

Dispositif d'étude de la cinétique d'hydratation des bétons par calorimétrie isotherme

Hassina KADA-BENAMEUR
Chercheur

Bruno DUTHOIT
Professeur des Universités
Directeur de la filière Génie civil

Laboratoire d'Artois de mécanique et d'habitat
Équipe thermique - instrumentation, Technoparc Futura
Faculté des Sciences appliquées, Béthune (France)

Gérard LEJEUNE
Ingénieur de recherche
Laboratoire d'application, section Béton
Direction développement Origny, Obourg (Belgique)

RÉSUMÉ

Cet article vise à présenter un dispositif innovant d'étude de la chaleur d'hydratation des bétons. Le principe de mesure utilise de nouveaux capteurs fluxmétriques particulièrement performants. L'appareillage permet l'étude d'échantillons de grandes tailles adaptés au matériau béton. Les conditions quasi isothermes imposées permettent une exploitation directe et particulièrement simple des résultats.

Le dispositif de mesure est décrit ainsi que les procédures d'étalonnage. Les corrections des fuites et la prise en compte des conditions initiales non isothermes sont présentées. Les premiers résultats obtenus sur un béton type sont exposés. L'énergie d'activation apparente est calculée. On observe une valeur sensiblement constante pour des degrés d'hydratation compris entre 0,2 et 0,8. La comparaison des évolutions de la résistance mécanique et de la chaleur d'hydratation pour des températures de cure variables fait apparaître de nettes corrélations.

MOTS CLÉS : 32 - Béton hydraulique - Appareil de mesure - Vitesse - Hydratation - Chaleur - Température - Capteur - Étalonnage - Résistance (matér.) - Mécanique - Énergie - Activation (physicochim.)

Présentation

Paul ACKER
Chef de la division
Bétons et ciments pour ouvrages d'art

La mesure des caractéristiques calorifiques et thermiques des bétons est aujourd'hui un enjeu important, pour au moins deux raisons. Dans les ouvrages massifs, d'une part, la chaleur d'hydratation du ciment engendre des champs de température qui peuvent produire, au cours du refroidissement, d'importantes fissurations. Dans les dalles de ponts mixtes, par exemple, ces effets sont sensibles pour des épaisseurs inférieures à 40 cm. De plus en plus souvent, ces effets sont analysés par l'ingénieur au moyen de simulations numériques, dans lesquelles il lui faut entrer les données calorifiques et thermiques du matériau. Sur les chantiers d'ouvrages d'art, par ailleurs, l'enregistrement des températures constitue un moyen de suivi et de prévision des résistances en place, alternative séduisante à l'écrasement des éprouvettes dites d'information (non contractuelles).

Le travail présenté dans cet article porte sur l'évaluation des capteurs de flux dans la réalisation de ces mesures. Deux types d'applications peuvent être envisagées :

➤ *La première concerne la mesure de la chaleur d'hydratation du ciment. Pour l'instant, nous ne savons pas*

L'étude présentée ici a été soutenue par le projet national Calibé, et s'intègre dans l'action « *Prisométrie-Maturométrie* ».

calculer ce qui se passe dans un béton à partir de la seule connaissance de la chaleur d'hydratation du ciment, telle que la mesurent systématiquement les cimentiers, au moyen d'un essai normalisé (l'essai semi-adiabatique à la bouteille de Langavant), ni même à partir de la courbe complète enregistrée dans cet essai. On fait donc un essai semi-adiabatique sur du béton (l'essai QAB), que l'on corrige des pertes calorifiques selon une formule copiée sur la méthode de Langavant. Or, cette formule est d'origine empirique (il n'y a pas de solution analytique au problème) et marche assez mal pour l'essai QAB, alors qu'elle est satisfaisante pour l'essai de Langavant, sans doute parce que les pertes y sont, proportionnellement, plus faibles. L'intérêt des capteurs de flux est qu'ils peuvent fournir directement une estimation des pertes calorifiques parce que, d'une part, par leur montage en série, ils donnent une intégrale du flux sur leur surface et que, d'autre part, de par leur mode de fabrication, on peut entièrement recouvrir la surface de nos éprouvettes (et les intégrer dans nos appareils).

➤ *La seconde application est une alternative aux maturimètres de chantier. Dans les structures peu épaisses, en effet, l'élévation de température est faible, voire négligeable, et les maturimètres sont moins à même de détecter le début de prise. Les capteurs de flux, par contre, ne présentent pas cet inconvénient. Et si leur sensibilité est suffisante, ils pourraient même remplacer avantageusement les thermocouples, puisqu'ils peuvent être disposés sur la face extérieure d'un coffrage.*

Les résultats présentés ici ont été soutenus par le projet national Calibé. Ils confirment l'intérêt des fluxmètres en laboratoire et nous incitent à en examiner les performances dans les conditions de chantier.

Introduction

L'étude de la cinétique d'hydratation des bétons constitue un problème d'actualité en génie civil. Les bétons ont aujourd'hui des compositions très diverses : ciments, adjuvants, agrégats, etc. Chaque composition induit des processus de réactions complexes et spécifiques qu'il importe de mieux connaître.

Deux aspects essentiels motivent cet intérêt. L'hydratation d'un béton est une réaction fortement exothermique et thermoactivée ; lors de coulage « en masse », la chaleur dégagée au cœur du matériau durant la prise provoque des effets thermomécaniques dans le milieu. Le contrôle de ces phénomènes est fondamental, en particulier pour des ouvrages sensibles : barrages,

réservoirs, fondations des grands ouvrages, etc. Un autre domaine d'application motive ces études : une meilleure connaissance de la cinétique d'hydratation permet une meilleure appréciation de la résistance au « jeune âge » du matériau. Le suivi sur ouvrage de l'évolution de la réaction permet alors d'optimiser les phases de décoffrage et de mise en charge avec des conséquences financières importantes.

Les études des processus d'hydratation des ciments ont été largement développées et des dispositifs divers de mesure de la chaleur d'hydratation ont été mis au point. Ces derniers sont basés sur des méthodes classiques de calorimétrie en conditions adiabatiques, quasi adiabatiques ou isothermes [1], [2] et [3]. Ces appareillages sont adaptés à de très petits échantillons de quelques dizaines de grammes. L'information fournie, qui ne concerne que le ciment, n'est pas celle qui est recherchée. L'objectif est ici de suivre les processus complexes d'hydratation d'un matériau hétérogène constitué de ciment, de granulats et d'adjuvants divers. L'hétérogénéité du milieu conduit à étudier des échantillons de quelques kilogrammes, pour obtenir des résultats statistiquement représentatifs. À cette condition d'échelle s'ajoute le souhait de disposer d'un appareillage suffisamment simple et robuste pour pouvoir être utilisé sur chantier.

Les méthodes de mesure actuellement développées visent essentiellement à transposer au matériau béton les techniques développées sur les ciments en conditions adiabatiques ou quasi adiabatiques. Le changement d'échelle imposé par la taille des inclusions conduit cependant à des dispositifs assez sophistiqués et lourds. Les dispositifs de mesure de type adiabatique sont peu nombreux ; la complexité et la lourdeur de ceux-ci limitent leur utilisation à des essais de référence. Les appareils semi-adiabatiques sont plus simples. La prise en compte des fuites est cependant délicate et conduit souvent à des résultats incertains. Une autre difficulté est liée aux procédures issues des méthodes calorimétriques classiques. Les réactions chimiques sont thermoactivées, or, dans les procédés calorimétriques, l'information traitée est la température, qui évolue dans le temps. La cinétique observée dépend donc des conditions de mesure et de l'évolution de la température. Toute analyse comparative directe des résultats est impossible. Pour résoudre ce problème, la notion de « temps équivalent » est généralement utilisée ; la méthode consiste à supposer que la vitesse de réaction vérifie la loi d'Arrhenius et à procéder à une correction de l'échelle des temps pour ramener le processus à ce qu'il serait si la température était restée constante et égale à une température de référence (généralement 20 °C) [4], [5], [6] et [7]. Il est bien évident qu'une telle

procédure génère des incertitudes supplémentaires. La validité de la loi d'Arrhenius qui sert de base à la correction est, par ailleurs, contestable dans le cas de réactions chimiques multiples et couplées [8].

L'objectif de cet article est de décrire et de valider un nouveau dispositif de mesure de la chaleur d'hydratation des bétons en condition quasi isotherme. La méthode est basée sur des mesures de flux thermiques à l'aide de capteurs spécifiques. Elle s'appuie sur une expérience de l'instrumentation fluxmétrique et des traitements associés, largement développés depuis plusieurs années dans le Laboratoire d'Artois de mécanique et d'habitat à Béthune.

Le dispositif expérimental

Description de l'appareillage

Le dispositif développé est représenté sur la figure 1. L'échantillon est un prisme à base carrée de $(0,09 \times 0,09 \times 0,16)$ m³. Le matériau frais est disposé dans un porte-échantillon constitué de quatre échangeurs plans qui forment les côtés latéraux du dispositif (fig. 2). Les deux bases isolantes sont composées de plaques de polystyrène de 0,05 m d'épaisseur. Les échan-

geurs sont reliés à un bain thermostaté, la température est réglable de -30 °C à 120 °C (à $\pm 0,1$ °C près) et la circulation du fluide caloporteur est assurée par deux pompes.

Les capteurs de flux (fig. 3) sont intégrés à la surface des plaques échangeuses. Les capteurs spécifiques développés sont du type « gradients tangentiels » [9] et [10]. Leur principe de fonctionnement permet de limiter la perturbation minimale de la mesure et des conditions aux limites ; l'épaisseur de la couche fluxmétrique est inférieure à 10^{-4} m et l'épaisseur totale du capteur est de l'ordre de $3 \cdot 10^{-4}$ m. La sensibilité est de l'ordre $26 \mu\text{V}/\text{W}/\text{m}^2$ et la constante de temps RC de l'ordre d'une seconde. La très faible résistance thermique engendrée par les capteurs (voisine de 10^{-3} K/W/m²) garantit une bonne condition de puits thermique à la surface du matériau.

La qualité des conditions isothermes est vérifiée par des thermocouples de type K inclus dans les capteurs de flux et par un thermocouple disposé au cœur du béton.

Les températures des faces internes et externes des deux bases de polystyrène sont mesurées par des thermocouples afin de pouvoir estimer les fuites. Des mesures fluxmétriques seraient bien évidemment envisageables, dans un second temps, si cela s'avérait nécessaire pour la précision des résultats.

Vue de dessus

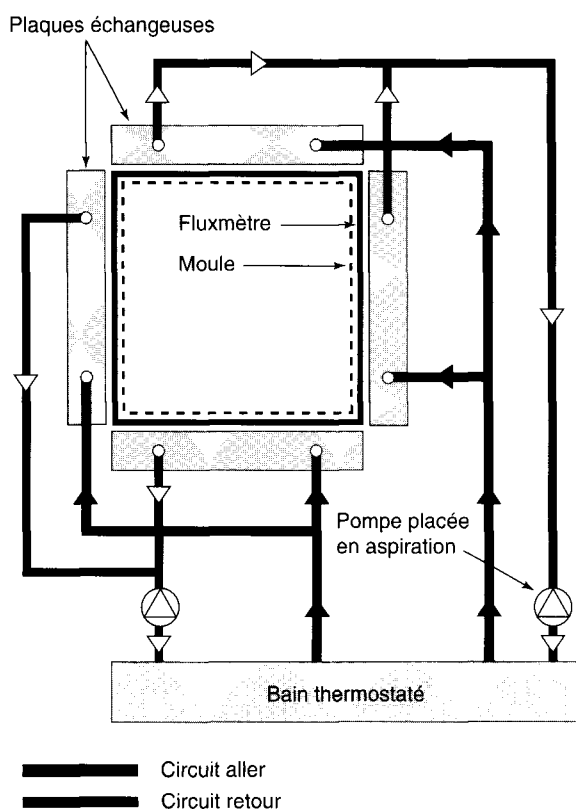
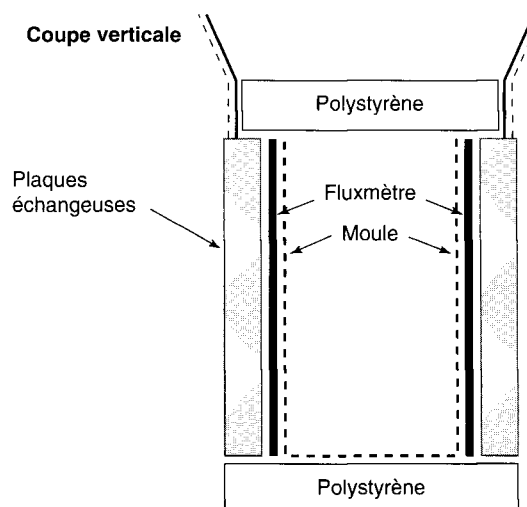


Fig. 1 - Dispositif de mesure.

Coupe verticale



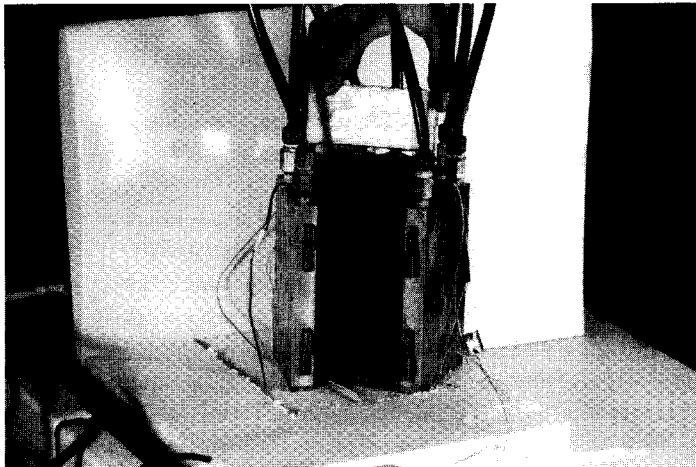


Fig. 2 - Dispositif expérimental.

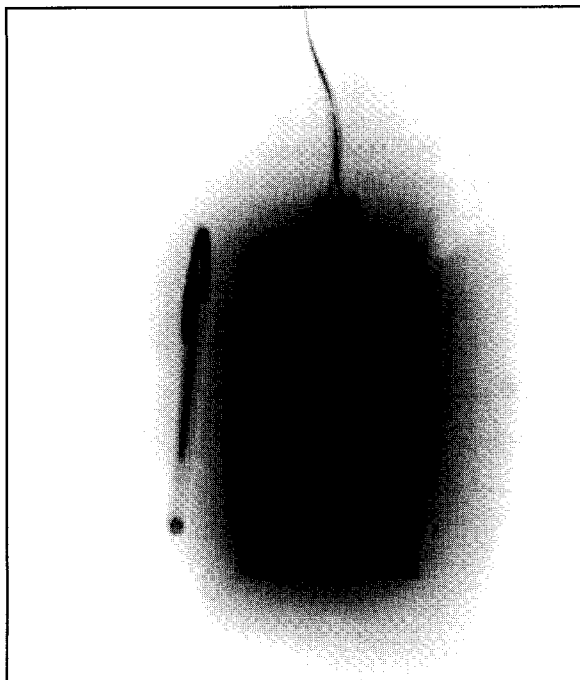


Fig. 3 - Fluxmètre à conduction.

Étalonnage

Chacun des fluxmètres a été étalonné selon une méthode qui consiste à imposer un flux connu grâce à une résistance chauffante plane. Cette méthode est classique et a été largement décrite [11]. La sensibilité moyenne des capteurs est de l'ordre de $26 \mu\text{V}/\text{W}/\text{m}^2$ et l'erreur sur la répétitivité des résultats est inférieure à 2 % sur une série de huit mesures.

Une procédure complémentaire a été développée pour étalonner globalement le dispositif. Pour cela, le porte-échantillon est rempli d'eau et une résistance plongeante, disposée dans le liquide, est alimentée durant 20 à 30 min. L'énergie dissipée par effet Joule est connue. Dix essais ont été effectués avec des énergies calorifiques de l'ordre de deux à dix fois la quantité de chaleur prévisible lors de la prise du béton. La figure 4a montre l'allure du flux mesuré lors d'un essai, ainsi que les températures mesurées sur les surfaces (fig. 4d), et au cœur du fluide (fig. 4c). Les différentes températures de surface restent sensiblement constantes lors de tout l'essai, donc la condition d'isothermie est bien vérifiée. L'intégrale du flux mesuré est comparée à l'énergie électrique dissipée. Pour l'ensemble des essais réalisés, l'énergie calorifique (fig. 4b) mesurée reste systématiquement inférieure à l'énergie fournie, avec des écarts variables de 6 à 8 %. Ces variations peuvent être attribuées aux fuites thermiques du système : bases non parfaitement adiabatiques et déperditions non mesurées au niveau des arêtes. Pour valider cette hypothèse et permettre des corrections, une étude expérimentale des fuites a été effectuée.

Étude des fuites thermiques

Pour estimer les fuites de chaleur, des échantillons de béton âgés de plus de trois mois ont été disposés dans l'appareillage de mesure. Ces éprouvettes, considérées comme totalement inertes puisque leur réaction d'hydratation est achevée, sont portées et maintenues à des températures variables, entre 15 et 40 °C. Quand les processus de déstockage ou de stockage de la chaleur sensible sont terminés, la puissance calorifique mesurée par les capteurs est utilisée pour entretenir les fuites thermiques du système en régime établi. La figure 5 montre l'évolution du flux mesuré par les capteurs (Flux tot) en régime stabilisé en fonction de l'écart de température entre l'échantillon et l'ambiance du laboratoire. On observe une évolution linéaire croissante, qui passe par l'origine. Ce résultat est tout à fait cohérent avec notre hypothèse et valide la méthode.

Une partie des fuites résulte des déperditions dans les bases en polystyrène. Celles-ci peuvent être estimées à partir des relevés des températures des deux faces de la paroi isolante. En régime lentement variable, celle-ci se comporte comme un fluxmètre à « paroi auxiliaire ». La connaissance de la résistance thermique, mesurée par ailleurs en laboratoire, conduit alors à l'estimation du flux (Flux bc).

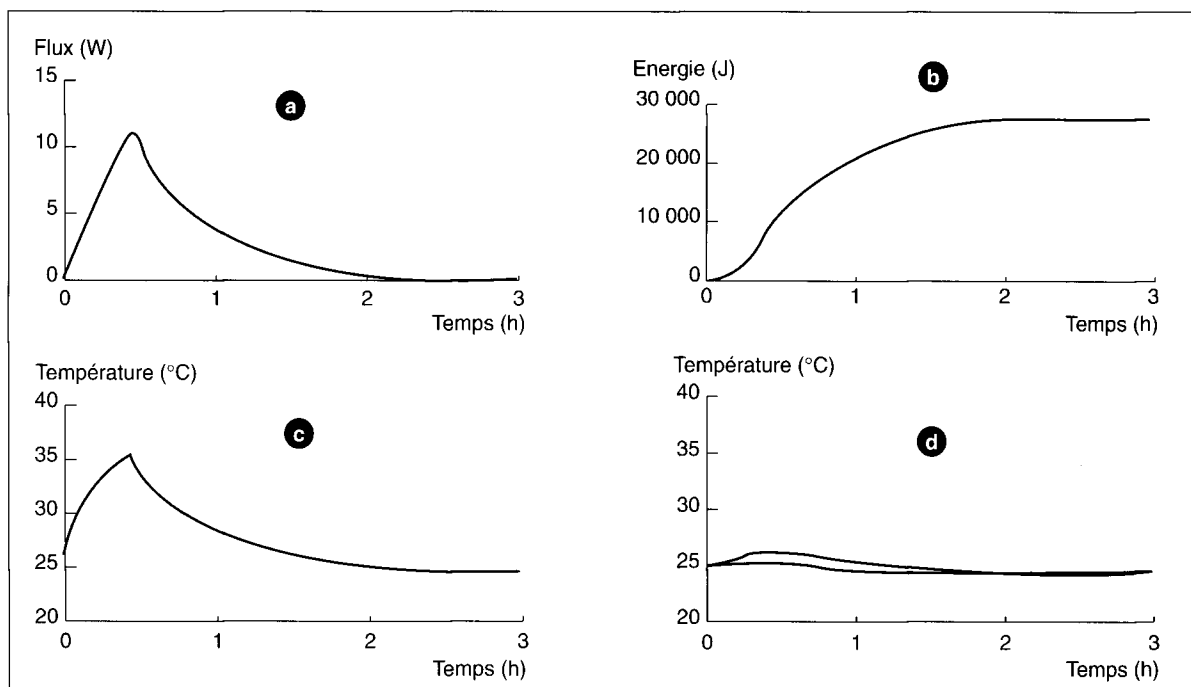


Fig. 4 - Étalonnage du dispositif.

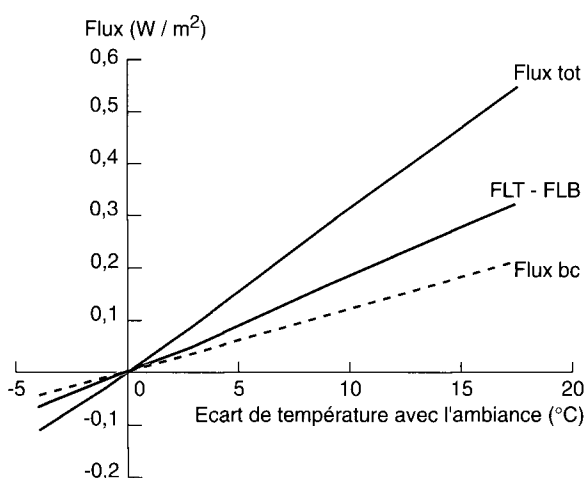


Fig. 5 - Mesure des fuites.

Les flux estimés par cette méthode (Flux tot, Flux bc) ont été reportés comparativement sur la figure 5. Les résultats montrent que les déperditions dans les bases représentent 30 % environ des fuites globales. Les flux de chaleur perdus par l'ensemble des arêtes sont obtenus par différence (Flux tot-Flux bc). Un calcul de régression linéaire conduit à la relation :

$$\phi_{\text{arête}} = 0,0184 \times \Delta T \text{ [W/m}^2\text{]} \quad (1)$$

avec

ΔT : écart de température paroi-ambiance.

Ces résultats autorisent la correction des mesures effectuées lors de l'étude d'un processus d'hydratation. La cinétique d'hydratation d'un béton

est très lente, si on la compare à la constante de temps des parois constitutives des bases. Ces dernières pourront être considérées en régime thermique quasi stationnaire et les fuites seront estimées à partir de la mesure des températures des surfaces. Les déperditions par l'ensemble des arêtes seront déterminées par la relation (1).

Une nouvelle série d'étalonnages a été effectuée conformément à la procédure décrite au paragraphe « Étalonnage ». La correction des mesures est faite à partir des écarts de température paroi-ambiance et des faces interne-externe des bases. Les énergies globales corrigées pour cinq essais s'écartent de $\pm 1,5$ % de l'énergie dissipée.

Mise en équilibre thermique initiale

Lors d'une mesure, le béton frais est malaxé avant d'être introduit dans le moule. À la mise en place de l'échantillon dans le dispositif isotherme, un échange de chaleur sensible s'établit pour amener le milieu en équilibre thermique. Les flux de chaleur qui résultent de ce processus peuvent masquer ou fausser la mesure de la chaleur d'hydratation en début de phénomène.

Ce problème est en général peu gênant pour deux raisons :

- > il est souvent possible de préstocker les constituants à une température voisine de la température d'expérimentation choisie et l'énergie sensible est alors très faible ;
- > le début de la réaction d'hydratation d'un béton se fait après une période latente qui, pour

un béton classique, est de l'ordre de 1 à 2 h. Le processus de stockage de chaleur sensible est alors pratiquement terminé. Nous avons cependant cherché à prendre en compte ce problème qui peut, dans certains cas particuliers, se révéler non négligeable.

Pour procéder à cette étude, le milieu est considéré en première approximation comme un système linéaire auquel on peut associer une conductivité, une chaleur massique et une masse volumique constantes.

Les valeurs de ces paramètres ont été mesurées sur des échantillons durcis.

Le flux de chaleur sensible peut s'exprimer alors par la relation suivante :

$$\phi_s(t) = U(t) \otimes \partial T_s(t) / \partial t \quad (2)$$

avec

\otimes : Produit de convolution.

Dans cette relation, $U(t)$ représente la réponse indicielle de stockage de l'échantillon, c'est-à-dire le flux de chaleur échangé à sa surface quand la température de celle-ci est augmentée de 1 °C. $T_s(t)$ représente « l'histoire » de la température de surface de l'échantillon. La réponse indicielle a été déterminée par modélisation numérique dans une configuration bidimensionnelle à base carrée. La figure 6 montre les densités de flux obtenues localement avec un pas de 1 cm. La réponse indicielle globale a été obtenue par sommation des réponses locales.

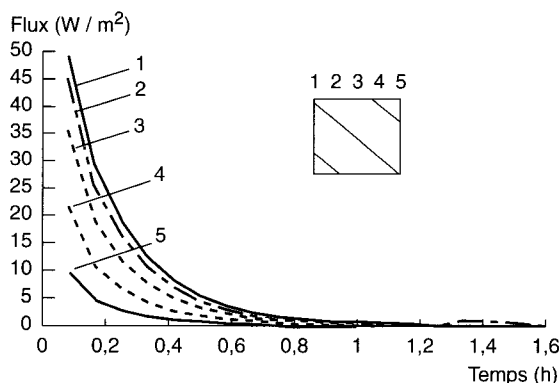


Fig. 6 - Réponse indicielle.

Pour valider la procédure, un essai a été réalisé en imposant un écart de température important entre le mélange, initialement à une température de 19 °C, et les échangeurs à 30 °C. La température du mélange est prise comme référence. L'histoire de la température de surface du produit est ensuite suivie par les thermocouples intégrés aux surfaces. La figure 7 montre l'évolution de la température

observée. La figure 8 compare le flux mesuré et celui obtenu par convolution, conformément à la relation (2). On observe une bonne correspondance.

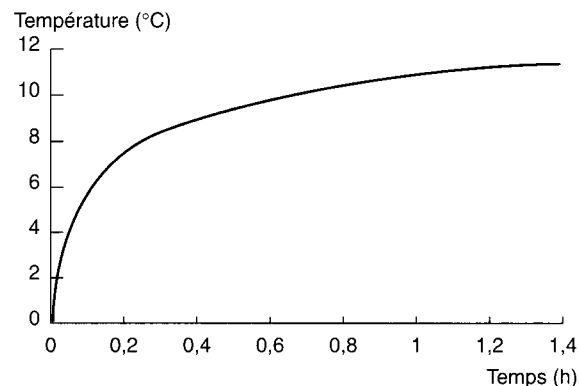


Fig. 7 - Évolution de la température de surface.

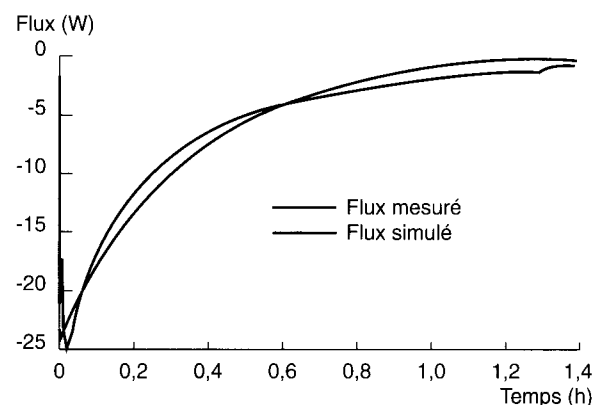


Fig. 8 - Évolution des flux mesurés et simulés.

Résultats expérimentaux

Les résultats présentés ici visent à illustrer, sur un matériau simple de référence, des applications du dispositif mis au point. Des études plus complètes sur des compositions diverses sont actuellement en développement.

L'objectif de cette étude est triple :

- Étudier l'influence de la température sur la cinétique d'hydratation. Le programme d'essai prévoit trois températures de cure : 20 °C, 30 °C et 40 °C.
- Évaluer l'énergie d'activation à différents niveaux de température.
- Étudier la corrélation entre la montée en résistance des bétons, l'avancement de la réaction d'hydratation et la température. Des mesures de la résistance mécanique sont ainsi effectuées sur des éprouvettes de forme cylindrique 16/32 cm, aux échéances de 18 h, 48 h, 72 h et 7 j pour les trois conditions de cure choisies.

Les matériaux

Tous les essais ont été réalisés avec un même ciment. Il s'agit du ciment CPA CEM I 42,5R PM CP2 de Rochefort, provenant d'un même lot afin d'éviter une trop grande dispersion au niveau de la composition chimique. Les granulats utilisés sont des sables de quartz roulés et des gravillons concassés. Trois fractions de sables et deux de gravillons ont été choisies pour garantir une régularité granulométrique.

La formulation du béton pour 1 m³ est la suivante :

Ciment	350 kg
Sable 1	443 kg
Sable 2	177 kg
Sable 3	177 kg
Concassé calcaire 4/7	301 kg
Concassé calcaire 7/14	674 kg
Eau efficace	199 kg

Rapport e/c = 0,55

Mesure de la chaleur d'hydratation

À chaque température de cure, les évolutions des flux de chaleur, les températures de surface et du cœur du béton sont relevées. La quantité de chaleur est obtenue par intégration du flux. Les figures 9 et 10 montrent les résultats obtenus.

On observe une nette différence entre les cinétiques de réaction. La vitesse de réaction augmente rapidement avec la température et le pic de flux est plus important. Il apparaît, par contre, que l'intégrale des flux, qui correspond à la quantité de chaleur globale de la réaction, tend à diminuer légèrement quand la température augmente. Ce comportement confirme les observations déjà effectuées par d'autres chercheurs, qui ont pu corréler la diminution de la chaleur de réaction observée, quand la température augmente, à la chute de la résistance mécanique [12], [13] et [14].

Détermination de l'énergie d'activation

La définition de l'énergie d'activation implique d'admettre que la réaction d'hydratation suit la loi d'Arrhenius [15], qui régit l'accélération des réactions chimiques lorsqu'il y a élévation de la température.

Cette loi s'exprime de la manière suivante :

$$K = A \exp(-E/RT) \quad (3)$$

avec :

K : constante de vitesse pour chaque état d'avancement,

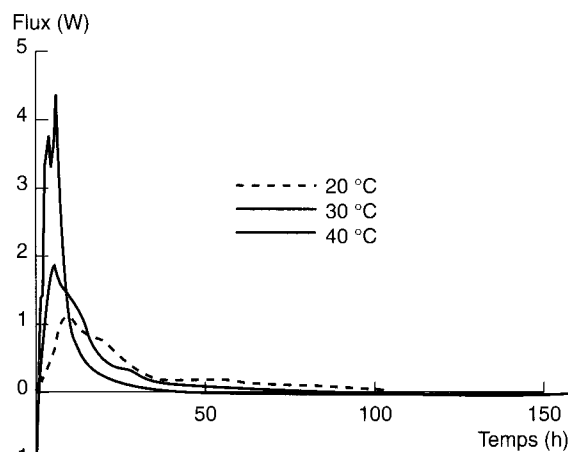


Fig. 9 - Évolution du flux de chaleur.

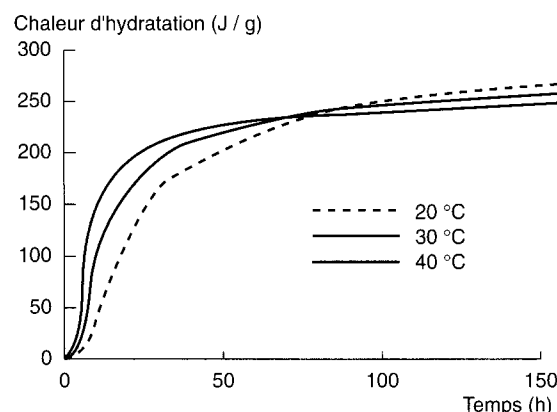


Fig. 10 - Évolution de la chaleur d'hydratation.

A : constante,

E : énergie d'activation,

R : constante des gaz parfaits,

T : température absolue.

Pour un même état d'avancement de la réaction d'hydratation et deux températures différentes T_1 et T_2 , nous aurons donc :

$$K_1 / K_2 = \exp(-E/R) * (1/T_1 - 1/T_2) \quad (4)$$

En introduisant le temps équivalent ([4], [5] et [16]) défini comme « le temps durant lequel on doit laisser le mélange de béton à la température de référence pour obtenir le même degré d'hydratation », la relation devient, en appelant T_0 la température de référence :

$$t_{eq} / t = \exp(-E/R) * (1/T - 1/T_0) \quad (5)$$

L'énergie d'activation apparente peut être exprimée alors de la manière suivante :

$$E = R * \ln(t_{eq} / t) / (1/T - 1/T_0) \quad (6)$$

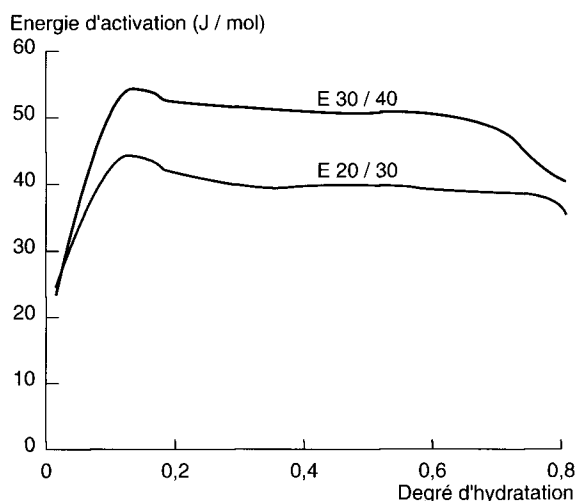


Fig. 11 - Évolution de l'énergie d'activation.

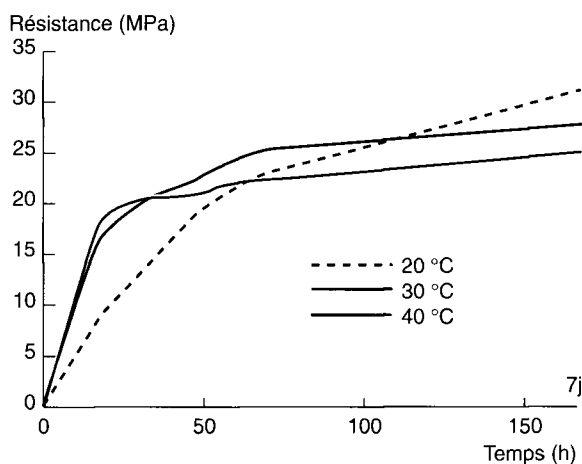


Fig. 12 - Évolution de la résistance à la compression en fonction du temps.

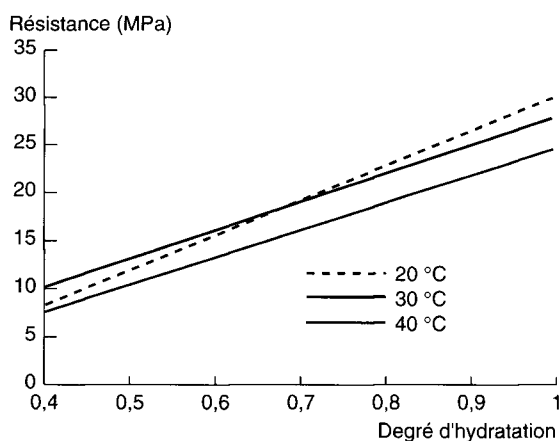


Fig. 13 - Évolution de la résistance en fonction du degré d'hydratation.

On peut trouver plusieurs définitions du degré d'hydratation dans la littérature [8]. Connaissant le taux de chaleur dégagée à la fin de la réaction et la chaleur dégagée à chaque instant, le degré d'hydratation α peut être défini par la relation :

$$\alpha = \frac{\text{quantité de chaleur dégagée à } t}{\text{quantité de chaleur dégagée à } t = \infty} \quad (7)$$

À partir des résultats présentés au paragraphe « Mesure de la chaleur d'hydratation » et en appliquant la relation (4), l'énergie d'activation peut être calculée entre 20 et 30 °C et entre 30 et 40 °C. Les résultats sont représentés sur la figure 11. Ces résultats montrent que cette énergie n'est pas constante en fonction de la température et du temps, comme cela a été constaté par plusieurs auteurs ([12] et [7]).

Pour un niveau de température donné, l'énergie d'activation reste sensiblement constante pour des degrés d'hydratation compris entre 0,2 et 0,8.

Corrélation entre la résistance à la compression et le degré d'hydratation

La figure 12 montre l'évolution de la résistance à la compression observée pour les trois températures de cure. On observe ici une nette similitude de ces courbes avec les évolutions des chaleurs d'hydratation (cf. fig. 10). La chaleur d'hydratation du ciment et le développement de la résistance à la compression du béton augmentent, dans un premier temps, d'autant plus rapidement que la température de conservation est élevée.

À long terme, les éprouvettes soumises à une température de conservation élevée sont nettement moins résistantes. Cette perte, déjà observée par ailleurs, serait due à une modification significative de la nature des hydrates, mais aussi à une modification de leur texture [4].

La figure 13 montre les évolutions de la résistance à la compression en fonction du degré d'avancement de la réaction d'hydratation. Les calculs ont été effectués en estimant α_{∞} à l'aide de la forme générale du degré d'avancement des réactions en fonction du temps t_c en conditions isothermes proposée par Knudsen et Berjak ([17] et [18]) :

$$\alpha_{te} = \frac{1}{1 + \left(\frac{t_0}{t_c - t_1} \right)^n} \quad (8)$$

où

t_0 , t_1 , n sont des paramètres calculés [18].

Cette formule ne s'applique que pour des valeurs élevées du degré d'avancement.

On observe, dans les trois cas, des évolutions quasi linéaires fortement dépendantes du niveau de température de cure.

L'ensemble des résultats présentés ici montre l'intérêt du dispositif de mesure développé pour étudier de façon simple le comportement du béton au jeune âge. Les mesures sont limitées ici à une seule composition de béton et trois conditions de cure. Une étude plus complète est maintenant nécessaire pour valider et généraliser les résultats.

Conclusion

Nous avons décrit dans cet article la conception et la réalisation d'un nouveau calorimètre isotherme pour des échantillons de béton. C'est un dispositif simple et fiable, basé sur les récentes techniques de mesures fluxmétriques.

Nous avons présenté les premiers résultats obtenus, pour une formulation de béton donnée, à plusieurs cures de température. Ces premiers résultats nous ont permis d'étudier l'influence de la température sur la cinétique d'hydratation des bétons, ainsi que sur la quantité de chaleur dégagée. En utilisant ces résultats et en introduisant le temps équivalent fondé sur la loi d'Arrhenius,

nous avons déterminé l'énergie d'activation apparente en fonction du temps et de la cure de température. Nous avons présenté à la fin de cet article les résultats d'une étude de corrélation entre le degré d'hydratation et la résistance à la compression ; ces résultats sont conformes à ceux trouvés dans la bibliographie.

La simplicité du dispositif permet d'envisager une large utilisation et autorise des expérimentations *in situ*, en laboratoire mobile, voire sur l'ouvrage lui-même. Les conditions isothermes permettent de réaliser les essais de référence indispensables pour l'étude de la thermo-activation. Les résultats devraient conduire également à étudier plus finement les effets des constituants et des adjuvants sur la réaction et corrélativement sur la résistance mécanique finale des produits.

Des études comparatives sur différentes compositions de béton sont actuellement en cours au laboratoire, en collaboration avec le Laboratoire central des Ponts et Chaussées et le groupe des Ciments d'Origny. Par ailleurs, un appareillage sur des éprouvettes cylindriques 16 x 32 cm est en cours d'étude.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] BROSWIJK J. (1993), *Heat measurement with the thermal activity monitor*, World Cement, août.
- [2] LACHON R. (1978), *Cours de laboratoire*, Ed. Desforges, Tomes 1,2.
- [3] GAUTIER E. (1973), Deux méthodes de mesure de la chaleur d'hydratation des ciments, *Revue Matériaux ciment et Béton*, **677**, février.
- [4] TORRENTI J.-M. (1992), La résistance du béton au très jeune âge, *Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, **179**, mai-juin, pp. 31-41.
- [5] TAPLIN J.M. (1956), A method of following the hydration reaction in Portland cement paste. *Australian Journal of Applied Science*, vol. 10, 3.
- [6] RASTRUP E. (1954), Heat hydration in concrete. *Magazine of Concrete Research*, vol. 17, pp. 79-92.
- [7] FREIESLEBEN HANSEN P., PEDERSEN E.J. (1977), *Maturity computer for controlled curing and hardening of concrete*, Nordisk Betong Stockholm, vol. 1, pp. 19-34.
- [8] DUCHENE J.-L., DELOSSE J. (1996), *Énergie d'activation apparente*, Note interne du projet « Calibé » réunion technique, novembre.
- [9] LECLERCQ D., THERY P. (1983), Apparatus for simultaneous temperature and heat flow measurements under transient conditions, *Revue Sc. Instr.*, **54.374**.
- [10] THERY P., DUTHOIT B., *New heat flow sensor for thermal non destructive testing of wall sections in their natural environment*, International Symposium IMEKO TC7 (AIMAC91), Kyoto, (Japan).
- [11] OTER L. (1986), *Application des méthodes de la théorie des systèmes à la simulation de l'évolution des flux thermiques sur les faces d'entrée et de sortie d'une paroi multicouche*, Thèse de doctorat de 3^e cycle, Lille.
- [12] BYFORS J. (1980), *Plain concrete at early ages*, Report of the Swedish Cement Concrete Research Institute, Stockholm.
- [13] REGOURD M., GAUTIER E. (1980), Comportement du ciment soumis au durcissement accéléré, *Annales de l'Institut Technique du Bâtiment et des Travaux Publics*, série Béton, **387**.
- [14] VERBERCK G.J., HELMUTH R.H., (1968), *Structure and physical properties of cement paste*, Tokyo, 5th International symposium on the Chemistry of Cement, vol. 3, pp. 1-32.

- [15] ACKER P. (1988), *Comportement mécanique du béton : Apports de l'approche physico-chimique*. Laboratoire central des Ponts et Chaussées, Paris, Rapport de recherche LPC, n° 152.
- [16] BRESSON J. (1982), *La prévision des résistances des produits en béton*, Colloque international sur le béton jeune, Paris, Presses de l'ENPC, vol. 1, pp. 111-115.
- [17] KNUDSEN T. (1984), The dispersion model for the hydration of Portland cement, general concept. *Cement and Concrete Research*, vol. 14, pp. 622-630.
- [18] BERJAK A. (1986), An extension of the dispersion model for the hydration of Portland cement, *Cement and Concrete Research*, vol. 16, pp. 260-264.

ABSTRACT

A device for investigating the kinematics of concrete hydration using isothermal calorimetry

H. KADA-BENAMEUR, B. DUTHOIT, G. LEJEUNE

This paper presents an innovative device for investigating the heat of hydration of concrete. Measurement is based on the use of new highly sensitive flow measurement sensors. The apparatus is able to study large samples, and is thus suitable for use with concrete. As a result of the quasi-isothermal conditions which are applied data exploitation is direct and particularly straightforward.

The measurement device and calibration procedure are described, as are the corrections which are made for leakage and the way in which the initial non-isothermal conditions are taken into account. The first results obtained for standard concrete are presented. The apparent activation energy is calculated, the value of which is almost constant for degrees of hydration of between 0.2 and 0.8. Clear correlation can be observed between changes in mechanical strength and heat of hydration at various curing temperatures.