression est faible. En effet, l'ajout de l'adjuvant engendre un édifice granulaire plus ordonné et plus compact, ce qui favorise une meilleure distribution des hydrates au sein des grains de sable. Ceci empêcherait les phénomènes de rigidification et de verrouillage par contact de grains solides. L'adjuvant pourrait jouer aussi le rôle d'un lubrifiant autour de certaines particules solides non atteintes par les hydrates. Pour les raisons présentées précédemment, la substitution partielle de fumée de silice par du quartz broyé semble améliorer nettement les propriétés mécaniques des BPR.

Les paramètres de transfert mesurés confirment ces observations (Figure 4). En effet, les très faibles porosités des BPR à base de quartz (BPRE_4 et _5) n'ont pas permis de mesurer leurs perméabilités au gaz avec le dispositif utilisé. Par ailleurs, les résultats des essais de migration ont mis en lumière les difficultés rencontrées pour saturer les BPR en utilisant les procédures classiques. Leurs faibles coefficients de diffusion laissent penser à une éventuelle réhydratation de ciment anhydre, existant en grande portion dans les BPR, et à une interaction ciment/chlorures.

Afin de mettre en évidence le gain en termes de potentiel de durabilité de cette nouvelle génération de bétons, les valeurs de perméabilité au gaz, de porosité et de coefficient de diffusion des chlorures des BPR étudiés ont été comparées à celles d'un BO et d'un BHP. Cette comparaison montre qu'une diminution du rapport E/C de 0,49 à 0,16 et de 0,38 à 0,16 entraîne une chute très importante des valeurs des paramètres de durabilité.

Tableau 3. Propriétés mécaniques des BPR à 28 jours. Comparaison avec un béton ordinaire (BO) et un béton à hautes performances (BHP)

Bétons	Rapport E/C	E_m (GPa)	R_C (MPa)	R_F (MPa)	Références
BO	0,49	42,0	46	-	Djerbi, 2007
BHP	0,38	46,0	83	-	
BPRE_1	0,16	54,0	155	19,2	Présente étude
BPRE_2		59,1	150	18,6	
BPR_3		60,0	140	18,6	
BPRE_4		69,4	175	22,3	
BPRE_5		65,3	170	20,6	

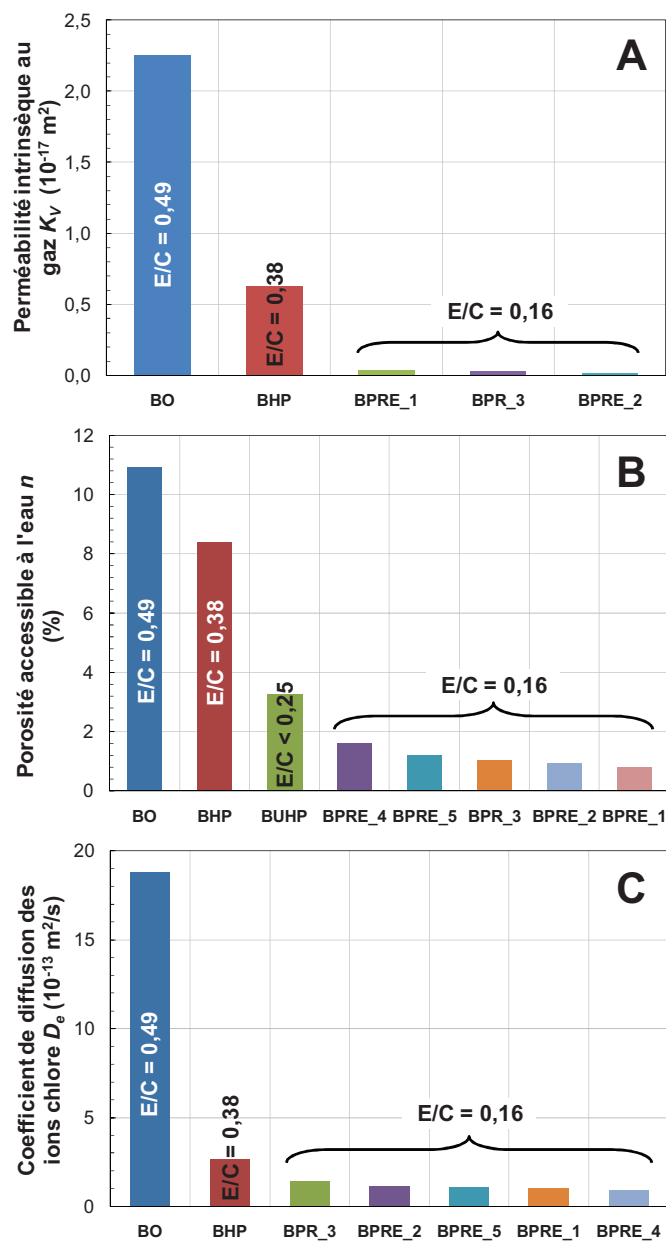


Figure 4. Paramètres de durabilité des BPR au-delà de 90 jours. A : Perméabilité intrinsèque au gaz ; B : Porosité accessible à l'eau ; C : Coefficient de diffusion des ions chlore. Comparaison avec un béton ordinaire (BO), un béton à hautes performances (BHP) (Djerbi, 2007) et un béton à ultra hautes performances (Resplendino et Petitjean, 2003)

3.3. Analyse comparative coût/performances

Cette dernière partie de l'article est consacrée à une analyse du coût des BPR mis au point et à une comparaison des rapports coût/performances avec un BO et un BHP (Djerbi, 2007). Les coûts moyens de chaque constituant des bétons sont récapitulés dans le Tableau 4. Les composants les plus onéreux sont le SP et la FS. Pour cette dernière, le coût est très dépendant de la qualité et du traitement appliqué au matériau : il peut varier de 500 €/tonne pour de la FS grise à 2000 €/tonne pour de la FS blanche. Le fort dosage en ciment, en FS et en SP des BPR se traduit par un coût du matériau jusqu'à 15 fois plus élevé que le BO et le BHP considérés (Tableau 5). Le prix à la tonne des BPR doit cependant être analysé du point de vue du gain de performances obtenu. Les rapports coût/performances ont été calculés pour la résistance à la compression R_C , la perméabilité au gaz K_V , la porosité accessible à l'eau n et le coefficient de diffusion des ions chlore D_e (Tableau 5). Considérant les propriétés mécaniques, le coût du MPa est relativement élevé pour les BPR, le BHP présentant ici le meilleur rapport coût/performance (1,08 €/MPa). Le gain réel des BPR apparaît au niveau de leur durabilité potentielle : on observe en effet des rapports de performances entre BPR et BO dépassant 140 pour la perméabilité, 13 pour la porosité et 21 pour le coefficient de diffusion des ions chlore.

Tableau 4. Coût moyen des constituants des bétons, hors transport

Constituants	Coût hors taxe (€/tonne)	Références
Ciment	110	(SESSI, 2007)
Fumée de silice	500 à 2000	Données fournisseur
Quartz broyé	150	Données fournisseur
Sable fin pour BPR	80	Données fournisseur
Granulats	7	(Bodet, 2003)
Superplastifiant (SP)	1640	Données fournisseur

Tableau 5. Données comparatives du coût et des performances des bétons

Bétons	Coût estimatif		Ratio performantiel par rapport au béton ordinaire (BO)			
	(€/m ³)	(-)	$\frac{R_C(\text{Béton})}{R_C(\text{BO})}$	$\frac{K_V(\text{BO})}{K_V(\text{Béton})}$	$\frac{n(\text{BO})}{n(\text{Béton})}$	$\frac{D_e(\text{BO})}{D_e(\text{Béton})}$
BO	52	1	1	1	1	1
BHP	90	1,7	1,8	3,6	1,3	7,2
BPRE 1	696	13,4	3,4	60,0	13,4	17,9
BPRE 2	727	14,0	3,3	138,9	11,6	16,6
BPR 3	764	14,7	3,0	87,9	10,6	13,6
BPRE 4	660	12,7	3,8	-	6,8	21,3
BPRE 5	669	12,9	3,7	-	9,1	17,4

4. Conclusions

Ce travail de recherche a porté sur la mise au point et la caractérisation à l'état frais, au jeune âge et à long terme de cinq bétons de poudres réactives (BPR). Au terme de cette étude, l'analyse des résultats a mis en évidence les principaux points suivants :

- Sur les cinq BPR fabriqués, quatre présentaient des propriétés d'extrudabilité (BPRE). Les essais d'extrusion, menés à différentes vitesses d'avancée du piston, ont permis d'obtenir un extrudât homogène et sans fissure apparente de ces bétons ;
- La substitution partielle de la fumée de silice par du quartz broyé présente des effets positifs significatifs sur la cinétique d'hydratation, le développement du retrait endogène au jeune âge, les performances mécaniques à 28 jours et les paramètres de durabilité à long terme des BPR ;
- L'analyse coût/performances des BPR formulés a souligné que l'avantage majeur des BPR se situe moins au niveau de leur résistance mécanique que de leur durabilité potentielle exceptionnelle pour des matériaux à matrice cimentaire.

5. Bibliographie

- AFPC-AFREM, « Compte-rendu des journées techniques de l'AFPC-AFREM », Toulouse, 11-12 décembre 1997.
- Aouadja F.Z., Mimoune M., Doustens A., Laquerbe M., « Contribution à l'étude de simulation du procédé d'extrusion - Mise au point d'un nouvel appareil », *Materials and Structures*, vol. 30, n° 9, 1997, p. 561-565.
- Bodet R., Substitution des granulats alluvionnaires dans l'industrie du béton par les granulats marins, concassés ou recyclés, Rapport de recherche n° DDE 27, mai 2003, CERIB.
- Chen Y., Struble L.J., Paulino G.H., "Using rheology to achieve co-extrusion of cement-based materials with graded cellular structures", *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 5, n° 5, 2008, p. 513-521.
- Courtial M., de Noirfontaine M.N., Dunstetter F., Mounanga P., Cherkaoui K., Khelidj A., « Microstructure d'un Béton de Poudre Réactive Extrudable », Actes des XXIX^{èmes} Rencontres Universitaires de Génie Civil, Tlemcen (Algérie), 29-31 mai 2011.
- Djerbi A., Influence de l'endommagement mécanique sur la perméabilité au gaz et sur la diffusion des ions chlore des bétons, Thèse de doctorat, Université de Nantes, 2007.
- Lombois-Burger H., Colombet P., Halary J.L., Van Damme H., "Kneading and extrusion of dense polymer-cement pastes", *Cement and Concrete Research*, vol. 36, n° 11, 2006, p. 2086-2097.

XXIX^e Rencontres Universitaires de Génie Civil. Tlemcen ALGERIE, 29 au 31 Mai 2011

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.

Resplendino J., Petitjean J., “Ultra-high-performance concrete: First recommendations and examples of application”, *Third International Symposium on High Performance Concrete*, Orlando (Floride), 19-22 octobre 2003.

Richard P., Cheyrezy M., “Reactive powder concretes with high ductility and 200–800 MPa compressive strength”, *ACI Special Publication*, vol. 144, 1994, p. 507-518.

SESSI, « Résultats annuels des enquêtes de branche – F14 : Fabrication de produits céramiques et de matériaux de construction », Rapport du Service des études et des statistiques industrielles, 2007.