

10ème Congrès Français d'Acoustique

Lyon, 12-16 Avril 2010

Le suivi de l'évolution de l'état mécanique d'une pâte de ciment par une technique ultrasonore

A. Id m'hand¹, N. Taifi³, A. Moudden², B. Faiz¹, I. Izbaim¹ and M.Sidki³

¹Faculté des sciences Université Ibn Zohr, Agadir, Maroc,

²Ecole supérieure de technologie Université Ibn Zohr, Agadir, Maroc,

³Faculté des sciences Université Chouaib Doukkali, El-Jadida, Maroc, email: taifinaima@yahoo.fr

Résumé: L'hydratation du ciment entraîne de nombreuses complexes réactions chimiques entre l'eau et les particules anhydres constituant le ciment. Par conséquence, il se produit des grands changements de l'état rhéologique et mécanique de la pâte de ciment : le mélange ciment/eau se transforme de l'état fluide visqueux à l'état viscoélastique puis à l'état élastique solide. La technique ultrasonore non destructive et non invasive, basée sur l'analyse et le traitement des signaux ultrasonores réfléchis par une pâte de ciment, et permettant de suivre en temps réel l'évolution de l'état rhéologique et mécanique des pâtes de ciment à travers la détermination du module de coefficient de réflexion et la vitesse de phase.

Mots clés : ultrasons, pâte de ciment, vitesse de phase, coefficient de réflexion et amplitude crête-crête.

I – Introduction:

L'hydratation du ciment entraîne de nombreuses complexes réactions chimiques entre l'eau et les particules anhydres constituant le ciment. Par conséquence, il se produit des grands changements de l'état rhéologique et mécanique de la pâte de ciment : le mélange ciment/eau se transforme de l'état fluide visqueux à l'état viscoélastique puis à l'état élastique solide [1, 2, 3].

Dans l'industrie de construction, pour des raisons de transport, de mise en place et de décoffrage, il est très important de prévoir et de contrôler les comportements mécanique et rhéologique du béton qui sont essentiellement influencé par le comportement de la pâte de ciment.

La prise du ciment est classiquement contrôlée par les tests qualitatifs de l'aiguille Vicat et du cône d'Abrams. Pour des études plus quantitatives des rhéomètres ont été développés. Pour la caractérisation des bétons très plastiques à fluides, un nouveau rhéomètre, le BTRHEOM, a été adapté [4, 5]. Ces rhéomètres sont le plus souvent de type viscosimètre à cylindres coaxiaux [6-8], et leur fonctionnement est limité par la prise du ciment [7, 9].

Ces moyens classiques sont rustiques, imprécis et perturbent le phénomène que l'on veut analyser. C'est pourquoi, de nombreux travaux ont été menés ces dernières années sur l'utilisation de techniques acoustiques pour suivre l'évolution rhéologique de la pâte de ciment en temps réel notamment

la méthode de champ proche acoustique [10] et l'étude de propagation des ondes longitudinales ou transverses [11, 14].

Dans ce travail, nous avons utilisé une technique non invasive basée sur l'analyse et

le traitement des signaux ultrasonores réfléchis par une pâte de ciment pour suivre l'état rhéologique et mécanique de ces pâtes en temps réel depuis l'instant de gâchage.

II – Matériels et Méthodes :

II.1 - Description de la technique :

II.1.1 – Dispositif expérimental :

Le dispositif expérimental est constitué d'un générateur d'impulsion qui joue le rôle d'émetteur/récepteur et qui envoie une impulsion électrique très brève sur le transducteur piézo-électrique à large bande de fréquence centrale de 0.5 Mhz et de diamètre de 25 mm, l'impulsion ainsi générée est expédiée sur un récipient parallélépipède de dimensions (15 x 15 x 10 cm³) contenant la pâte de ciment, le tout est immergé dans une cuve remplie d'eau (figure 1). La face séparant le ciment et l'eau est constituée d'une plaque de plexiglas de 2 cm d'épaisseur.

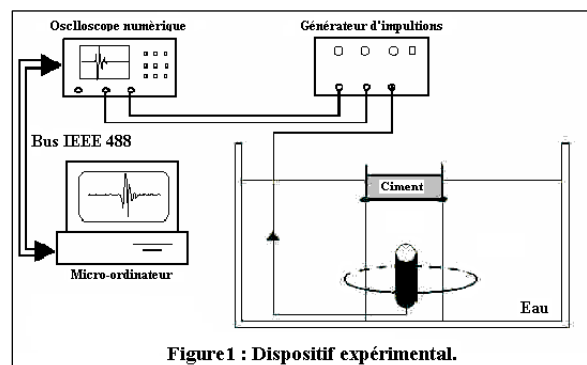


Figure1 : Dispositif expérimental.

Le signal reçu, après réflexions aux interfaces eau/plexiglas, plexiglas/ciment et ciment/air, est amplifié et numérisé au moyen d'un oscilloscope numérique, est envoyé vers un micro-ordinateur, par l'intermédiaire d'une interface IEEE, ou on fait les traitements qui consistent à déterminer les paramètres viscoélastiques caractéristiques de la pâte de ciment.

La figure 2 représente le parcours du signal incident :

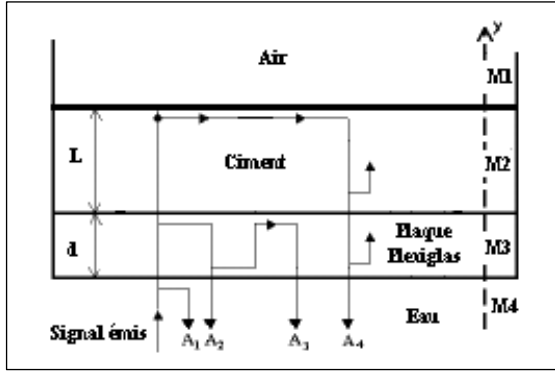


Figure 2 : Géométrie du problème.

La figure 3 représente le signal temporel réfléchi obtenu sur l'oscilloscope :

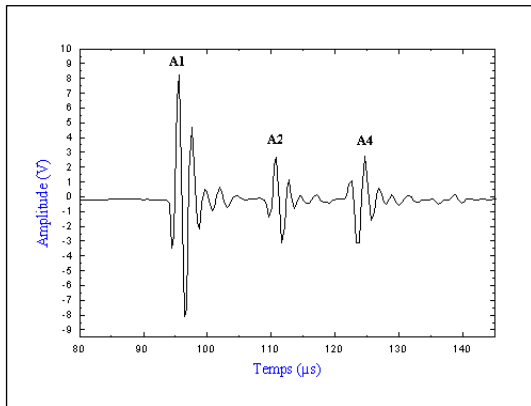


Figure 3 : Signal temporel réfléchi.

- L'écho A₁, lié à la réflexion spéculaire du faisceau incident à l'interface eau/plexiglas.

- Le second écho A₂ correspond à la réflexion sur l'interface plexiglas/ciment.

- L'écho A₄ correspond à la réflexion à l'interface Ciment/air.

Dans cette étude, la détermination des paramètres viscoélastique de la pâte de ciment est faite à partir de l'analyse des propriétés spectrales et temporelles des échos A₂ et A₄.

II.1.2 – Technique de mesure :

La technique ultrasonore utilisé consiste à suivre en temps réel l'évolution des paramètres viscoélastiques de la pâte de ciment : coefficient de réflexion et vitesse de phase.

La détermination des paramètres viscoélastiques d'une plaque immergée dans un liquide, qui a fait l'objet de plusieurs études [15-19], nous a permis d'obtenir les paramètres viscoélastiques de la pâte

de ciment contenue dans un récipient parallélépipède. Cette détermination est réalisée par l'analyse des signaux temporels obtenus expérimentalement (figure 3).

L'expression de l'amplitude d'une onde ultrason peut être écrite sous la forme intégrale :

$$f(x,t) = \int_{-\infty}^{+\infty} A_0(v) \exp[-\alpha(v)x] \exp[-j2\pi v(t - \frac{x}{C})] dv$$

Avec A₀(v) est l'amplitude initiale pour la fréquence v, α(v) c'est le coefficient d'atténuation due à la viscoélasticité, x c'est la distance parcourue par l'onde, t c'est le temps et C c'est la vitesse de phase dans le matériau.

La transformée de fourrier de cette réponse est :

$$F(x, v) = A_0(v) \exp[-\alpha(v)x] \exp[-j \frac{2\pi v x}{C}]$$

On refait ce calcul pour chaque écho de la figure 3 et pour chaque interface.

II.1.2.a – Vitesse de phase :

Kline [19] et Mak [15,18] ont utilisés des méthodes similaire pour mesurer la vitesse de phase dans une plaque utilisant un transducteur par contact, le couplage entre la plaque et le transducteur est réalisé par une couche mince d'un gel acoustique. Pour la mesure de la vitesse de phase dans la pâte de ciment, on introduit les facteurs contenant la phase :

La vitesse de phase est donnée par :

$$C_{Cim}(v) = \frac{\omega 2L}{\phi_{Cim/air} - \phi_{pg/Cim}}$$

La transformée de fourrier de l'écho A₂ isolé au moyen du programme de filtrage temporel, donne les parties réelle R₂(ω) et imaginaire I₂(ω) ce qui permet de calculer la phase Φ_{pg/Cim} selon la relation classique :

$$\phi_{pg/Cim} = \text{arg}\left(\frac{I_2(\omega)}{R_2(\omega)}\right)$$

Alors que la transformée de fourrier de l'écho A₄ isolé donne les parties réelle R₄(ω) et imaginaire I₄(ω) permettant de calculer la phase Φ_{Cim/pg} :

$$\phi_{Cim/air} = \text{arg}\left(\frac{I_4(\omega)}{R_4(\omega)}\right)$$

Dans le calcul de ces deux phases, on obtient deux spectres dont la phase varie de -π/2 et π/2. Or, il est nécessaire d'aboutir à des spectres de phase continues pour le calcul de la vitesse de phase. C'est pourquoi nous avons conçu un algorithme permettant de "dérouler" les phases sous forme continue. Par conséquent la connaissance de Φ_{pg/Cim} et Φ_{Cim/air} permet de remonter à la vitesse de phase C_{Cim}.

II.1.2.b – Le module du coefficient de reflexion :

La mesure du module de coefficient de reflexion du ciment est nécessaire pour connaître l'état de la pâte de ciment à l'interface avec la plaque de plexiglas.

L'amplitude crête à crête, A_{cc} , de l'onde réfléchi à l'interface Plexiglas / Ciment (c-à-d. la différence entre la valeur maximale de A_2 et sa valeur minimale), est mesurée à près avoir isolé l'écho A_2 au moyen d'un programme de filtrage temporel. Le coefficient de reflexion correspondant, R , dépend des impédances des deux matériaux par la relation suivante [20]:

$$R = \frac{Z_{\text{Ciment}} - Z_{\text{Plexiglas}}}{Z_{\text{Ciment}} + Z_{\text{Plexiglas}}}$$

L'impédance acoustique du plexiglas est proche de celle du ciment ce qui permet de calculer les petites variations de cette dernière.

En mesurant l'amplitude crête à crête de référence notée, $A_{\text{réf}}$, à partir d'un écho réfléchi à l'interface entre le plexiglas et un produit dont on connaît l'impédance acoustique, $Z_{\text{réf}}$, la valeur de R peut être induite de la relation suivante :

$$R_{\text{exp}} = \frac{A_{cc}}{A_{\text{réf}}} R_{\text{réf}}$$

Avec $R_{\text{réf}}$ est le coefficient de reflexion à l'interface entre le plexiglas et le produit de référence et qui est donnée par :

$$R_{\text{réf}} = - \frac{Z_{\text{réf}} - Z_{\text{Plexiglas}}}{Z_{\text{réf}} + Z_{\text{Plexiglas}}} \quad (1)$$

Dans notre étude on a pris comme référence l'air avec $Z_{\text{réf}} \sim 0$. ce qui donne $R_{\text{réf}} \sim 1$. L'équation (1) devient donc :

$$R \approx \frac{A_{cc}}{A_{\text{réf}}}$$

II.2 – Matériels :

Dans notre étude on a utilisé deux types de ciment portland gris qui sont vendus dans le commerce sous les noms CPJ 35 et CPJ 45 fabriqué par Italcementi d'Agadir (Maroc). On mélange 300 g de ciment anhydre avec de l'eau de telle façon à obtenir différents rapports de masse e/c de l'eau sur celle du ciment. L'épaisseur de la pâte de ciment est mesurée pour chaque contrôle. Pour chaque type de ciment, on enregistre les signaux réfléchis par les pâtes de ciment pour différents rapports de masse ($e/c = 0.35 ; 0.45 ; 0.55$) à différentes températures (22 ; 32 ; 42 et 52°C) depuis l'instant de gâchage avec un pas de temps régulier : 5 ou 30 minutes.

III – Résultats et discussions :

III.1 – Mise en évidence des différentes séquences de l'hydratation du ciment :

L'hydratation du ciment peut être qualitativement divisée en cinq périodes [Brown et al., 1984], [Vernet, 1992], [Gartner, 1989], [Taylor, 1990], [Acker, 1988], [Benz and Garboczi, 1991], [Garboczi, 1990] : Période initiale, période dormante, période de prise, période de durcissement et la période de ralentissement.

La courbe de la figure 4 représente l'évolution du module de coefficient de réflexion d'une pâte de ciment de type CPJ 35 à température ambiante et pour un rapport de masse eau/ciment = 0,4. Ces évolutions mettent en évidence les différentes phases d'hydratation du ciment :

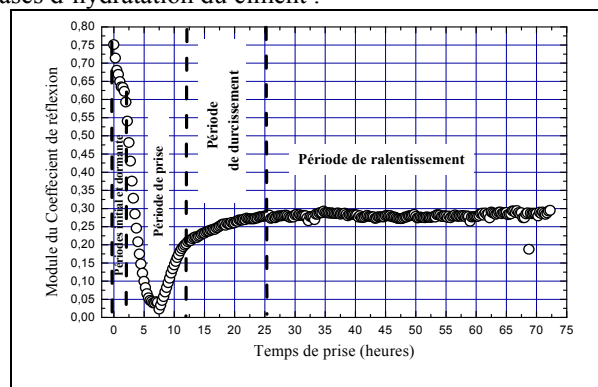


Figure 4 : Evolution du module du coefficient de réflexion en fonction du temps de prise (CPJ 45, $T=42^\circ\text{C}$, $e/c = 0.45$).

L'évolution pendant les premières quatre heures depuis l'instant de gâchage est donnée plus explicitement dans la figure 5.

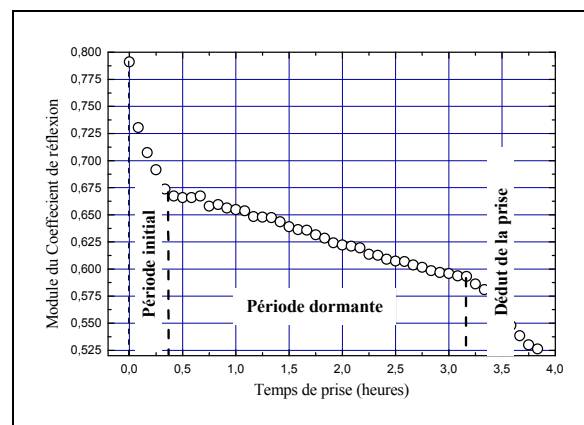


Figure 5 : Evolution du module du coefficient de réflexion (CPJ 45, $T=42^\circ\text{C}$, $e/c = 0.45$).

- La période initiale se traduit par une diminution rapide du module de coefficient de réflexion sur une période correspondant à la première demi-heure de l'hydratation.
- La période initiale est suivie par la période dormante ou le module du coefficient de réflexion présente une pente relativement faible ; Cette période dure environ deux heures et demie.

- La période de prise est caractérisée par une diminution continue et importante du module de coefficient de réflexion (0.055/Heure) qui s'annule lorsque la valeur de l'impédance acoustique du ciment atteint celle du plexiglas. Le coefficient de réflexion change ensuite de signe et augmente en valeur absolue. Ce comportement est lié à l'augmentation de l'élasticité de la pâte de ciment qui se rigidifie.
- Après trente heures de prise, l'évolution change de pente indiquant la fin de la prise et le début de la période de durcissement au cours de laquelle le module du coefficient de réflexion augmente beaucoup plus lentement et tend vers une valeur constante finale ($4 \cdot 10^{-4}$ / heure) qui traduit la résistance à la compression de la pâte de ciment. Cette période s'étale sur deux jours.

III.2 – Effet de la nature de ciment :

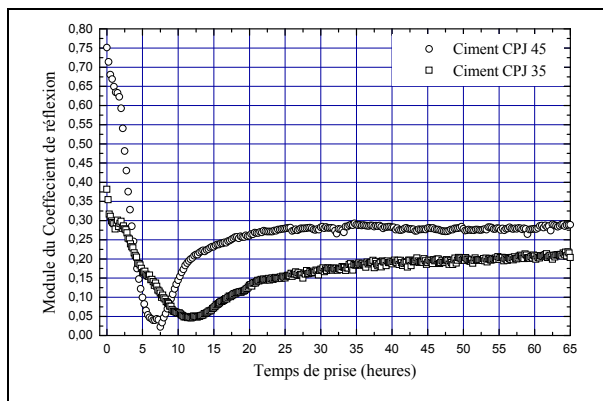


Figure 6 : Evolution du module du coefficient de réflexion pour différents types de ciments ($T=42^{\circ}\text{C}$, $e/c = 0.45$).

La figure 6 montre l'évolution du module du coefficient de réflexion des pâtes de ciment CPJ 45 et CPJ 35 en fonction du temps de prise pour un rapport de masse $e/c = 0.45$.

L'évolution du module coefficient de réflexion obtenue pour le ciment CPJ35 est similaire à celle obtenue pour le ciment CPJ45.

Pour une même température et un même rapport de masse e/c :

- La période dormante est meilleure dans le cas de ciment CPJ35 (durée plus grande et meilleure stationnarité du module).
- La durée de prise est plus étalée pour le ciment CPJ 35.

La valeur finale du module de coefficient de réflexion est plus grande dans le cas du CPJ 45, traduisant l'obtention d'une plus grande résistance à la compression avec le CPJ 45.

III.3 – Effet de la température :

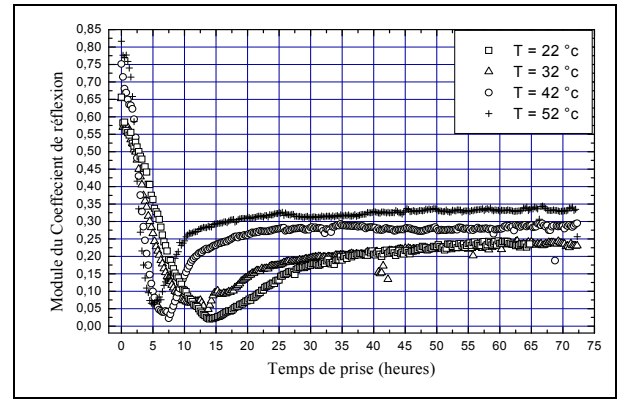


Figure 7 : Evolution du module de coefficient de réflexion pour différentes températures (Ciment CPJ 45, $e/c = 0.45$)

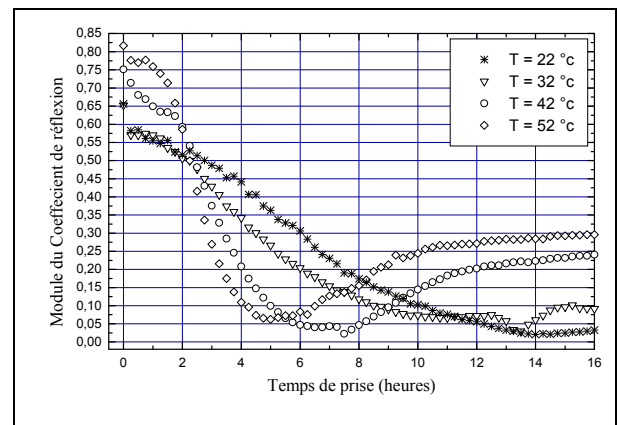


Figure 8 : Evolution du module de coefficient de réflexion pour différentes températures (Ciment CPJ 45, $e/c = 0.45$).

Les figures 7 et 8 montrent l'évolution du module du coefficient de réflexion d'une pâte de ciment CPJ 45 en fonction du temps de prise pour différentes valeurs de température 22, 32, 42 et 52 °C et pour un rapport de masse Eau /Ciment = 0.45.

- La période dormante est d'autant meilleure (durée plus grande et stationnarité du module) que la température est plus faible. La différence est très prononcée dès que l'on dépasse la température 40 °C.
- La durée de la période de prise diminue à mesure que la température augmente. En passant de 22 °C à 52 °C, la durée de la prise passe de 30 heures à 12 heures.
- La valeur finale du module du coefficient de réflexion croît avec la température, traduisant une plus grande résistance à la compression de la pâte de ciment.

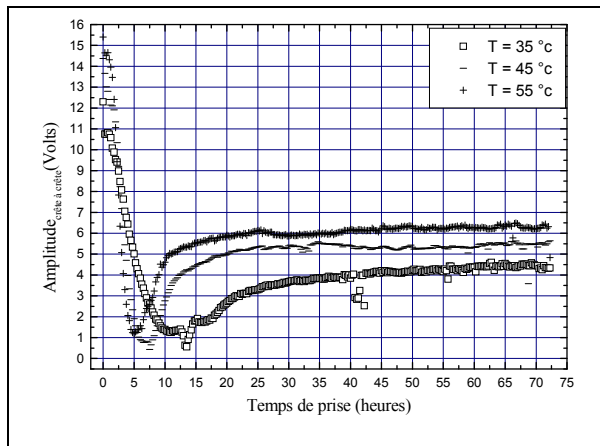


Figure 9 : Evolution de l'amplitude crête à crête pour différentes températures (Ciment CPJ 45, $e/c = 0.45$).

La figure 9 donne les évolutions de l'amplitude crête à crête obtenues dans les mêmes conditions que celle des figures 7 et 8. Ces évolutions sont identiques à celles des figures 7 et 8, ce qui est parfaitement en accord avec le fait que le module du coefficient de réflexion est proportionnel à l'amplitude crête à crête.

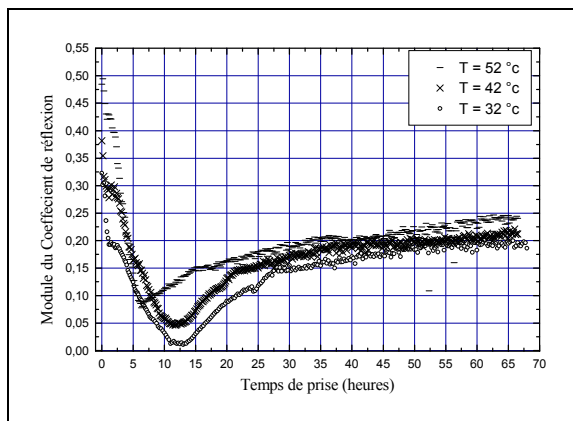


Figure 10 : Evolution du module de coefficient de réflexion pour différentes températures (Ciment CPJ 35, $e/c = 0.45$).

La figure 10 montre les évolutions du module du coefficient de réflexion du ciment CPJ 35 en fonction du temps de prise pour un rapport de masse $e/c = 0.45$ et pour différentes températures. L'effet de la température est similaire à celui observé sur le ciment CPJ 45.

III.4 – Effet du rapport de masse e/c :

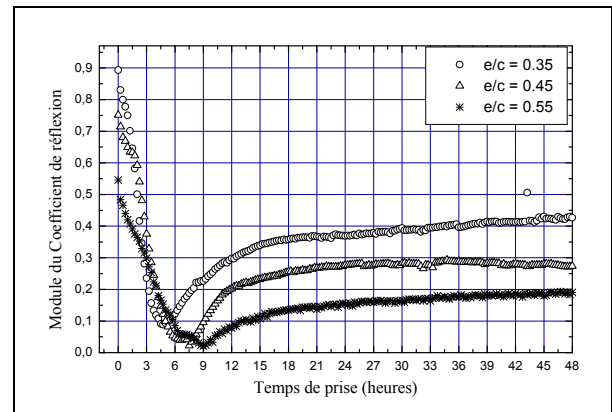


Figure 11 : Evolution du module de coefficient de réflexion pour différents rapports de masse eau/ciment (Ciment CPJ 45, $T=42$ °C).

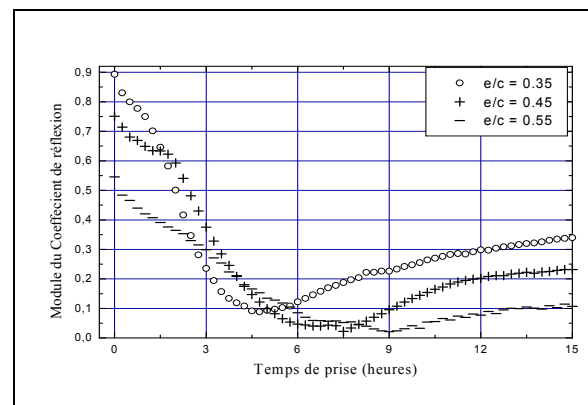


Figure 12 : Evolution du module de coefficient de réflexion pour différents rapports de masse eau/ciment (Ciment CPJ 45, $T=42$ °C).

Les figures 11 et 12 montrent l'évolution du module du coefficient de réflexion d'une pâte de ciment CPJ 45 en fonction du temps de prise pour une température égale à 42 °C et pour différents rapports de masse e/c .

- La période dormante est d'autant meilleure que le rapport de masse est élevé.
- La durée de la période de prise croît avec le rapport e/c . En passant d'un rapport de masse égale à 0.35 à 0.55, la durée de la prise passe de 12 heures à 20 heures.
- La valeur finale du module du coefficient de réflexion augmente à mesure que le rapport de masse e/c diminue, traduisant une plus grande résistance à la compression de la pâte de ciment.

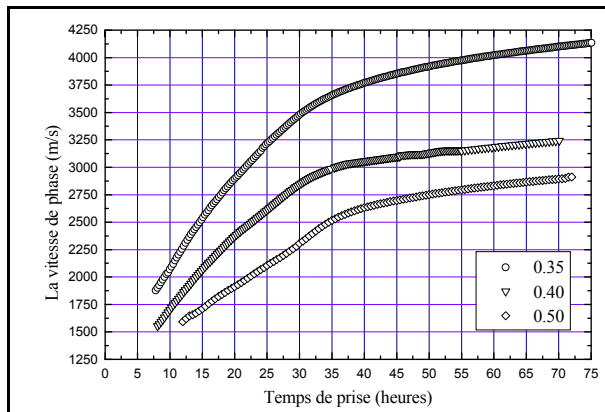


Figure 13 : Evolution de la vitesse longitudinale pour différents rapports de masse eau/ciment (CPJ 35, 25 °C).

La mesure de la vitesse est obtenue à partir de l'analyse de l'écho ayant fait un aller-retour dans la pâte de ciment, ce qui permet de renseigner sur l'état à cœur de la pâte de ciment.

La figure 13 représente les évolutions de la vitesse de ciment CPJ 35 en fonction du temps de prise pour la température ambiante (25 °C) et pour différents rapports de masse eau/ciment. Ces évolutions montrent aussi bien que ceux des figures 8 et 9 que :

- La durée de la période de prise croît avec le rapport e/c.
- La valeur finale de la vitesse augmente à mesure que le rapport de masse e/c diminue.

Les valeurs et les évolutions obtenues sont en très bon accord avec les résultats obtenus par Boumiz [11 ;12].

La vitesse pour les premières heures n'est pas possible en raison d'une très forte atténuation de la pâte de ciment.

L'évolution de la vitesse montre un changement de pente plus explicite que celui de l'évolution du module du coefficient de réflexion. Ce qui permet de déterminer avec une meilleure précision la fin de la prise.

IV – Conclusion :

La technique de contrôle par ultrasons développée dans ce travail, nous a permis de suivre l'évolution de l'état rhéologique et mécanique des pâtes de ciment à travers la détermination du module de coefficient de réflexion et la vitesse de phase. Elle nous a donc permis de déterminer les différentes séquences d'hydratation, l'effet de la température et l'effet du rapport de masse e/c.

Cette technique s'avère donc être bien adaptée pour ce genre de contrôle : Elle est non destructive, non invasive et le contrôle se fait en temps réel.

Références:

[1] J. D. Birchall, A. J. Howard and J. E. Bailey. On the Hydration of Portland cement. Proc. R. Soc. London 360 (1978) 445-453.

[2] D. D. Double. New developments in understanding the chemistry of cement

hydration. Phil. Trans. R. Soc. London A310 (1983) 53-66.

- [3] P. Meredith, A. M. Donald and K. Luke. Pre-induction and induction hydration of tricalcium silicate : An environmental scanning electron microscope study. J. Mat. Sci. 30 (1995) 1921-1930.
- [4] HU (C.), DE LARRARD (F.), SEDRAN (T.), BOULAY (C.), BOSC (F.), DEFLORENNE (F.). – Validation of BTRHEOM, the new rheometer for soft to fluid concrete, Mater. & Struct., 29 (1996), p. 620-631.
- [5] DE LARRARD (F.), HU (C.), SEDRAN (T.), SZITKAR (J.C.), JOLY (M.), CLAUD (F.), DERKX (F.). – A new rheometer soft to fluid fresh concrete, *ACI Mater. J.* (1997), p. 234-243.
- [6] TATTERSALL (G.H.). – Progress in measurement of workability by the two-point test, Proc. Int. conf. on "Properties of fresh concrete", RILEM, London (1990), p. 203-212.
- [7] BANFILL (P.F.G.). – A coaxial cylinders viscometer for mortar. Proc. Int. conf. on "Rheology of fresh cement and concrete", Liverpool (1990), p. 217-226.
- [8] WALLEVIK (O.H.), GJORV (O.E.). Development of coaxial cylinders viscometer for fresh concrete. RILEM, London (1990), p. 213-224.
- [9] HU (C.). – Rhéologie des bétons fluides. Thèse, LCPC (1995).
- [10] CROS (B.), FERRANDIS (J.Y.). – Characterization of the cement setting by acoustic near field. Sensors & Actuators, B 60 (1999), p. 200-207.
- [11] Boumiz (A). Mechanical properties of cement pastes. Adv. Cement Based Materials, 3 (1996), p. 94-106.
- [12] Boumiz (A.). Etudes comparées des évolutions mécaniques et chimiques des pâtes de ciment et mortiers à très jeune âge. Développement des techniques acoustiques. Thèse Doct. Université de Paris (1995), p. 24.
- [13] T.P. Philippidis, D.G. Aggelis, An acousto-ultrasonic approach for the determination of water to cement ratio in concrete, cement concrete Res. 33 (4) (2003) 525-538.
- [14] D.G. Aggelis, D. Polyzos, T.P. Philippidis, Wave dispersion and attenuation in fresh mortar : theoretical predictions vs. experimental results. Journal of the Mechanics and Physics of solids 53 (2005) 857-883.
- [15] Mak D K 1993 Ultrasonic phase velocity measurement incorporating couplant correction Br. J. Non-Destruct. Test. 35 443-9.

- [16] Akker S, Arman J and Mouge P 1992 Ondes ultrasonores dans des plaques: application à l'étude des milieux bicouches *Acoustica* 77 232–9.
- [17] Lenoir O, Izbicki J L, Rembert P, Maze G and Ripoche J 1992 Acoustic scattering from an immersed plane multilayer: application to the inverse problem *J. Acoust. Soc. Am.* 91 601–12.
- [18] Mak D K 1991 Comparison of various methods for the measurement of reflection coefficient and ultrasonic attenuation *Br. J. Non-Destruct. Test.* 33 441–9.
- [19] Kline R A 1984 Measurement of attenuation and dispersion using an ultrasonic spectroscopy technique *J. Acoust. Soc. Am.* 76 498–504.
- [21] Correlation between hydration mechanism and ultrasonic measurements in an aluminous cement : effect of setting time and temperature on the early hydration. A. Smith, T. Chotard, N. Gimet-Breart, D. Fargeot. *Journal of the European Ceramic Society* 22 (2002) 1947-1958.