

Claude BOULAY\*  
 Jean-Michel TORRENTI  
*Université Paris-Est, Laboratoire central des  
 Ponts et Chaussées, Paris, France*

Jean-Luc ANDRÉ  
*Laboratoire régional des Ponts et Chaussées,  
 Saint-Brieuc, France*

\* AUTEUR À CONTACTER :  
 Claude BOULAY  
 claude.boulay@lpc.fr

# **Projet de mode opératoire pour la détermination et la chaleur dégagée lors de l'hydratation du ciment d'un béton placé dans un calorimètre quasi adiabatique pour bétons (QAB)**

## **GÉNÉRALITÉS**

### **■ Objet**

Le présent mode opératoire a pour objet de spécifier la méthode de détermination de la chaleur dégagée en fonction du temps (quantité de chaleur à l'instant  $t$  et cinétique), lors de l'hydratation du ciment d'un béton placé dans un calorimètre quasi adiabatique pour bétons (QAB). Ce mode opératoire permet la détermination à échéances régulières de la chaleur produite, depuis quelques instants après sa fabrication jusqu'à quelques semaines. Cette quantité de chaleur s'exprime en Joules.

### **■ Domaine d'application**

Ce mode opératoire s'applique quelque soit le liant hydraulique excepté les ciments prompts.

### **■ Principe**

La méthode du calorimètre QAB consiste à déposer une éprouvette Ø 16 cm × hauteur 32 cm au centre d'un caisson isolé thermiquement afin de déterminer la quantité de chaleur dégagée. A un instant donné, la chaleur dégagée par l'hydratation est la somme de la chaleur ayant échauffé le calorimètre et l'éprouvette et celle ayant été dissipée vers l'extérieur depuis l'instant initial.

## **RÉFÉRENCES**

Les calorimètres semi adiabatiques sont étalonnés selon un protocole défini au sein du réseau des Laboratoires des Ponts et Chaussées qui porte le code Pro Q-E (calorimètres de Langavant, vérification). Ce document fait référence aux documents suivants :

- Pro Q-S1 (fonction métrologique)
- Pro Q. S2 (calorimètres de Langavant, Moyens de vérification)
- Norme NF EN 196-9 (Méthodes d'essais des ciments - Partie 9 : Chaleur d'hydratation - méthode semi-adiabatique)
- MET E2-1-4-3. (Métrologie des thermomètres numériques : Étalonnage)

Les calorimètres QAB sont étalonnés selon une procédure analogue à celle des calorimètres de Langavant [1].

## APPAREILLAGE ET LEUR CARACTÉRISTIQUES

### ■ Calorimètre

Le calorimètre est constitué d'un caisson en PVC, isolé par de la mousse de polyuréthane. Le logement de l'éprouvette au centre du caisson permet sa dépose dans un cylindre intermédiaire en acier. Un couvercle isolé permet le passage du câble de la sonde de température.

Le schéma du calorimètre est donné en annexe 1. De manière à assurer une reproductibilité satisfaisante de l'essai, les épaisseurs de couche isolante de mousse de polyuréthane sont à respecter autant que possible. Les joints type caoutchouc assurent une étanchéité nécessaire. Les pieds sous le caisson sont indispensables pour la ventilation sous le caisson de manière à ce que la température des parois soit réellement imposée par l'air ambiant. Sans cette précaution, le coefficient de déperdition thermique déterminé par étalonnage risque d'être modifié. Il est préconisé d'installer le caisson sur une table d'une hauteur permettant le brassage en sous face et suffisamment basse pour permettre la dépose de l'éprouvette, sans difficulté, dans le caisson ( $40 \pm 5$  cm).

Pour réaliser un essai, deux calorimètres sont utilisés. Une éprouvette-témoin est déposée dans un calorimètre QAB jumeau de celui qui reçoit l'éprouvette de béton frais. Sa température interne est proche de la température ambiante. Elle varie au gré des fluctuations de la température ambiante avec quasiment la même constante de temps que pour la température de l'éprouvette de béton frais.

### ■ Instruments de mesure de la température

Les sondes de température préconisées sont les sondes de platine ( $100 \Omega$  à  $0^\circ\text{C}$ ). Ces sondes nécessitent un étalonnage préalable selon les procédures habituelles. Les sondes sont reliées à leur boîtier de conditionnement qui est relié à un système de stockage des données.

La puissance dissipée par effet Joule de la sonde de platine ne doit pas excéder 1 mW (courant maximum de 1,5 mA). Il est recommandé de n'appliquer ce courant que lors des mesures.

La section maximale des fils au travers du couvercle ne doit pas excéder  $0,2 \text{ mm}^2$  par conducteur pour les thermocouples et  $0,25 \text{ mm}^2$  par conducteur pour les sondes de platine.

L'incertitude élargie (facteur d'élargissement  $k = 2$ ), qui s'applique à l'ensemble de la chaîne des mesures de température doit être inférieure à  $0,2^\circ\text{C}$ .

Les sondes de température sont étalonnées selon la procédure citée au paragraphe « Références ».

## EXPÉRIMENTATION

Au voisinage des calorimètres, la température de l'air doit se situer à  $\pm 1^\circ\text{C}$  de la température initiale de l'essai. La sonde de température de l'air ambiant est utilisée pour contrôler la régulation de la salle. Cette sonde doit être logée au centre d'un bloc d'aluminium limitant les fluctuations rapides de la température de l'air (par exemple  $\varnothing 20 \text{ mm} \times$  hauteur 80 mm). Un caisson actif reçoit l'éprouvette à tester et un caisson identique est utilisé comme témoin. Une éprouvette de béton, inerte chimiquement (plus de 3 mois), est placée dans le caisson témoin.

Pour effectuer l'essai il faut :

- 2 calorimètres QAB ayant des coefficients de déperdition thermique et des capacités calorifiques identiques à 5 % près ;
- une éprouvette de compensation réalisée dans un béton similaire au béton testé (capacité calorifique massique semblable) toujours dans son moule en carton ;

- trois sondes de température étalonnées ;
- un système d'acquisition de données ;
- un moule en carton avec son couvercle en plastique.

Avant l'essai, la régulation de température de la salle d'essai est réglée à la valeur de la température initiale de l'essai. Les calorimètres sont disposés dans la salle d'essai, ouverts et l'éprouvette témoin sortie de son calorimètre. Cette disposition permet la mise en température des calorimètres et de l'éprouvette témoin.

NB : L'utilisateur peut se constituer une collection d'éprouvettes témoins (2 à 5) sensée répondre à toutes les situations). Par exemple, une formulation contenant des granulats calcaires et contenant beaucoup d'eau possède une capacité calorifique massique plus grande qu'une formulation contenant des granulats siliceux avec peu d'eau. Cet aspect du protocole d'essai est laissé à l'initiative de l'opérateur.

Les sondes de température sont passées au travers des presse-étoupes des couvercles des 2 caissons puis au travers du trou des couvercles de moule en acier. Le couvercle de moule en plastique de l'éprouvette témoin est percé précisément en son centre au diamètre 8 mm. Un tube de cuivre (longueur 170 mm, diamètre extérieur 10 mm, épaisseur 1 mm) équipé d'un collet battu (ou d'un collier en plastique à serrage rapide) à une extrémité et fermé hermétiquement de l'autre est passé au travers du trou du couvercle de moule (on suppose que les mêmes dispositions ont été prises pour l'éprouvette témoin).

Le moule est pesé, au gramme près, avec le couvercle et le tube en cuivre.

Le béton est malaxé. La date et l'heure de l'ajout de l'eau sont notées. A la sortie du malaxeur, la température du béton ( $T_{\text{béton}}(0)$ ) est mesurée et notée. Le béton est mis en place dans le moule selon les règles de l'art. Lorsque le moule est quasiment plein, le tube de cuivre est enfoncé, sous vibration (interne ou externe au moule), jusqu'à l'ajustement du couvercle en tête de l'éprouvette. L'ensemble est pesé de manière à connaître la masse de béton ( $m_b$ ) mis en œuvre. Un ruban adhésif est appliqué autour du couvercle pour minimiser l'évaporation et les condensations dans le calorimètre. L'éprouvette est transportée dans la salle d'essai.

Les calorimètres sont posés sur la table basse prévue dans le paragraphe « Calorimètre ». Les éprouvettes sont déposées dans l'enveloppe en acier du calorimètre. Ils sont coiffés du couvercle acier. Les sondes de température sont déposées dans les tubes de cuivre. De l'huile est versé dans les tubes de cuivre jusqu'au bord. De la pâte à modeler est appliquée au niveau du trou de passage du couvercle acier. Les couvercles des caissons sont posés et attachés. De la pâte à modeler est appliquée au passage du presse-étoupe.

L'acquisition de données est mise en service. L'intervalle de mesure est fixé entre 10 et 15 min (96 à 144 mesures/jour). Un affichage de l'écart de température entre l'éprouvette en test et l'éprouvette témoin est souhaitable. Les données enregistrées sont la date et l'heure de chaque scrutin (format : jj/mm/aa hh:mm:ss), les températures  $T_{\text{béton}}$ ,  $T_{\text{témoin}}$  et  $T_{\text{amb}}$ .

La cinétique de l'hydratation et la durée de l'hydratation complète du béton sont très variables. Il n'y a donc pas de règle pour l'arrêt des mesures. Il arrive un moment où, selon les performances des mesures de température, le dégagement de chaleur n'est plus détectable. Dans ce cas, on peut estimer que l'essentiel de la réaction d'hydratation a eu lieu. Il n'y a aucun intérêt à continuer d'enregistrer les températures après cet instant. Si l'essai est arrêté avant, le résultat de l'essai est la valeur de la chaleur dégagée à cet instant. Le choix de l'instant pour arrêter les mesures est donc du ressort de l'opérateur. L'indication de l'écart de température par la chaîne d'acquisition de données est un témoin utile dans ce cas. On peut, par exemple, déterminer l'arrêt lorsque cet écart passe sous deux fois l'incertitude élargie de la mesure de température.

## DÉTERMINATION DE LA CHALEUR D'HYDRATATION

### ■ Notations

On note :

- $C_{\text{béton}}$  [J/ $^{\circ}\text{C}$ ] : capacité thermique du béton seul (produit de la masse par la capacité thermique spécifique)
- $C_{\text{cal}}$  [J/ $^{\circ}\text{C}$ ] : capacité thermique du calorimètre, obtenue à partir de l'étalonnage
- $C_{\text{tot}}$  [J/ $^{\circ}\text{C}$ ] : capacité thermique totale =  $C_{\text{béton}} + C_{\text{cal}}$
- $t$  [heure] : temps lors de l'essai QAB
- $T_{\text{béton}}$  [ $^{\circ}\text{C}$ ] : température de l'éprouvette de béton frais
- $T_{\text{ext}}$  [ $^{\circ}\text{C}$ ] : température extérieure
- $T_{\text{témoin}}$  : température de l'éprouvette témoin en béton durci
- $q(t)$  [J] : dégagement de chaleur à l'instant  $t$
- $\theta(t)$  [ $^{\circ}\text{C}$  ou K] =  $T_{\text{béton}} - T_{\text{témoin}}$  : écart de température entre l'éprouvette de béton frais et l'éprouvette témoin à l'instant  $t$
- $\alpha$  [J/h/ $^{\circ}\text{C}$ ] : coefficient de conduction thermique. Il est fonction de  $\theta$  ( $\alpha = a + b \theta$ ),  $a$  et  $b$  étant obtenus par étalonnage
- $m_b$  : masse de béton coulée dans le moule en carton.

### ■ Calcul de la chaleur dégagée dans un tableau

Dans le calorimètre QAB, une partie de la chaleur dégagée par l'hydratation du ciment augmente la température de l'éprouvette, une autre partie augmente la température du calorimètre et une dernière partie est évacuée vers l'extérieur. Ceci s'exprime de la façon suivante :

$$q(t) = C_{\text{tot}} \left( T_{\text{béton}}(t) - T_{\text{béton}}(0) \right) + \alpha \int_0^t \theta(t) dt \quad (1)$$

La manière d'utiliser cette expression dans un tableau sur des données discrètes est décrite ci-après.

Dans un premier temps, une ligne comportant la date et l'heure du coulage, la température en sortie de malaxeur  $T_{\text{béton}}(0)$ , une température de l'éprouvette témoin égale à la première température mesurée sur cette éprouvette et une température ambiante traitée de la même façon, est rajoutée en tête des mesures effectuées.

Une colonne « âge du béton » ou temps  $t$  est aussi rajoutée. Ce temps est calculé en heures. C'est la date et l'heure de chaque mesure moins la date et l'heure relevées au moment du coulage.

$C_{\text{tot}}$  est la somme des capacités thermiques du béton  $C_{\text{béton}}$  et du calorimètre  $C_{\text{cal}}$ . La capacité thermique du calorimètre est donnée dans le rapport d'étalonnage. Son ordre de grandeur pour les dimensions de la figure en annexe 1 est de 3400 J/ $^{\circ}\text{C}$ . La capacité thermique du béton est calculée d'après l'expression suivante :

$$C_{\text{béton}} = \mu_s (m_c + m_s + m_g) + \mu_l m_e \quad (3)$$

•  $\mu_s$  est la capacité thermique spécifique pour les solides du mélange (ciment, sable et granulats) et vaut environ 800 J  $^{\circ}\text{C}^{-1}$   $\text{kg}^{-1}$ .

•  $\mu_l$  est la capacité thermique spécifique moyenne<sup>1</sup> pour l'eau du mélange et vaut 3 800 J  $^{\circ}\text{C}^{-1}$   $\text{kg}^{-1}$ .

•  $m_c$ ,  $m_s$ ,  $m_g$  et  $m_e$  sont respectivement les masses de ciment, de sable, de granulats et d'eau de l'éprouvette elle-même.

<sup>1</sup> La capacité thermique spécifique de l'eau vaut 4 180 J  $^{\circ}\text{C}^{-1}$   $\text{kg}^{-1}$  mais sa valeur est différente pour l'eau combinée aux hydrates.

Ces masses sont obtenues à partir de la composition du béton et de la masse de l'éprouvette. A cet effet, on détermine d'abord la proportion massique de chaque constituant du béton (masse du constituant par m<sup>3</sup> de béton divisée par la masse totale des constituants par m<sup>3</sup> de béton). Pour connaître les masses des constituants dans l'éprouvette, il suffit ensuite de multiplier les proportions massiques de chaque constituant par la masse de l'éprouvette.

Le dernier terme de l'équation (1) est calculé à partir de l'instant 0. A cet instant, on considère que la chaleur dégagée est nulle (on néglige l'échauffement dû à la dissolution des anhydres dans les premiers instants). Pour chaque pas suivant de rang  $k$ , on calcule la déperdition d'énergie élémentaire :

$$\Delta q(k) = \alpha \frac{T_{\text{béton}}(k) - T_{\text{témoin}}(k) + T_{\text{béton}}(k-1) - T_{\text{témoin}}(k-1)}{2} \Delta t, \text{ qui est rajouté à la valeur atteinte au rang } k-1.$$

La courbe  $q(t)$  est le résultat escompté.

D'autres informations tirées de cette courbe sont possibles [2, 3, 4].

## INCERTITUDES DE LA DÉTERMINATION DE LA CHALEUR DÉGAGÉE

Les paramètres qui ont une influence importante sur le résultat sont les mesures de la température de l'éprouvette et du témoin et le coefficient de déperdition thermique des calorimètres.

Avec un jeu d'incertitudes élémentaires  $u_x$  tel que celui listé dans le tableau ci-dessous, l'incertitude type sur le dégagement de chaleur est de l'ordre de 5 % de la chaleur dégagée jusqu'à quatre semaines d'essai [2].

Paramètre	Valeur nominale	$u_x$	Unités
Masse moule vide	0,346	0,0002	kg
Masse moule plein	15,262	0,005	kg
Masse ciment	2,171	0,005	kg
Masse d'eau	1,176	0,0002	kg
Masse de sable	4,722	0,005	kg
Masse de gravillons	6,846	0,005	kg
$C_{\text{cal}}$	3266	32,66	J/°C
$\alpha$	369,8	3,2	J/°C/h
Cap. Cal. Mass. Sol.	750	7,5	J/°C/kg
Cap. Cal. Mass. Liqu.	3760	37,6	J/°C/kg
$T_{\text{béton}}$	$T_{\text{béton}}(t)$	0,1	°C
$T_{\text{témoin}}$	$T_{\text{témoin}}(t)$	0,1	°C

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1 ANDRÉ J.L., SAINTILAN R., « Étalonnage des caissons QAB », *BLPC* n° 278, 2010, pp. 43-45.
- 2 BOULAY C., TORRENTI J.M., ANDRÉ J.L., SAINTILAN R., « Calorimétrie quasi adiabatique pour bétons : facteurs d'influence », *BLPC* n° 278, 2010, pp. 18-36.
- 3 BRIFFAUT M., BENBOUDJEMA F., TORRENTI J. M., NAHAS G., *BLPC* n° 278, 2010, pp. 5-18.
- 4 MARTIN R. P., TOUTLEMONDE F., « Mise au point d'une cure thermique représentative de l'échauffement d'une pièce massive de béton », *BLPC* n° 278, 2010, pp. 49-63.

## ANNEXE 1

Schéma, à l'échelle,  
d'un calorimètre QAB

