
Etude de l'influence de la proportion de pâte sur la perméabilité au gaz des BAP

A. Hamami, M. Tahlaiti, P. Turcry, O. Amiri, A. Aït-Mokhtar

LEPTAB - Université de La Rochelle
Avenue Michel Crépeau
17042 La Rochelle Cedex 1
ahamami@univ-lr.fr

RÉSUMÉ. Le but de ce travail est d'évaluer l'influence du volume de pâte des Bétons Autoplaçants (BAP) sur un indicateur de durabilité, la perméabilité au gaz. Cinq mélanges avec différents volumes relatifs de pâte (de 100% à 35%) ont été étudiés. La pâte de ces mélanges a des proportions typiques des BAP de la littérature. La perméabilité au gaz a été mesurée pour chaque mélange après des étapes successives de séchage à 40°C. Des mesures de porosité à l'eau et au mercure ont également été réalisées pour caractériser la microstructure. La relation entre le volume de pâte et la perméabilité ne peut pas être déduite directement de l'évolution de la porosité totale en fonction de la proportion de pâte. En effet, celle-ci affecte aussi la microstructure, et en particulier la distribution des tailles des pores. Du point de pratique, son influence relativement faible ne fait pas de la proportion de pâte un paramètre de formulation primordial concernant la perméabilité au gaz.

ABSTRACT. The aim of this paper is to study the influence of paste content of SCC on an indicator of durability, i.e. gas permeability. Five concrete mixtures were studied, with different paste contents, from 100% to 35%. The paste of the mixtures has usual paste proportions of SCC according to the literature. The air permeability of each mixture was measured after successive drying stages at 40°C. Water porosity measurements and mercury intrusion porosimetry were also carried out for the microstructure characterization. The relation between paste content and permeability can not be directly deduced from the evolution of the global porosity with paste content, since the paste content affects also the microstructure, in particular the pores distribution. In terms of practice, its relatively low influence does not make the paste content a crucial mix-design parameter regarding gas permeability.

MOTS-CLÉS : Perméabilité au gaz, volume de pâte, microstructure, BAP.

KEYWORDS: Gas permeability, paste proportion, microstructure, SCC.

1. Introduction

Dans la formulation d'un Béton Autoplaçant (BAP), la proportion de pâte – eau, ciment, additions et adjuvants – est souvent considérée comme un paramètre essentiel en ce qui concerne la consistance et les propriétés mécaniques (AFGC, 2000). Puisque la pâte est la phase poreuse du béton, sa proportion dans le matériau a aussi des effets sur les propriétés de transfert. Par conséquent, il est a priori nécessaire de prendre en compte la proportion de pâte vis à vis de la durabilité. Le but de notre étude est de fournir des données expérimentales concernant l'influence du volume de pâte sur un indicateur de durabilité, la perméabilité au gaz. Son influence sur la microstructure est également étudiée. De telles données sont nécessaires pour établir des recommandations concernant la formulation des BAP, mais également pour la mise au point de modèles plus généraux liant composition et durabilité (Ye *et al*, 2006 ; Pignat *et al*, 2005).

2. Programme expérimental

2.1. Matériaux et composition des mélanges

Une pâte de ciment a été conçue en utilisant les proportions typiques des pâtes de BAP de la littérature, c'est-à-dire Eau/Ciment = 0,6 et Additions/Ciment = 0,5. A partir de cette formule de pâte, cinq mélanges ont été formulés, avec des proportions volumiques de pâte allant de 100% à 35% du volume total de béton. Le rapport Gravillon/Sable a été choisi égal à 1. A part le volume de pâte, seul le dosage en superplastifiant a été changé, dans le but d'obtenir une fluidité proche pour tous les mélanges. Les mélanges obtenus ne sont bien sûr pas optimisés par rapport aux caractéristiques recommandées pour les BAP. Les compositions, nommées par leur pourcentage de pâte, sont données dans le tableau 1.

Tableau 1. Compositions (en kg/m³) et propriétés des mélanges testés

Proportion volumique de pâte :	100%	65%	55%	45%	35%
Gravillon	0	481	619	756	893
Sable	0	464	596	729	860
Ciment	889	571	481	390	300
Filler calcaire	444	286	240	195	150
Eau efficace	533	343	288	234	180
Superplastifiant	0	0	0	3	10
Etalement (mm)	850	620	580	540	505
Résistance à la compression (MPa)	32	38	41	44	50
Perte de masse (%) à 300 j	10,5	6	4,5	3,5	3
Porosité accessible à l'eau (%)	30	26	21	14	15

Les mélanges sont fabriqués avec un gravillon concassé 6/10 mm et un sable siliceux 0/3 mm. La pâte est composée de ciment CEM1 52,5 et d'un filler calcaire 0/100 μm . Le superplastifiant utilisé est de type polycarboxylate. Pour chaque mélange, un échantillon prismatique de dimensions 100x100x400 mm ainsi que trois échantillons cylindriques de dimensions 110x220 mm ont été fabriqués et conservés deux mois à 20°C et à environ 98% d'humidité relative.

2.2. Caractérisation des matériaux

La résistance à la compression a été mesurée à l'âge de 28 jours sur les éprouvettes cylindriques 110x220 mm.

La perméabilité à l'air a été mesurée sur des échantillons cylindriques de 50 mm d'épaisseur et 65 mm de diamètre, carottés dans les prismes de 100x100x400mm. Ces échantillons sont fixés à l'intérieur de tubes en PVC à l'aide d'une résine. La perméabilité à l'air a été mesurée en régime transitoire à l'aide d'un dispositif entièrement automatisé contenant deux chambres, amont et aval, entre lesquelles est disposé l'échantillon. L'échantillon est soumis en amont à une pression haute P_H constante et supérieure à 100 kPa et en aval à une pression basse P_B initialement égale à environ 8,5 kPa. On mesure l'évolution linéaire dans le temps de la pression basse due à l'écoulement de gaz dans le béton (jusqu'à une valeur finale de 35 kPa). La perméabilité, exprimée en m^2 , est calculée à partir de la pente de la courbe de P_B en fonction du temps. La perméabilité ainsi déterminée est une perméabilité « apparente », notée K_A , dépendant de la pression moyenne $P_m = (P_H + P_B)/2$. Quatre essais avec quatre pressions hautes différentes ($P_H = 200, 250, 300, 350$ kPa) sont réalisés successivement dans le but d'estimer une perméabilité « intrinsèque », notée K_{int} , en utilisant la méthode de Klinkenberg (Klinkenberg, 1941).

Avant les essais, les échantillons sont séchés lentement à une température de 40°C par étape de 15 jours, puis isolés de l'humidité ambiante durant une autre étape de 15 à 18 jours. Cette étape, appelée dans la suite « phase d'isolation », est utilisée pour homogénéiser, autant que possible, la teneur en eau à travers l'épaisseur de l'échantillon (Carcassès *et al*, 2002). Après quatre étapes de « séchage/isolation », la durée de chaque phase passe à 30 jours.

La porosité à l'eau a été mesurée sur des disques de 65 mm de diamètre et 10 mm d'épaisseur, obtenus par carottage et sciage des prismes 100x100x400 mm. Basées sur la procédure de l'AFREM (AFGC-AFREM, 1997), les mesures sont effectuées par imbibition d'eau.

La distribution de la taille des pores a été caractérisée par intrusion de mercure à l'aide d'un porosimètre Micromeritics (Autopore III 9420). Les échantillons testés sont des cubes de 20 mm de côté, prélevé sur les prismes 100x100x400 mm, en prenant garde à ce qu'ils contiennent à la fois de la pâte et des granulats. C'est un point crucial notamment dans le cas d'un volume de pâte important. Avant les essais, les échantillons ont été séchés pendant 24 heures à 70°C.

3. Résultats

3.1. Consistance

Nous avons choisi de faire varier le dosage en superplastifiant afin d'obtenir le même étalement pour tous les mélanges. Néanmoins, la consistance obtenue varie tout de même avec le volume de pâte, en raison de la plage très étendue de ce paramètre (tableau 1). Les mélanges ont donc été mis en place sous leur propre poids, excepté le mélange à 35% de pâte pour lequel le compactage a été assuré par piquage. En plus de la proportion de pâte, la méthode de serrage est donc un paramètre à prendre en compte pour analyser les résultats suivants.

3.2. Cinétiques de séchage

Après deux mois en ambiance humide, les échantillons utilisés pour les essais de perméabilité ont été séchés dans une étuve à 40°C. Ce préconditionnement est essentiel puisque le degré de saturation en eau affecte le transfert de gaz (Monlouis-Bonnaire *et al*, 2004). La perte de masse relative à 300 jours est donnée dans le tableau 1. Pour permettre une comparaison des mélanges, la perte de masse a été exprimée par rapport au volume de pâte contenu dans chaque échantillon (figure 1).

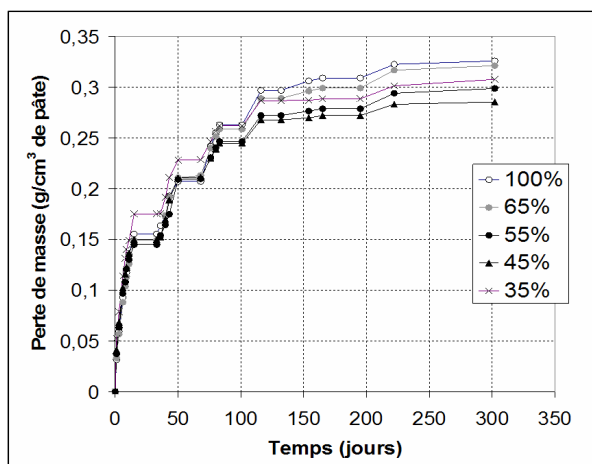


Figure 1. Perte de masse en g par unité de volume de pâte dans l'échantillon en fonction du temps

Durant les deux premières étapes, le séchage est un peu plus rapide pour le mélange à 35% de pâte, ce qui indique que ce mélange possède une conductivité hydrique plus élevée que les autres mélanges. Excepté le mélange à 35% de pâte, les cinétiques de séchage tendent à augmenter avec le volume de pâte après la troisième

étape de séchage. Les courbes obtenues présentent des amplitudes assez similaires. On peut donc penser que les degrés de saturation moyens des mélanges sont assez proches. Le degré de saturation peut être calculé avec la masse de l'échantillon totalement séché. Ce résultat n'est pas encore disponible, car le séchage complet d'un échantillon de béton de 50 mm d'épaisseur est très lent, surtout à 40°C.

3.3. Perméabilité

La perméabilité au gaz mesurée dépend à la fois de durée de séchage, c'est-à-dire du degré de saturation en eau, et de la pression moyenne (environ égale à P_H). Dans ce qui suit, nous choisissons en priorité d'analyser l'influence de la pâte de ciment sur la perméabilité au gaz à l'aide des résultats obtenus pour la perméabilité apparente K_A . En effet, il faut souligner que la valeur de K_A est plus précise que celle de K_{int} , puisque K_A est mesurée directement alors que K_{int} est calculé avec plusieurs valeurs expérimentales de K_A .

Comme le montre la figure 2, K_A croît quand le degré de saturation en eau diminue du fait des phases de séchage successives. De plus, les courbes présentent la même allure. Cela signifie que l'influence relative du volume de pâte sur K_A ne dépend pas de la pression appliquée P_H . D'autre part, l'influence du volume de pâte dépend de la durée de séchage. En effet, pour les trois premières phases de séchage, la variation du volume de pâte entre 65% et 100% n'affecte pas la perméabilité. En dessous de 65%, la perméabilité augmente quand la quantité de pâte diminue. En particulier, la perméabilité du mélange à 35% de volume de pâte est significativement plus élevée.

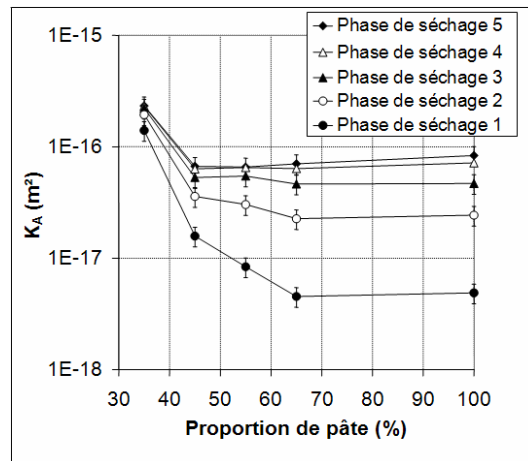


Figure 2. Perméabilité apparente K_A en fonction de la proportion de pâte $P_H = 300$ kPa (échelle logarithmique)

Pour les étapes suivantes, K_A est presque identique pour tous les mélanges, excepté le mélange à 35%. K_A tend même à diminuer avec la quantité de pâte entre 45% et 100%. K_{int} est représentée en fonction du volume de pâte par la figure 3. Notons que K_{int} des mélanges 55%, 65% et 100% n'ont pas pu être calculées pour la première phase de séchage. De même que pour K_A , K_{int} augmente quand la quantité de pâte dans le mélange diminue pour les premières phases de séchage. Puis, l'influence du volume de pâte est moins marquée, excepté pour le mélange contenant 35% en volume de pâte ; à la dernière étape de séchage, la perméabilité augmente légèrement avec la proportion de pâte.

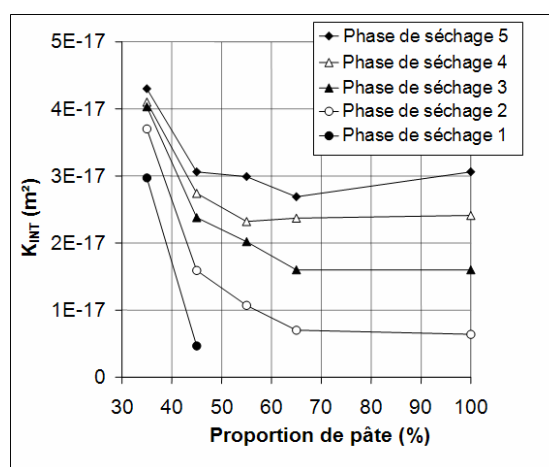


Figure 3. Perméabilité intrinsèque K_{INT} en fonction de la proportion de pâte

Plusieurs facteurs peuvent permettre d'interpréter la relation entre volume de pâte et perméabilité. Premièrement, toute différence de degré de saturation, même petite, peut causer un changement dans la perméabilité, par exemple au début du séchage. Deuxièmement, comme discuté ci-dessous, la microstructure est modifiée par la proportion de pâte.

3.4. Microstructure

Au delà de 45%, la porosité globale est quasiment proportionnelle au volume de pâte (tableau 1). Dans le cas du mélange à 35%, la porosité est plus grande que celle déduite à partir du mélange à 100%. Cet excès de porosité est vraisemblablement dû à un manque de compactage.

La figure 4 montre la distribution des tailles des pores obtenue par porosimétrie au mercure. Notons que la variation du volume de pores fonction du diamètre, c'est-à-dire $dV/d(\log D)$, est divisée par sa valeur maximale. Cette normalisation nous

permet de faire une comparaison entre les modes de pores. Tous les mélanges excepté celui à 35%, ont un mode principal à $0,09\ \mu\text{m}$. Le mélange à 35% présente un mode principal plus petit, à $0,06\ \mu\text{m}$. Cela résulte du fort dosage en superplastifiant, adjuvant connu pour produire une microstructure plus serrée à cause de son effet défloculant (Legrand *et al.*, 1994). Quand le volume de pâte diminue, un second mode de pores apparaît, notamment à $0,2\ \mu\text{m}$, à cause de l'interaction entre les granulats et la pâte de ciment. Ces pores plus grossiers sont ceux de la zone de transition à l'interface granulat pâte, notée ITZ dans la littérature (Ollivier *et al.*, 1995). La différence de microstructure entre la pâte et le béton peut aussi être une conséquence à la fissuration autour des granulats causée par le retrait de la pâte. Dans le cas du mélange à 35% de pâte, des macro-pores sont détectés, entre 10 et $500\ \mu\text{m}$, confirmant le manque de compactage.

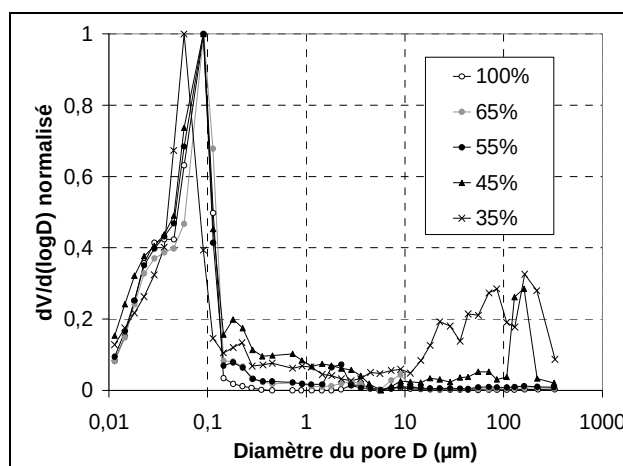


Figure 4. Distribution normalisée des pores en fonction de la proportion en pâte

La porosimétrie par intrusion de mercure révèle que les mélanges étudiés ont un même mode principal de réseau de pores, indépendamment du volume de pâte (quand la composition de la pâte est pratiquement identique, ce qui exclut le mélange à 35% de cette analyse). Les mélanges avec les granulats possèdent un deuxième réseau de pores, pour lequel les tailles des pores sont plus grandes que celles de la pâte seule. Ce deuxième réseau est plus ou moins connecté en fonction de la percolation de l'ITZ, donc du volume de pâte (Winslow *et al.*, 1994). Leur présence peut expliquer pourquoi la perméabilité augmente quand le volume de pâte diminue pour la première phase de séchage. En effet, on peut admettre que ces pores plus larges sont les premiers à être dé-saturés. Aux étapes suivantes, les pores du mode principal commencent à leur tour à sécher. L'augmentation de la perméabilité en fonction du volume de pâte observée pour la dernière étape de séchage peut alors être une conséquence directe de l'augmentation de la porosité globale.

4. Conclusion

L'augmentation de la porosité avec le volume de pâte ne conduit pas nécessairement à une augmentation de la perméabilité au gaz. En fait, la relation entre volume de pâte et perméabilité dépend de plusieurs facteurs, tels que la qualité de compactage du béton. En se basant sur l'analyse de la microstructure des mélanges testés et les résultats de la littérature, nous pouvons affirmer que la variation du volume de pâte affecte aussi la distribution des pores, en créant des réseaux poreux additionnels. C'est pourquoi la relation entre volume de pâte et perméabilité dépend aussi du degré de saturation.

L'influence du volume de pâte sur la perméabilité au gaz est relativement faible, à condition que le compactage du béton soit suffisant. D'un point de vue de l'ingénieur, le volume de pâte ne semble donc pas être un paramètre essentiel concernant la perméabilité dans la mise au point des formules de BAP.

5. Bibliographie

- AFGC-AFREM, Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité, AFGC-AFREM, Toulouse, France, 1997.
- AFGC, *Les Bétons Autoplaçants : Recommandations provisoires*, 2000.
- Klinkenberg, L.J., The permeability of porous media to liquids and gases, in *'Drilling and Production Practice'*, American Petroleum Institute, 1941, p. 200-213.
- Legrand, C., Wirquin, E., Study of the strength of very young concrete as a function of the amount of hydrates formed - influence of superplasticizer, *Mat. Struct.*, 27, 1994, p. 106-109.
- Monlouis-Bonnaire J.P., Verdier J., Perrin B., 'Prediction of the relative permeability to gas flow of cement-based materials', *Cem. Conc. Res.*, 34, 2004, p. 737-744.
- Ollivier, J.P., Maso, J.C., Bourdette, B., 'Interfacial transition zone', *Advancies in Cement Based Materials*, 2, 1995, p. 30-38.
- Pignat C., Navi P., Scrivener K., 'Simulation of cement paste microstructure hydration, pore space characterzation and permeability determination', *Mat. Struc.*, 38, 2005, p. 459-566.
- Winslow D.N., Cohen M.D., Bentz D.P., Snyder K.A., Garboczi E.J., 'Percolation and pore structure in mortars and concrete', *Cem. Conc. Res.*, 24, 1994, p. 25-37.
- Ye G., Lura P., Van Breugel K., 'Modelling of water permeabiliy in cementitious materiels', *Mat. Stuct.*, 39, 2006, p. 877-885.