

techniques et méthodes
des laboratoires des ponts et chaussées



Guide technique

Résistance du béton dans l'ouvrage
La maturométrie



Conformément à la note du 04/07/2014 de la direction générale de l'Ifsttar précisant la politique de diffusion des ouvrages parus dans les collections éditées par l'Institut, la reproduction de cet ouvrage est autorisée selon les termes de la licence CC BY-NC-ND. Cette licence autorise la redistribution non commerciale de copies identiques à l'original. Dans ce cadre, cet ouvrage peut être copié, distribué et communiqué par tous moyens et sous tous formats.



Attribution — Vous devez créditer l'Oeuvre et intégrer un lien vers la licence. Vous devez indiquer ces informations par tous les moyens possibles mais vous ne pouvez pas suggérer que l'Ifsttar vous soutient ou soutient la façon dont vous avez utilisé son Oeuvre.



Pas d'Utilisation Commerciale — Vous n'êtes pas autorisé à faire un usage commercial de cette Oeuvre, tout ou partie du matériel la composant.



Pas de modifications — Dans le cas où vous effectuez une adaptation, que vous transformez, ou créez à partir du matériel composant l'Oeuvre originale (par exemple, une traduction, etc.), vous n'êtes pas autorisé à distribuer ou mettre à disposition l'Oeuvre modifiée.

Le patrimoine scientifique de l'Ifsttar

Le libre accès à l'information scientifique est aujourd'hui devenu essentiel pour favoriser la circulation du savoir et pour contribuer à l'innovation et au développement socio-économique. Pour que les résultats des recherches soient plus largement diffusés, lus et utilisés pour de nouveaux travaux, l'Ifsttar a entrepris la numérisation et la mise en ligne de son fonds documentaire. Ainsi, en complément des ouvrages disponibles à la vente, certaines références des collections de l'INRETS et du LCPC sont dès à présent mises à disposition en téléchargement gratuit selon les termes de la licence Creative Commons CC BY-NC-ND.

Le service Politique éditoriale scientifique et technique de l'Ifsttar diffuse différentes collections qui sont le reflet des recherches menées par l'Institut :

- Les collections de l'INRETS, Actes
- Les collections de l'INRETS, Outils et Méthodes
- Les collections de l'INRETS, Recherches
- Les collections de l'INRETS, Synthèses
- Les collections du LCPC, Actes
- Les collections du LCPC, Etudes et recherches des laboratoires des ponts et chaussées
- Les collections du LCPC, Rapport de recherche des laboratoires des ponts et chaussées
- Les collections du LCPC, Techniques et méthodes des laboratoires des ponts et chaussées, Guide technique
- Les collections du LCPC, Techniques et méthodes des laboratoires des ponts et chaussées, Méthode d'essai



Institut Français des Sciences et Techniques des Réseaux,
de l'Aménagement et des Transports
14-20 Boulevard Newton, Cité Descartes, Champs sur Marne
F-77447 Marne la Vallée Cedex 2

Contact : diffusion-publications@ifsttar.fr

www.ifsttar.fr



Résistance du béton dans l'ouvrage

La maturométrie

Guide technique

Mars 2003



Laboratoire Central des Ponts et Chaussées
58, bd Lefebvre, F 75732 Paris Cedex 15

Ont collaboré à la réalisation de ce guide :

Mme	D'ALOÏA	Laetitia	LCPC
Mme	KADA	Hassina	LAMH Béthune
Mme	LECRUX	Sylvie	CTG
M.	ACKER	Paul	Lafarge LCR
M.	ANTCZAK	Emmanuel	LAMH Béthune
M.	ARNAUD	Laurent	ENTPE
M.	BRODA	Mickaël	LAMH Béthune
M.	CADORET	Gaël	Cadoret Consulting
M.	CAVAILLES	R	Lafarge
M.	CHANVILLARD	Gilles	Lafarge LCR
M.	CLASTRES	Pierre	INSA Lyon
M.	DUCHENE	Jean-Louis	LREP Le Bourget
M.	DUTHOIT	Bruno	LAMH Béthune
M.	ESCADEILLAS	Gilles	INSA Toulouse - LMDC
M.	MONACHON	Pierre	Campenon Bernard SGE
M.	ROUSSEL	Sébastien	CTG
M.	SUDRET	Jean-Pierre	LRPC Autun
M.	WALLER	Vincent	CTG
M.	WIRQUIN	Eric	LAMH Béthune

La rédaction a été coordonnée par :

M.	BUYLE-BODIN	François	EUDIL Lille
M.	CUSSIGH	François	GTM Construction

Le travail a été réalisé dans le cadre du Projet national Calibé, opération du Plan Génie Civil co-pilotée par la DRAST et l'IREX.

Ce document est disponible au :

Laboratoire Central des Ponts et Chaussées IST-Diffusion des Éditions

58, boulevard Lefebvre
F-75732 Paris Cedex 15
Téléphone : 01 40 43 50 20
Télécopie : 01 40 43 54 95
Internet : <http://www.lcpc.fr>

Prix : 24,50 Euros HT

En couverture :

TGV Méditerranée – Double viaduc d'Avignon
(Photo : Philippe DEMAIL)

Ce document est propriété du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées et ne peut être reproduit, même partiellement, sans l'autorisation de son Directeur général (ou de ses représentants autorisés).

© 2003 – LCPC

ISSN 1151-1516

ISBN 2-7208-3109-3

SOMMAIRE

Avant-Propos	5
① Introduction	7
② Présentation des autres méthodes en usage	7
2.1 • Éprouvettes d'information	7
2.1.1 Différences de conditions de mûrissement avec l'ouvrage	7
2.1.2 Influences de la taille des éprouvettes, du type de moule et du mode de conservation	7
2.1.3. Cas des éprouvettes asservies	8
2.2 • Scléromètre	8
③ Maturométrie	8
3.1 • Définition	8
3.2 • Fondements scientifiques	9
3.3 • Avantages	10
3.3.1 Contexte d'application	10
3.3.2 Avantages	10
3.4 • Différentes approches actuelles	10
3.5 • Limites d'emploi de la maturométrie	10
④ Modalités d'application	11
4.1 • Condition préalable : Régularité des performances du béton au jeune âge	11
4.2 • Positionnement des sondes — Définition des points critiques	11
4.3 • Exigences sur le matériel	11
4.3.1 Les matériels, leur utilisation	12
4.3.2 Agrément des matériels	12
4.3.3 Les caractéristiques des matériels	12
4.3.3.1 <i>Le thermomètre</i>	12
4.3.3.2 <i>Le cahier des charges du maturomètre</i>	13
4.4 • Étalonnage	14
4.4.1 Détermination de l'énergie d'activation E_a et de la courbe d'étalonnage	14
4.4.2 Contrôles de conformité initiaux : validation de l'étalonnage et établissement de la courbe de référence	16
4.5 • Contrôles de conformité et de régularité en cours de chantier	18
⑤ Conclusion	18
⑥ Références	18

7	Annexe I : Aspects théoriques de la maturométrie	19
	7.1 • Fondements scientifiques	20
	7.2 • Principe d'étalonnage pour les cas courants	22
	7.3 • Amélioration de la méthode : application aux bétons à période dormante longue	28
8	Annexe II : Procédures d'étalonnage pour l'obtention de l'énergie d'activation et de la courbe d'étalonnage du béton	31
	8.1 • Définitions des points critiques et de la plage visée de résistances	32
	8.2 • Étalonnage préliminaire en laboratoire (facultatif)	32
	8.3 • Étalonnage sur chantier	40
	8.4 • Organigrammes des différentes étapes d'étalonnage	42
9	Annexe III : Contrôles de conformité initiaux et en cours de chantier	45
	9.1 • Les contrôles de conformité	46
	9.2 • Exploitation des résultats	47
	9.3 • Organigramme des différentes étapes d'un contrôle de conformité	50
10	Annexe IV : Obtention de l'énergie d'activation apparente et de la courbe d'étalonnage du béton — Exemple d'exploitation des résultats	51
	10.1 • Exemples pour différentes étapes du calcul	52
	10.2 • Cinq cas différents d'exploitation de données	57
11	Références bibliographiques	65

AVANT-PROPOS

Ce guide est destiné à aider à une bonne pratique de la maturométrie. Il comprend les définitions et rappels scientifiques nécessaires. Il précise les conditions d'application.

La maturométrie n'est pas une notion simple à comprendre, et certaines équations pourraient rebuter le lecteur. Pour cette raison, dans son écriture, le guide a cherché à pointer l'essentiel et le pratique tout en étant exhaustif.

Le guide reprend l'essentiel du travail du groupe maturométrie du projet national Calibé. Ce travail a consisté à recenser les méthodes et à en déterminer les domaines de validité et la sensibilité pour les différentes étapes de la démarche.

L'ambition de ce guide est de permettre le développement de la maturométrie en la dotant d'une méthodologie rigoureuse qui en assure la fiabilité. Le but que s'est donné le projet national Calibé sera atteint quand la maturométrie sera systématiquement intégrée dans les cahiers des charges en cas de recherche de résistance ou de maturité précise au jeune âge. La méthode pourra également être encadrée dans une étape ultérieure par des recommandations et des normes d'essai.

1 INTRODUCTION

La bonne gestion des opérations de décoffrage des ouvrages en béton, de mise en tension des câbles de précontrainte et de manutention des éléments préfabriqués (pour ne citer que ces exemples) nécessite une mesure fiable de la résistance du béton dans l'ouvrage.

Une telle mesure appliquée à la peau du béton permet également de quantifier un facteur important pour ce qui touche à la durabilité et à l'aspect de parement.

Le présent guide s'attache à définir les règles d'utilisation de la maturométrie comme outil de mesure de la résistance au jeune âge, en commençant par faire le point des autres méthodes pratiquées.

2 PRÉSENTATION DES AUTRES MÉTHODES EN USAGE

2.1 • Éprouvettes d'information

La méthode encore la plus couramment utilisée pour évaluer la résistance au jeune âge du béton dans l'ouvrage consiste à réaliser des éprouvettes d'information conservées dans des conditions « voisines » de celles de l'ouvrage et à les écraser en laboratoire pour déterminer leur résistance en compression.

2.1.1 • Différences de conditions de mûrissement avec l'ouvrage

Du fait des différences existantes concernant le rapport volume de béton sur surface d'échange avec l'extérieur, il existe systématiquement un écart sensible entre l'historique de température au sein des éprouvettes et au sein de l'ouvrage.

Ceci est d'autant plus marqué que l'ouvrage est constitué de pièces de forte épaisseur (« effet de masse » important).

La prise et le durcissement du béton étant fortement influencés par la température, il en résulte des différences considérables entre les valeurs de résistance mesurées sur éprouvettes d'information et la résistance réelle du béton dans l'ouvrage.

2.1.2 • Influence de la taille des éprouvettes, du type de moule et du mode de conservation

L'expérience montre qu'il est impossible d'obtenir des mesures intrinsèques au béton lorsqu'on se contente d'écraser des éprouvettes d'information dont on ne connaît pas l'histoire thermique.

Les valeurs obtenues dépendent fortement de différents facteurs qui conditionnent la température au sein des éprouvettes. Ces facteurs sont principalement:

- la taille des éprouvettes (et plus précisément le rapport surface sur volume)
- la nature du moule (acier, carton ou plastique)
- les conditions de conservation (température ambiante et coefficient d'échange thermique avec l'extérieur)

On peut essayer d'ajuster ces facteurs pour obtenir des conditions de mûrissement équivalentes aux conditions réelles *in situ*.

Ceci suppose d'enregistrer en parallèle les températures dans les éprouvettes et *in situ* mais on ne pourra par ce biais que réduire l'erreur de mesure.

2.1.3 • Cas des éprouvettes asservies

Le raisonnement peut être poursuivi en installant les éprouvettes dans des capots chauffants, asservis à la température de l'ouvrage.

Lors de la montée en température du béton *in situ* par effet de masse, les différences négatives décelées par le système entre la température sous capot et au sein de l'ouvrage déclenchent la mise en marche du chauffage.

L'expérience montre qu'on obtient en général des courbes de température qui ne se superposent pas (du fait d'un délai de réaction et des à-coups de chauffage) mais qui globalement dans le meilleur cas restent voisines.

La déficience du procédé tient à un asservissement unilatéral: il n'y a aucune correction réalisée si la température dans l'ouvrage devient inférieure à celle des éprouvettes.

Ceci est particulièrement problématique par temps froid et dans le cas de pièces relativement minces (donc dans les cas de figure les plus critiques): le capot joue alors, en effet, le rôle d'isolant sur les éprouvettes, ce qui conduit à surestimer la résistance dans l'ouvrage.

2.2 • Scléromètre

On peut également mentionner la méthode de mesure de dureté de surface par sclérométrie. Son défaut principal réside dans le fait que la mesure est superficielle alors que la résistance au jeune âge est requise au sein du béton (derrière les plaques d'ancrage de précontrainte par exemple).



MATUROMÉTRIE

3.1 • Définition

La maturométrie consiste, à partir du suivi de la température au sein de l'ouvrage, à déterminer par calcul (au jeune âge) le degré d'avancement des réactions d'hydratation correspondant au durcissement du béton. Le concept de « maturité » permet de traduire l'état de mûrissement du béton, c'est à dire son niveau de durcissement. Il intègre les effets couplés de la température et du temps sur la cinétique de mûrissement du béton.

D'après la « loi de maturité » donnée par Saul: « Deux bétons de même composition ayant même valeur de maturité auront même résistance quelle que soit l'histoire de températures ayant conduit à cette valeur de maturité ». Cette technique permet donc de connaître la résistance du

béton *in situ* à partir de la relation degré d'avancement/résistance (*i.e.* âge équivalent/résistance) déterminée par étalonnage pour une formulation de béton particulière.

Le concept « d'âge équivalent » a été introduit postérieurement. Il est défini par rapport à une température de référence, en général 20 °C. Il est relié directement au concept de « maturité » et permet de donner à ce dernier une signification plus immédiate. L'âge équivalent correspond au temps durant lequel le béton doit être maintenu à la température de référence (en général 20 °C) afin d'obtenir la même valeur de maturité (caractérisée par exemple par la résistance mécanique) que dans les conditions de cure réelle.

Par exemple, pour un coefficient d'activation $E/R = 4000$ K, un mûrissement d'une heure à 40 °C correspond à un mûrissement à 20 °C de 2 h 25. À une heure d'âge réel, l'âge équivalent à 20 °C vaut donc 2 h 25.

3.2 • Fondements scientifiques

La maturométrie s'appuie sur le fait établi que, pour un béton donné, la résistance au jeune âge ne dépend que de l'histoire thermique. La loi d'Arrhenius s'est révélée être la plus appropriée pour décrire la sensibilité de la vitesse de durcissement du béton à la température. Elle comprend un paramètre unique (appelé énergie d'activation apparente E_a) qui traduit le degré de sensibilité du béton.

$$K(T) = A \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right)$$

A: constante de proportionnalité, 1/s,

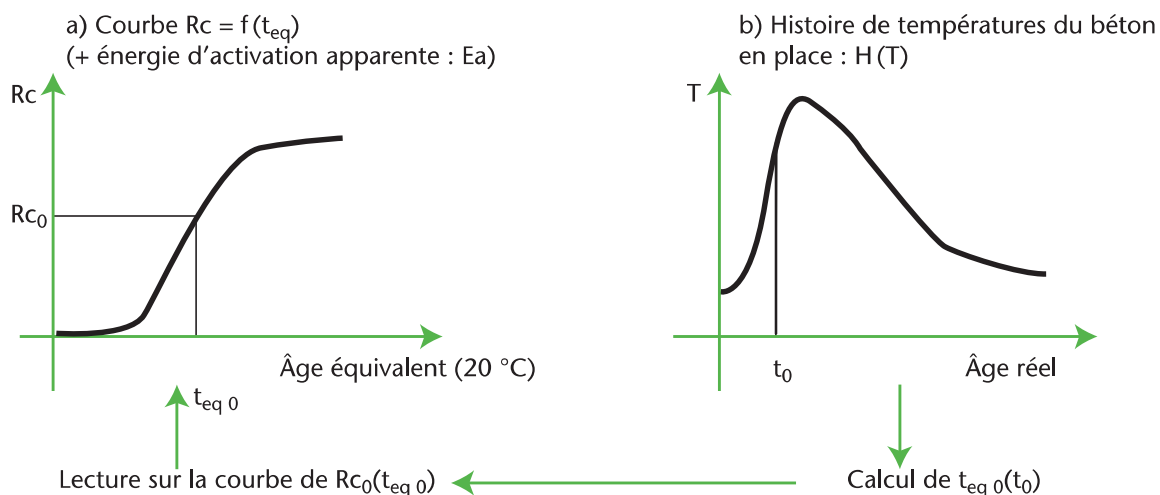
R: constante des gaz parfaits, 8 314 J/mol K,

E_a : « énergie d'activation apparente » du béton, J/mol.

Un béton donné est donc caractérisé par son énergie d'activation apparente et sa courbe de référence (relation maturité/résistance).

L'application de la loi d'Arrhénius permet alors de transformer un historique de température quelconque en une valeur de maturité de laquelle on peut déduire la résistance mécanique.

Le schéma suivant montre le principe de la méthode maturométrique.



$$t_{eq0} = \int_0^{t_0} \exp\left(-\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T(\tau)} - \frac{1}{T_{réf}}\right)\right) d\tau$$

Remarque: On supposera ici, que la courbe $R_c = f(t_{eq})$ et E_a sont déterminées à partir d'essais de résistance en compression (voire de chaleur pour E_a) dans une gamme de températures représentatives de celles du chantier.

On trouvera exposés en détail dans l'annexe I (paragraphe 7) les fondements scientifiques et le principe d'étalonnage pour les bétons courants et les bétons à période dormante longue.

3.3 • Avantages

3.3.1 • Contexte d'application

La maturométrie s'inscrit naturellement dans le cadre d'une recherche d'optimisation des durées de cycles de construction (en respectant les exigences de résistance, durabilité, qualité de parement, ...), et ne peut se substituer à l'ensemble des actions nécessaires à cette optimisation.

En particulier, il est rappelé que la température du béton à la mise en œuvre et les conditions d'isolation thermique en place sont des paramètres déterminants pour l'obtention de caractéristiques mécaniques élevées au jeune âge.

Ces performances au jeune âge peuvent par ailleurs correspondre à des spécifications de qualité de parement ou de durabilité lorsqu'elles sont évaluées en surface de l'ouvrage.

3.3.2 • Avantages

Les avantages de la maturométrie tiennent avant tout à la représentativité des mesures effectuées par rapport aux méthodes traditionnelles basées sur les éprouvettes d'information.

L'application de la méthode maturométrique permet de traiter de façon plus fine l'évaluation de la résistance au jeune âge en définissant par exemple les points critiques de l'ouvrage (paragraphe 4.1). L'information est instantanée ou quasi-instantanée et ne nécessite pas de transporter des éprouvettes et de fixer et organiser des échéances d'écrasement. Elle est également plus riche qu'un simple résultat d'écrasement puisqu'on peut facilement prévoir le délai nécessaire à l'obtention de la résistance requise (par extrapolation sur la courbe de température). Les données fournies peuvent permettre de vérifier l'adéquation des systèmes d'isolation ou de chauffage *in situ*.

Les multiples avantages recensés supposent bien sûr une utilisation correcte de la méthode, qui peut s'avérer dangereuse si mal maîtrisée.

3.4 • Différentes approches actuelles

La maturométrie peut s'appliquer avec différents matériels qui consistent soit en un logiciel traitant les données fournies par un enregistreur de température soit en un maturomètre (appareil réunissant les fonctions acquisition et calcul).

3.5 • Limites d'emploi de la maturométrie

La maturométrie permet d'évaluer le délai d'obtention de résistances en compression au jeune âge supérieures ou égales à 5 MPa. En deçà de cette valeur, la précision de la mesure devient faible et l'utilisation de la maturométrie est déconseillée (sauf étude justificative particulière).

Par ailleurs, on couvre habituellement des plages de résistance ne dépassant pas la moitié de la résistance à 28 jours (outrepasser cette limite est possible mais risque d'altérer la précision).

Il faut noter que dans le cas particulier de béton à longue période dormante (température faible ou retard lié à l'adjuvantation), la méthode reste applicable mais risque de perdre de son intérêt (résultats d'étalonnage dispersés conduisant à des prévisions parfois excessivement pessimistes).

Dans le cas général, il faut insister sur les limites d'utilisation pratiques liées aux conditions d'étalonnage (formule de béton fixée, gamme de températures y compris températures initiales *a priori* déterminées).

En particulier, la maturométrie ne peut être valorisée que si les conditions garantissant la régularité de production du béton sont assurées (cf. paragraphe 4.1).

4

MODALITÉS D'APPLICATION

4.1 • Condition préalable: Régularité des performances du béton au jeune âge _____

La maturométrie suppose que le béton mis en œuvre dans l'ouvrage est le même que le béton ayant fait l'objet de l'étalonnage et nécessite donc une bonne maîtrise de la régularité de la fabrication du béton et de ses constituants, ainsi qu'un suivi des variations des caractéristiques mécaniques au jeune âge.

Il est nécessaire de limiter les variations de dosage en eau dans une fourchette d'étendue maximale de plus ou moins 10 l par mètre cube de béton et d'obtenir un engagement de régularité sur les performances au jeune âge du ciment (au minimum un seuil d'alerte en cas de modification sensible), en particulier la demande en eau et la résistance au jeune âge sur mortier ISO.

4.2 • Positionnement des sondes Définition des points critiques _____

Il s'agit d'étudier quels seront les points critiques de l'ouvrage en comparant les contraintes aux divers points de la structure et les maturités correspondantes (au moment des opérations de décoffrage, levage ou mise en précontrainte). Ce travail est en général réalisé par le bureau d'études structure. À partir des points critiques retenus, on définit ensuite le nombre de sondes et leur position.

Il est prudent, pour un point critique donné, de mettre en place deux sondes (au cas où une des deux serait endommagée ou déconnectée).

L'implantation des sondes doit être définie sur un schéma joint à la procédure de contrôle maturométrique, à établir pour chaque opération particulière.

4.3 • Exigences sur le matériel _____

L'ensemble des matériels nécessaires à la maturométrie est communément regroupé sous le nom générique de maturomètre (parfois dénommé maturimètre). Les maturomètres actuels ont atteint un degré plus ou moins poussé d'intégration des fonctions de mesures, d'acquisition de mesures, de calculs et de visualisation des résultats notamment sous forme de résistance du béton directement exploitable par les acteurs du chantier. Les maturomètres doivent avoir les qualités requises (rusticité, robustesse, étanchéité, autonomie...) pour être utilisés dans les conditions d'un chantier.

La qualité matérielle d'un maturomètre est bien évidemment une condition nécessaire pour réaliser une opération de maturométrie correcte mais elle n'est pas suffisante. En effet, les déterminations d'un certain nombre de paramètres sont indispensables à la bonne utilisation de la maturométrie.

Comme cela sera précisé dans le paragraphe suivant, tout béton destiné à être suivi par maturométrie doit être « étalonné »: cet étalonnage préalable consiste à déterminer l'énergie d'activation apparente du béton (E_a ou E_a/R sous forme réduite) et la courbe de référence donnant sa résistance à la compression simple en fonction de son âge équivalent [$R_c = f(t_e)$].

4.3.1 • Les matériels, leur utilisation

Les matériels nécessaires à la maturométrie doivent permettre d'effectuer:

- la mesure de températures,
- le stockage de ces mesures,
- les calculs associés à ces mesures.

La mesure de température est réalisée au moyen de thermomètres plus communément appelés sondes de température. Les plus utilisées sont de deux types:

- les câbles de thermocouples (T, K...)
- les sondes résistives (thermistances, sondes platine).

Ces sondes sont reliées à un conditionneur qui transforme la grandeur analogique mesurée (tension pour les thermocouples, résistance électrique pour les thermistances et sonde platine) en une grandeur physique (degrés Celsius en France). Un dispositif de stockage est nécessaire pour enregistrer toutes les mesures et les échéances temporelles correspondantes. Les fichiers de valeurs ainsi enregistrées sont récupérés et traités par un module de calcul qui permet de déterminer l'âge équivalent correspondant.

Cet âge équivalent (ou temps équivalent) correspond au temps durant lequel le béton doit être maintenu depuis la gâchée à la température de référence (en général 20 °C, mais cette valeur devra être précisée par la fabricant) afin d'obtenir la même valeur de maturité (caractérisée par exemple par la résistance mécanique) que dans les conditions de cure réelle.

4.3.2 • Agrément des matériels

En l'absence de tout document normatif français, le groupe MATUROMÉTRIE du projet national CALIBE propose des recommandations sur les caractéristiques que doivent présenter les matériels et sur leurs utilisations. Ces recommandations doivent aider à la qualification des matériels destinés à la maturométrie sur les chantiers de construction. Il est cependant recommandé de présenter les matériels envisagés à l'agrément du client, en préalable à tous chantiers.

4.3.3 • Les caractéristiques des matériels

4.3.3.1 Le thermomètre

• Les caractéristiques demandées à tout type de sonde

Une sonde se présente sous la forme d'un élément actif qui sera mis en contact avec le béton (soit perdue et directement noyée dans le béton, soit récupérable et disposée dans un tube de réservation dans le béton) et d'un câble de liaison qui le reliera au conditionneur de l'appareil de mesures.

Quel que soit le type de sonde utilisée, le câble de liaison sera blindé si certaines perturbations électromagnétiques peuvent exister sur le chantier ou son environnement direct. *A priori*, la longueur de câble n'a pas d'influence sur les mesures, pour une sonde résistive branchée en 4 fils, car la résistance de ligne est compensée. Mais en pratique, il est prudent de limiter la longueur à 100 m. La longueur de câble de sonde résistive branchée en 3 fils ne devra pas excéder 50 m.

Dans les deux cas il faut prévoir de ne pas exposer directement les câbles à des sources de chaleur extérieure. Un calibrage des sondes de température avant utilisation, serait souhaitable dans la plage des valeurs de température prévisibles. En l'absence de ce calibrage le fournisseur ou l'utilisateur des sondes devra fournir quelques valeurs de référence par rapport à des valeurs connues simples de température, par exemple le 0 °C de la glace et le 100 °C de l'eau bouillante.

• *Le cas particulier du câble de thermocouple*

C'est la sonde la plus utilisée mais c'est aussi la moins précise. Elle nécessite donc des précautions d'emploi particulières:

- la partie active devra être protégée seulement dans le cas de réutilisation,
 - la longueur de fil ne devra pas excéder une trentaine de mètres,
 - si la température prévisible du béton doit dépasser 30 °C, la courbe de calibration risque de ne plus être linéaire. Dans ce cas, il faut s'assurer que le maturomètre corrige bien ce phénomène.
- Il faut s'assurer également que le maturomètre prend bien en compte les corrections liées à la compensation de soudure froide.

Remarque: Certains constructeurs évitent l'utilisation de grande longueur de câbles et utilisent la radio pour transmettre les relevés de températures au maturomètre par radio. Dans ce cas, il convient de vérifier que les valeurs de températures transmises par radio sont bien identiques à celles obtenues par lecture directe.

4.3.3.2 Le cahier des charges du maturomètre

• *La mesure et l'enregistrement de la température*

Même si le fournisseur du maturomètre n'est pas le fournisseur des sondes de température, il doit indiquer clairement le ou les types de sondes à utiliser et le mode de branchement à son appareil. Il doit être en mesure de fournir toutes les preuves permettant de valider les spécifications auxquelles doivent répondre les sondes de température utilisées.

La mesure de la température se fera par un conditionneur adapté au type de sonde branchée. La précision de la chaîne d'acquisition de température doit être inférieure ou égale à ± 1 °C en absolu. La fréquence d'acquisition des mesures pourra être fixée à l'aide d'une horloge interne indiquant la date, le temps en heures et minutes et dont la dérive devra être inférieure au tiers de la fréquence et à 20 minutes en fin d'essai. Les acquisitions se feront soit à des intervalles de temps ne dépassant pas 20 minutes, soit à des intervalles de température ne dépassant pas 2 °C. Dans le premier cas, la programmation du pas d'acquisition n'est pas obligatoire ; par contre si le pas est unique, il ne doit pas être supérieur à 20 minutes.

Un maturomètre peut offrir la possibilité de brancher plusieurs sondes. Dans ce cas, il est préférable que l'utilisateur ait la possibilité de déclencher et d'arrêter la mesure et l'enregistrement sur chaque voie à un instant donné ou souhaité.

• *L'exploitation des mesures: le calcul de l'âge équivalent*

La seule méthode acceptée pour ce calcul est celle utilisant la loi d'Arrhénius. Pour chaque sonde, donc chaque voie de mesures, le calcul d'intégration doit prendre en compte l'histoire thermique du béton depuis sa gâchée. Si cette histoire thermique n'est pas connue, on pourra considérer que la température est constante entre l'instant de la gâchée et la première mesure effectuée, et égale à cette valeur.

Le calcul d'intégration doit être effectué en considérant, sur l'intervalle de temps choisi, une température moyenne égale à la moyenne arithmétique des valeurs mesurées en début et en fin d'intervalle. Pour une acquisition de température toutes les 20 mn, la méthode d'intégration devra être aussi précise que celle considérant une température moyenne sur chaque intervalle de temps. Le maturomètre choisi offrira la possibilité de saisir une valeur du coefficient d'activité

apparent du béton $\frac{E_a}{R}$ avec un pas inférieur ou égal à 250 K ou E_a avec un pas inférieur ou égal à 2000 J/mol.

Ce coefficient d'activation apparent du béton doit être déterminé à l'issue de la phase d'étalonnage du béton.

• *La prévision des résistances*

Si le maturomètre possède une fonction de prévision des résistances mécaniques du béton aux jeunes âges, il doit offrir la possibilité de saisir une courbe de référence (résistance mécanique en fonction de l'âge équivalent), obtenue expérimentalement en même temps que la phase

« d'étalonnage » vue précédemment, soit sous forme d'une fonction mathématique paramétrable, soit sous forme d'un tableau de couples de valeurs (âge équivalent \Leftrightarrow résistance mécanique) .

• *Les documents à fournir pour le dossier d'ouvrage*

Avant toute opération de maturométrie, l'utilisateur fournit le dossier d'étalonnage du béton qui précise le coefficient d'activation apparent du béton et la courbe de référence, ainsi que le plan d'implantation des sondes.

En fin d'essai de maturométrie, l'appareil doit pouvoir de fournir pour chaque sonde installée dans l'ouvrage, les éléments suivants:

- l'évolution de la température de chaque sonde, soit sous forme d'un tableau, soit sous forme d'un graphique [θ °C = f (t)],
- le calcul de l'âge équivalent pour chaque sonde,
- la courbe de référence utilisée pour la prédiction de la résistance, si l'appareil le prévoit.

Cette fourniture de renseignements peut être réalisée sur support papier ou sur support informatique.

4.4 • Étalonnage

La détermination de l'énergie d'activation apparente et de la courbe de référence peuvent faire l'objet d'essais préliminaires en laboratoire, par exemple lors des essais d'étude.

Dans l'optique d'un suivi maturométrique, il est conseillé d'initier la mise en place de cette technique lors de ces essais préliminaires.

Mais, dans tous les cas, des essais de validation sont indispensables en marche industrielle, sur le béton produit en centrale.

Il est naturel de prévoir ces essais à l'occasion des épreuves de convenance.

Les principes des différentes étapes d'étalonnage sont indiqués ci-après.

4.4.1 • Détermination de l'énergie d'activation E_a et de la courbe d'étalonnage

L'énergie d'activation, qui décrit la sensibilité du béton à la température, peut être déterminée en vérifiant qu'une formule de béton donnée, soumise à des historiques de température sensiblement différents, conduit à la même corrélation âge équivalent/résistance.

On obtient cette différenciation par exemple en confectionnant à partir d'une même charge deux séries d'éprouvettes conservées pour l'une en ambiance extérieure (ou en laboratoire à 20 °C) et pour l'autre en conditions quasi-adiabatiques (en caisse calorifugée). En écrasant ces éprouvettes à différentes échéances tout en notant en parallèle leur maturité obtenue à partir de leur historique de température, on construit deux courbes qu'on ajuste en faisant varier l'énergie d'activation suivant la méthode de superposition (cf. annexe I).

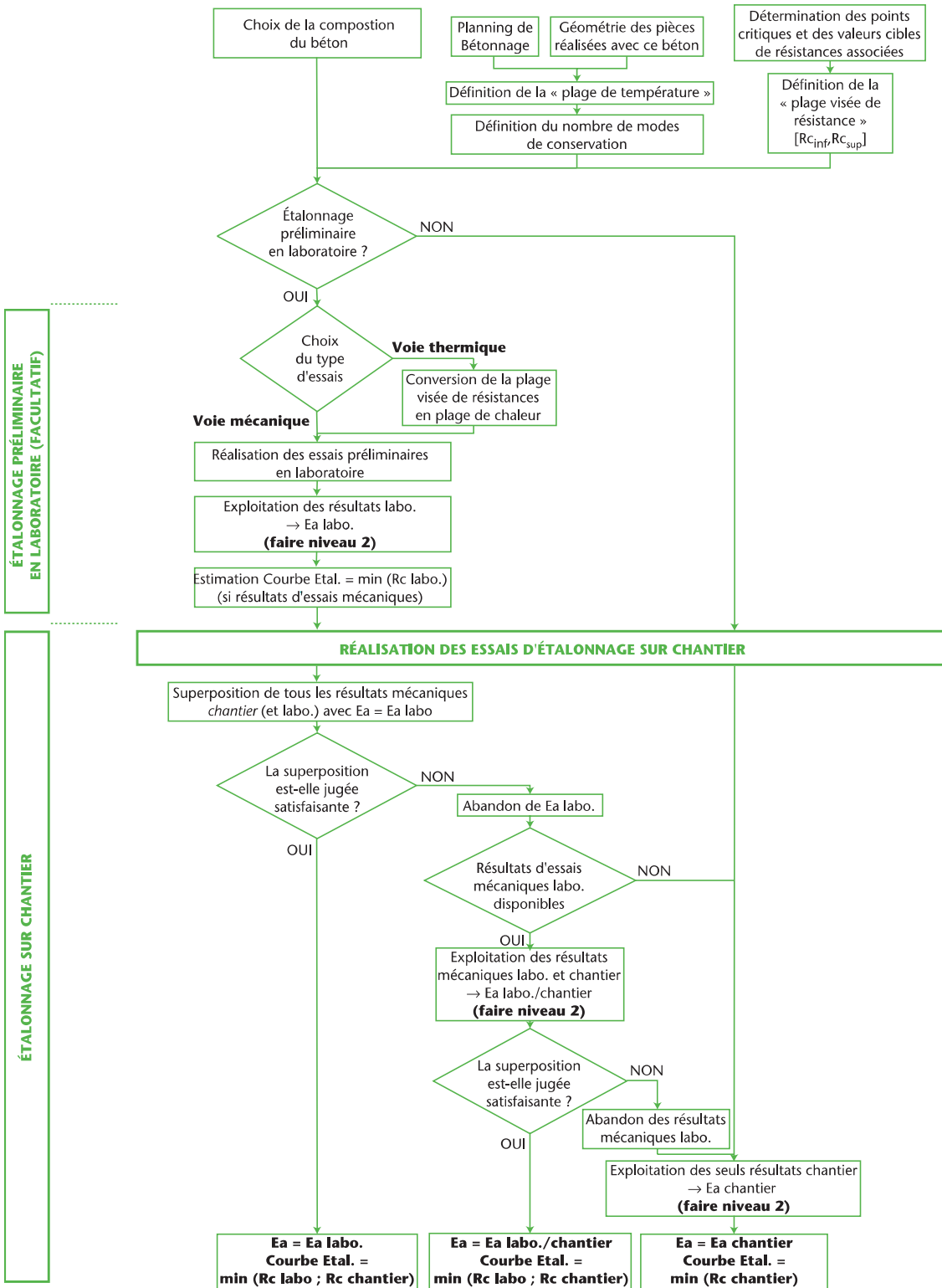
Les deux courbes resserrées obtenues permettent de définir un fuseau dont l'enveloppe inférieure est considérée comme la courbe d'étalonnage. L'énergie d'activation apparente obtenue n'est validée que sur la plage de températures correspondant aux historiques extrêmes testés.

Même si un premier étalonnage a été effectué en laboratoire, il est nécessaire d'effectuer dès le début du chantier un étalonnage de contrôle sur site et de vérifier la validité des données obtenues en laboratoire.

L'étalonnage préliminaire en laboratoire présente l'intérêt de pouvoir tester une fourchette de température suffisamment large pour englober l'enveloppe des conditions de chantier. Il peut également être fondé sur des essais de dégagement de chaleur et non sur des essais mécaniques (pour la détermination de E_a).

L'annexe II précise les procédures détaillées des essais d'étalonnage en laboratoire et sur chantier et d'exploitation des résultats. Les différentes étapes sont présentées sur des organigrammes. Des exemples d'exploitation sont donnés en annexe IV.

Vue d'ensemble de la procédure d'étalonnage



ÉTALONNAGE PRÉLIMINAIRE EN LABORATOIRE (FACULTATIF)

ÉTALONNAGE SUR CHANTIER

4.4.2 • Contrôles de conformité initiaux: validation de l'étalonnage et établissement de la courbe de référence

La courbe d'étalonnage obtenue par la méthode de superposition ne doit pas être confondue avec la courbe de référence. Il faut en effet intégrer un facteur de sécurité rendant compte des variations de performance au jeune âge.

On établit cette marge sécuritaire à partir des données recueillies en début de chantier lors d'une période d'observation où l'on équipe l'ouvrage et des éprouvettes d'information (soumises à écrasement) de sondes de température pour vérifier régulièrement la corrélation maturité/résistance. Le fuseau de points obtenus permet alors d'établir une courbe de référence par défaut. On recommande une période d'observation d'au moins trois semaines et composées d'au minimum 6 bétons différents répartis sur cette période.

On se reportera à l'annexe III pour les procédures détaillées des contrôles de conformité initiaux.

4.5 • Contrôles de conformité et de régularité en cours de chantier

Les contrôles de conformité peuvent être initiaux, où ils consistent en la validation de l'étalonnage et l'établissement de la courbe de référence, ou en cours de chantier en vue de contrôler la régularité.

Il est en effet nécessaire d'effectuer des contrôles de conformité périodiques pour vérifier qu'il n'y a pas de dérive dans les performances du béton au jeune âge. Typiquement, la période est le mois.

Par ailleurs, si les conditions de température s'écartent du domaine correspondant à celui de l'étalonnage (5° d'écart), il est nécessaire de vérifier les résultats d'étalonnage par un contrôle de conformité. En effet, et en particulier si les températures sont plus faibles que lors de l'étalonnage, des divergences sont possibles en fonction des spécificités de l'adjuvantation du béton.

Les procédures de contrôle de régularité en cours de chantier sont également détaillées annexe III.

5 CONCLUSION

La maturométrie a fait ses preuves depuis plus de dix ans maintenant en France sur de nombreux chantiers d'ouvrage d'art représentatifs sans qu'aucun problème majeur n'ait été recensé (cf. références au chapitre suivant).

Elle constitue la meilleure méthode pour apprécier au mieux la résistance au jeune âge du béton dans l'ouvrage, dans la mesure où son utilisation respecte les modalités décrites dans le présent document.

6 RÉFÉRENCES

- Voussoirs préfabriqués du Pont de l'Île de Ré (1987)
- Voussoirs et pylônes du Pont de Normandie (1991)
- Tunnels du Pas de l'Escalette (A75) (1994)
- Voussoirs du Viaduc sur le Rhône BPNL (1994)

- Coques des aéroréfrigérants de Civaux (1994)
- Tunnels Rochecardon et Duchère BPNL (1995)
- Tunnels de Montjézieu (A75) (1995)
- Viaduc de Mirville (A29) (1995)
- Viaduc PI4 d'Amiens (1995)
- Ecaille de mur pour terre armée, Usine de préfabrication Chavigny (1996)
- Viaducs TGV Sud-Est en Avignon (1997)
- Tranchée couverte de Taverny (A115) (1997)
- Viaduc de la Nièvre (A16) (1998)
- Viaduc PI5 de Lisieux (A29) (1998)
- Etc.

7

ANNEXE I – ASPECTS THÉORIQUES DE LA MATUROMÉTRIE

7.1. – Fondements scientifiques

- 7.1.1 – Définition de la « Maturité »
- 7.1.2 – Définition de « l'Âge équivalent »
- 7.1.3 – Introduction de la loi d'Arrhenius
- 7.1.4 – Principe de la « méthode de l'âge équivalent »
- 7.1.5 – Distinction entre les cas courants et les bétons « à période dormante longue »

7.2. – Principe d'étalonnage pour les cas courants

- 7.2.1 – L'énergie d'activation apparente « E_a »
 - 7.2.1.1 – Définition de E_a
 - 7.2.1.2 – Définition du degré d'avancement des réactions d'hydratation du ciment
 - 7.2.1.3 – Calcul de l'énergie d'activation
- 7.2.2 – La « courbe d'étalonnage » et la « courbe de référence » du béton

7.3. – Amélioration de la méthode: application aux bétons à période dormante longue

- 7.3.1 – Le « temps caractéristique » t^*
 - 7.3.1.1 – Définition et spécifications
 - 7.3.1.2 – Détermination de t^* en temps réel dans l'ouvrage
- 7.3.2 – Détermination de l'énergie d'activation apparente après le temps t^*
 - 7.3.2.1 – Méthode « des vitesses »
 - 7.3.2.2 – Méthode « de superposition »
 - 7.3.2.3 – Méthode « globale »
- 7.3.3 – Détermination de la courbe de référence du béton

7.1 • Fondements scientifiques

La maturométrie se base sur un certain nombre de fondements scientifiques (notions de maturité et d'âge équivalent, loi d'Arrhénius) qui ont conduit à l'élaboration de la méthode dite « de l'âge équivalent ». Ceux-ci sont passés en revue ci-dessous. Un point est également fait sur l'origine des différences de comportement entre bétons courants et bétons à période dormante longue¹.

7.1.1 • Définition de la « Maturité »

Le concept de « maturité » permet de traduire l'état de mûrissement du béton. Il intègre les effets couplés de la température et du temps sur la cinétique de mûrissement du béton. D'après la « loi de maturité » donnée par Saul [Saul 51]:

Deux bétons de même composition ayant même valeur de maturité auront même résistance quelle que soit l'histoire de températures ayant conduit à cette valeur de maturité.

L'expression de la maturité peut être donnée de la manière suivante:

$$M(t, H(T)) = \int_0^t K(T(\tau)) d\tau \quad (1)$$

$M(t, H(T))$: maturité à l'instant t pour une histoire de températures donnée $H(T)$,

$H(T)$: histoire de températures: $T(\tau)$, $\tau \in [0, t]$,

$K(T)$: constante cinétique à la température T ,

$T(t)$: température absolue à l'instant t , en Kelvin.

7.1.2 • Définition de « l'Âge équivalent »

Le concept « d'âge équivalent » a été introduit postérieurement [Rastrup 54, Mac Intosh 56]. Il est défini par rapport à une température de référence, en général 20 °C.

Il est relié directement à celui de « maturité » et permet de donner à ce dernier une signification plus immédiate.

L'âge équivalent correspond au temps durant lequel le béton doit être maintenu à la température de référence afin d'obtenir la même valeur de maturité que dans les conditions de cure réelle.

$$M(t, H(T)) = \int_0^t K(T(\tau)) d\tau = \int_0^{t_{eq}} K(T_{réf}) d\tau = M(t_{eq}, T_{réf}) = K(T_{réf}) t_{eq} \quad (2)$$

Avec:

$M(t_{eq}, T_{réf})$: maturité à l'instant t pour la température de référence $T_{réf}$,

t_{eq} : âge équivalent à la température de référence $T_{réf}$ en général 20 °C (293 K).

D'où:

$$t_{eq} = \int_0^t \frac{K(T(\tau))}{K(T_{réf})} d\tau \quad (3)$$

1. Il s'agit *a priori* de bétons dont la période dormante est significative au regard de la durée de durcissement correspondant aux spécifications de résistance au jeune âge.

En particulier, pour des conditions de cure isotherme à température T_0 on obtient:

$$t_{eq} = \frac{K(T_0)}{K(T_{réf})} t \quad (4)$$

7.1.3 • Introduction de la loi d'Arrhenius

L'expression de la constante cinétique d'après la loi expérimentale d'Arrhenius s'est révélée être la plus adéquate afin de décrire les effets couplés de la température et du temps sur la cinétique d'hydratation du béton [Verbeck et Helmuth 69, Freiesleben et al. 77, Regourd et Gautier 80].

$$K(T) = A \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (5)$$

A : constante de proportionnalité, 1/s,

R : constante des gaz parfaits, 8 314 J/mol K,

E_a : « énergie d'activation apparente » du béton, J/mol.

Avec cette expression, E_a est le paramètre qui traduit la sensibilité de la cinétique d'hydratation du béton à une variation de température. L'accélération due à une augmentation de température est d'autant plus importante que E_a est élevée.

On obtient alors:

$$t_{eq} = \int_0^t \exp\left(-\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T(\tau)} - \frac{1}{T_{réf}}\right)\right) d\tau \quad (6)$$

7.1.4 • Principe de la « méthode de l'âge équivalent »

Les évolutions de grandeurs physiques telles que la résistance en compression ou la chaleur d'hydratation peuvent être reliés à la maturité du béton [Regourd et Gautier 80, De Schutter et Taerwe 96, Torrenti 92]. La méthode de l'âge équivalent consiste à utiliser le concept d'âge équivalent dans la prévision des résistances en compression au « jeune âge » du béton.

Le schéma ci-dessous illustre la méthode de l'âge équivalent comme outil de prévision des résistances en compression au « jeune âge » du béton.

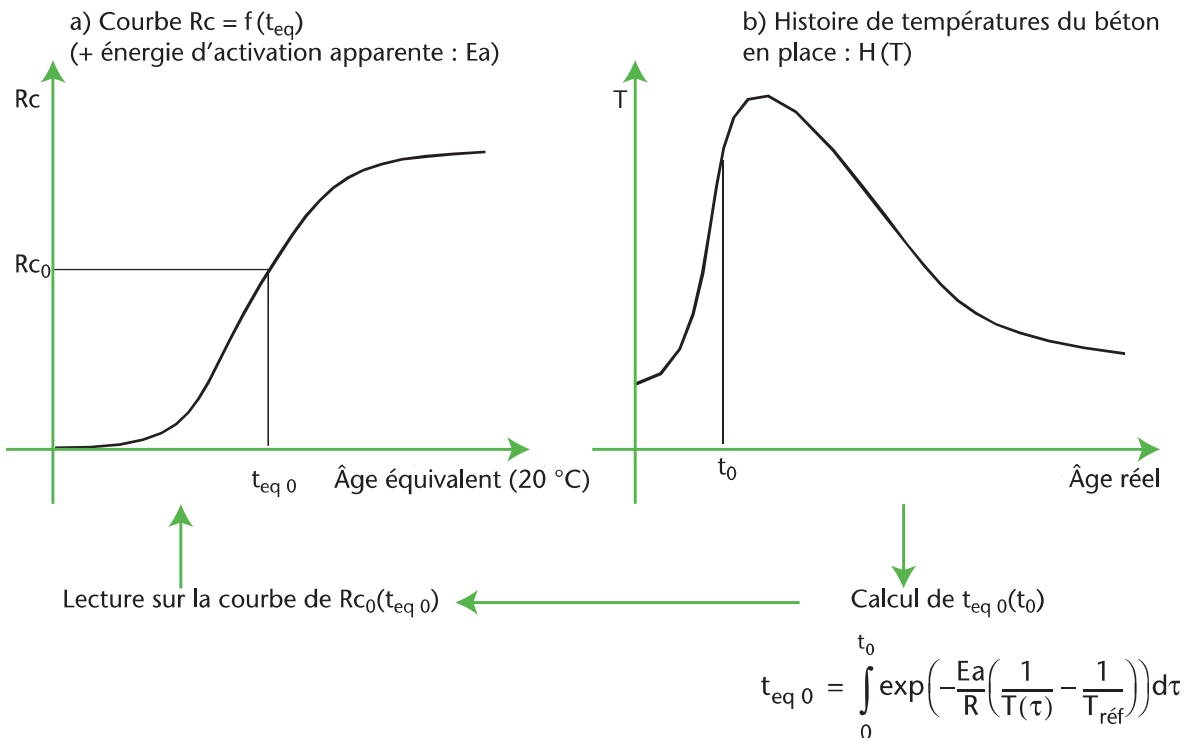
Remarque: Le « jeune âge » du béton correspond aux premières heures de l'histoire d'un béton et est souvent défini conventionnellement comme correspondant à la période s'étendant au delà de la prise et durant laquelle la résistance du béton est inférieure à 50 % de sa valeur à 28 jours.

Pour le béton étudié, la mise en œuvre de la méthode nécessite la connaissance de:

- L'évolution de la résistance en compression en fonction de l'âge équivalent à la température de référence (20 °C en général, soit 293 K (courbe a) ci-dessous).
- L'énergie d'activation apparente: E_a .

La méthode se décompose alors de la manière suivante:

- Calcul de l'âge équivalent à partir de l'histoire réelle de températures suivie par le béton dans l'ouvrage (courbe b) ci-dessous) et selon l'expression de l'âge équivalent (6).
- Lecture sur la courbe $R_c = f(t_{eq})$ de la valeur estimée de la résistance du béton dans l'ouvrage, selon la valeur de l'âge équivalent obtenue.



Remarque: On supposera ici, que la courbe $R_c = f(t_{eq})$ et E_a sont déterminées à partir d'essais de résistance en compression (voire de chaleur pour E_a) dans une gamme de températures représentatives de celles du chantier.

7.1.5 • Distinction entre les cas courants et les bétons « à période dormante longue »

Les mécanismes d'hydratation étant différents pendant la période dormante et au jeune âge du béton [Jiang Mutin et Nonnat 95, Sorrentino 96], la sensibilité de la période dormante et celle de la cinétique de durcissement au jeune âge à la température, peuvent donc être différentes.

Dans les cas courants, en adoptant une valeur unique de E_a depuis l'instant initial de gâchage, on fait l'hypothèse implicite que ces sensibilités sont les mêmes. Cette hypothèse n'a pas d'incidence significative sur le calcul de l'âge équivalent étant donné la faible durée de la période dormante au regard des échéances concernées par la prévision des résistances au jeune âge.

Par contre, dans le cas des bétons à période dormante longue (cas de certains bétons fortement adjuvés par exemple) une différence significative entre ces sensibilités peut exister et sa prise en compte permet alors d'améliorer la pertinence de la méthode. On définit, pour cela, un « temps caractéristique » t^* marquant approximativement la fin de la période dormante. Ce temps caractéristique est mesuré in situ ou son évolution avec la température modélisée d'après des essais d'étalonnage. La méthode de l'âge équivalent s'applique alors de manière classique au delà du temps caractéristique. Néanmoins, l'étalonnage de la maturométrie s'en trouve modifié.

7.2 • Principe d'étalonnage pour les cas courants

Dans les cas courants, l'étalonnage consiste à déterminer l'énergie d'activation apparente E_a du béton, ainsi que la courbe d'étalonnage² $R_c = f(t_{eq})$.

2. Cette courbe deviendra la « courbe de référence » après les contrôles de conformité initiaux (cf. Annexes II et III).

7.2.1 • L'« énergie d'activation apparente » : E_a

La définition de l'énergie d'activation découle de la loi d'Arrhénius (cf. équation (5)). Pour déterminer sa valeur, différentes méthodes basées sur la notion de degré d'avancement de l'hydratation peuvent être utilisées.

7.2.1.1 Définition de E_a

- *Retour sur la relation empirique dite « loi d'Arrhenius »*

La définition de E_a est issue de la cinétique et de la thermodynamique chimiques. En 1889, Arrhenius constate que les résultats expérimentaux relatifs à la constante de vitesse K d'une réaction chimique « simple », conduisent à une relation de la forme :

$$\ln K = a - \frac{b}{T} \quad (7)$$

Autrement dit :

$$\frac{d \ln K}{dT} = \frac{b}{T^2} \quad (8)$$

a, b : constantes caractéristiques de la réaction étudiée.

Ou encore sous la forme plus classique :

$$K(T) = A \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (9)$$

A : constante de proportionnalité, 1/s,

R : constante des gaz parfaits, 8 314 J/mol K,

E_a : énergie d'activation, J/mol.

- *Et ce qui sera retenu de l'application de la loi d'Arrhenius à l'hydratation du ciment :*

La relation d'Arrhenius est valable pour un très grand nombre de réactions chimiques « simples ». Cependant, le ciment est un matériau polyphasique. Son hydratation met en jeu plusieurs réactions chimiques complexes et couplées. De plus, différents processus physico-chimiques contrôlent à tour de rôle la cinétique de l'hydratation. Les mécanismes prépondérants pendant la période dormante sont des mécanismes de diffusion. Il s'agit ensuite d'un contrôle par réaction, puis d'un contrôle par diffusion à travers les couches d'hydrates déjà formés autour des grains de ciment s'hydratant.

Ainsi, l'application de la loi d'Arrhenius à l'hydratation du ciment demeure une approximation. L'énergie d'activation dépend de l'avancement de la réaction α [Ulm et Coussy 95], et de la température [Freiesleben et al. 77, Van Breugel 91], du fait essentiellement de son caractère apparent. En pratique, dans une gamme modérée de températures, on peut faire l'hypothèse que l'énergie d'activation apparente E_a ne dépend pas de la température.

7.2.1.2 Définition du degré d'avancement des réactions d'hydratation du ciment

- *Définition générale du degré d'hydratation du ciment α_c*

Le degré d'hydratation du ciment est défini par la masse de ciment ayant réagi, rapportée à celle initialement introduite.

$$\alpha_c(t) = \frac{m_{ch}(t)}{m_c} \quad (10)$$

$\alpha_c(t)$: degré d'hydratation du ciment à l'instant t ,

$m_{ch}(t)$: masse de ciment hydraté à l'instant t ,

m_c : masse initiale de ciment.

Le ciment est un matériau polyphasique. Il est alors possible de définir un degré d'hydratation α_i pour chacune des phases principales du ciment: silicates et aluminates.

On obtient ainsi une expression différente du degré d'hydratation du ciment:

$$\alpha_c(t) = \sum_i p_i \alpha_i(t) \quad (11)$$

$\alpha_i(t)$: degré d'hydratation du constituant i à l'instant t ,

p_i : fraction massique du constituant i .

La détermination du degré d'hydratation α_c peut se faire par différentes techniques dont la microscopie et l'analyse d'image, la diffractométrie aux rayons X (DRX) et l'analyse quantitative. Il est à noter que le degré d'hydratation final $\alpha_c(\infty)$ n'atteint jamais 1 dans la pratique et reste très différent de cette valeur lorsque l'hydratation du ciment est incomplète.

• **Définition du degré d'avancement α**

Différentes définitions du degré d'avancement des réactions d'hydratation du ciment peuvent être données à travers le suivi de l'évolution relative d'une propriété physique ou mécanique particulière. La valeur du degré d'avancement évolue alors entre 0 et 1. Parmi ces propriétés, on trouve plus particulièrement:

- Le degré d'hydratation du ciment α_c ,

- la quantité d'eau chimiquement liée: ω_n ,

ω_n : est définie généralement comme la perte en eau par chauffage à 1050 °C après séchage à 105 °C.

- la chaleur d'hydratation: Q ,

Q : la quantité de chaleur dégagée peut être mesurée de différentes manières: essais isothermes, adiabatiques ou chaleur de dissolution.

- la surface spécifique des hydrates S_S , (ou V_m),

V_m : est la quantité d'eau permettant de recouvrir la surface des produits d'une couche monomoléculaire. Elle est proportionnelle à la surface spécifique développée: S_S . V_m est en général mesurée par adsorption d'azote et application de la théorie BET.

- la résistance en compression: R_c .

On pose alors:

$$\alpha(t) = \frac{X(t)}{X(\infty)} \quad (12)$$

$X(t)$, $X(\infty)$: représentent respectivement, la valeur de la propriété physique ou mécanique considérée à l'instant t , et celle à un temps théorique « infini ».

• **Corrélations entre les différentes définitions**

Des études comparatives mettent en évidence des corrélations fortes entre ces grandeurs physiques [Copeland Kantro et Verbeck 62, Byfors 80, Parrott Geiker Gutteridge et al. 90, Torrenti 92]. Ainsi, chacune d'elles peut être utilisée indifféremment pour estimer le degré d'avancement de l'hydratation du ciment.

7.2.1.3 Calcul de l'énergie d'activation

Ce calcul est présenté ici en termes de degré d'avancement mais est directement transposable en termes de quantité de chaleur dégagée Q ou de résistance développée R_c , dans la mesure où l'on admet que la valeur finale de la grandeur physique ou mécanique considérée ne dépend pas de la température au jeune âge.

Au minimum deux histoires thermiques distinctes (indiquées 1 et 2 dans la suite) du béton sont nécessaires afin de calculer E_a . Ce cas est traité ici. Le cas de plus de deux histoires de températures est traité en annexe (cf. Annexe II, paragraphe 4).

• *Méthode « des vitesses »*

Cette méthode tire son nom du fait qu'elle considère l'accroissement $d\alpha/dt$ du degré d'avancement. Des considérations de thermodynamique et de cinétique chimique associées à la loi d'Arrhenius (cf. équation (5)) permettent en effet d'écrire l'accroissement du degré d'avancement sous la forme:

$$\frac{d\alpha}{dt} = f(\alpha) \exp\left(-\frac{Ea}{RT}\right) \quad (13)$$

$f(\alpha)$: fonction qui ne dépend que du degré d'avancement α .

Pour une même valeur du degré d'avancement fixée α_0 , la loi d'Arrhenius permet d'écrire:

$$\begin{cases} \left(\frac{d\alpha}{dt}\right)_1(\alpha_0) = f(\alpha_0) \exp\left(-\frac{Ea}{RT_1(\alpha_0)}\right) \\ \left(\frac{d\alpha}{dt}\right)_2(\alpha_0) = f(\alpha_0) \exp\left(-\frac{Ea}{RT_2(\alpha_0)}\right) \end{cases} \quad (14)$$

$T_1(\alpha_0), T_2(\alpha_0)$: températures respectives des essais 1 et 2 pour $\alpha = \alpha_0$, en Kelvin.

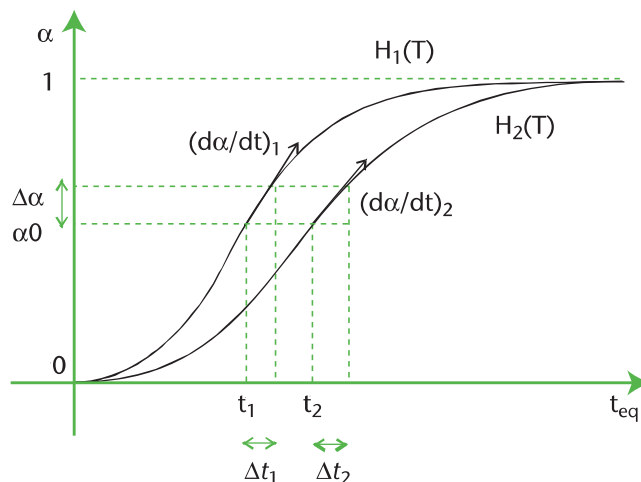
En éliminant $f(\alpha_0)$, entre les deux expressions, on obtient:

$$\left(\frac{d\alpha}{dt}\right)_1(\alpha_0) = \left(\frac{d\alpha}{dt}\right)_2(\alpha_0) \exp\left(-\frac{Ea}{R}\left(\frac{1}{T_1(\alpha_0)} - \frac{1}{T_2(\alpha_0)}\right)\right) \quad (15)$$

Cette relation permet de relier les vitesses instantanées pour une même valeur du degré d'avancement. D'où:

$$Ea(\alpha_0) = -\frac{R}{\frac{1}{T_1(\alpha_0)} - \frac{1}{T_2(\alpha_0)}} \ln \frac{\left(\frac{d\alpha}{dt}\right)_1(\alpha_0)}{\left(\frac{d\alpha}{dt}\right)_2(\alpha_0)} \quad (16)$$

Cette expression étant valable pour chaque valeur du degré d'avancement α_0 , on obtient une courbe d'évolution de l'énergie d'activation en fonction du degré d'avancement à travers l'analyse complète de deux essais. Les valeurs obtenues sont en quelque sorte des valeurs « instantanées ».



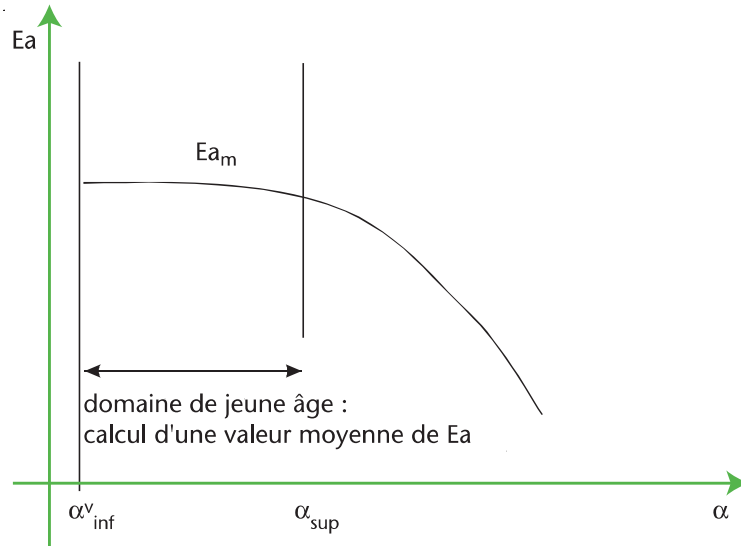
Les vitesses peuvent être approchées par les taux d'accroissement:

$$\frac{d\alpha}{dt} = \frac{\Delta\alpha}{\Delta t}$$

Pour une valeur de $\Delta\alpha$ donnée, on obtient alors :

$$Ea(\alpha_0) = \frac{-R}{\frac{1}{T_1(\alpha_0)} - \frac{1}{T_2(\alpha_0)}} \ln\left(\frac{\Delta t_2}{\Delta t_1}\right)$$

Les courbes obtenues sont en général, de la forme suivante:



On peut calculer une valeur moyenne de Ea au jeune âge à partir de la courbe d'évolution de Ea avec α . Cette valeur moyenne Ea_m est calculée sur un domaine plus ou moins étendu $[\alpha_{inf}^v, \alpha_{sup}]$ en fonction de la plage visée de résistances (cf. Annexe II)

Pour des valeurs de α très faibles (période dormante et début d'hydratation), les vitesses sont faibles. L'incertitude associée au calcul et aux valeurs de vitesses elles-mêmes, rend alors les valeurs de Ea non significatives. C'est pourquoi le calcul de Ea_m s'effectue à partir d'une valeur du degré d'avancement non nulle: α_{inf}^v (de l'ordre de 0.1) et jusqu'à une valeur α_{sup} correspondant à la borne supérieure de la plage visée de résistances. Toutefois, si la courbe $Ea(\alpha)$ est manifestement trop irrégulière sur le domaine $[\alpha_{inf}^v, \alpha_{sup}]$ (amplitude de variation supérieure à 10 kJ/mol), le choix d'une valeur moyenne de Ea n'est plus forcément pertinent. On se tournera alors vers la méthode de « superposition » ou on envisagera un modèle simple de variation de Ea avec α d'après la courbe obtenue précédemment. Dans ce dernier cas, le choix du modèle devra être justifié.

• **Méthode « de superposition »**

Cette méthode tire son nom du fait qu'elle consiste à déterminer une valeur constante de Ea , permettant de superposer « au mieux » deux courbes d'évolution de Ea en fonction de l'âge équivalent sur le domaine $[\alpha_{inf}, \alpha_{sup}]$. Les deux courbes correspondent à deux histoires de températures distinctes.

On adopte pour Ea la valeur minimisant l'ensemble des écarts entre les différents couples d'âges équivalents sur le domaine $[\alpha_{inf}, \alpha_{sup}]$. Le choix de Ea peut être réalisé visuellement mais sera préférablement guidé par une méthode numérique de type « moindres carrés ». Le domaine $[\alpha_{inf}, \alpha_{sup}]$ est défini en fonction de la plage visée de résistances³.

On note: t_{1i} et t_{2i} les âges réels de cure conduisant à une même valeur du degré d'avancement α_i (voir figure suivante). t_{eq1i} et t_{eq2i} sont les âges équivalents correspondants.

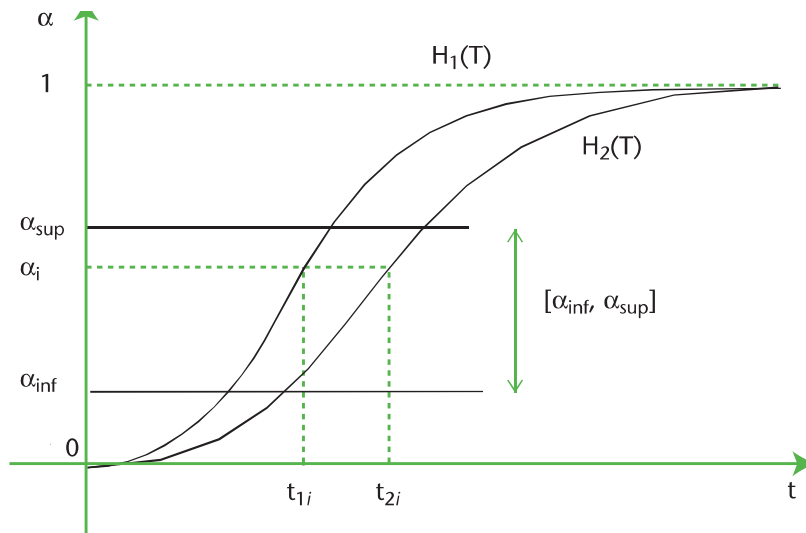
3. α_{inf} et α_{sup} sont les degrés d'hydratation correspondant aux limites de la plage visée de résistances (cf. Annexe II).

L'utilisation du critère des moindres carrés conduit à définir E_a de la manière suivante:

$$\min_{E_a} \left(\sum_{\alpha_i \in [\alpha_{inf}, \alpha_{sup}]} |t_{eq1i} - t_{eq2i}|^2 \right) \quad (17)$$

Avec:

$$t_{eq1i} - t_{eq2i} = \int_0^{t_{1i}} \exp\left(-\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T_1(\tau)} - \frac{1}{T_{réf}}\right)\right) d\tau - \int_0^{t_{2i}} \exp\left(-\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T_2(\tau)} - \frac{1}{T_{réf}}\right)\right) d\tau \quad (18)$$



• **Méthode « globale »**

Cette méthode est citée ici pour mémoire, mais a été délaissée au profit de la méthode de superposition et de celle des vitesses. Dans cette méthode, on cherche à superposer les courbes donnant α en fonction de l'âge équivalent à 20 °C non pas, comme dans la méthode de superposition, sur tout l'intervalle $[\alpha_{inf}; \alpha_{sup}]$, mais uniquement en un seul point correspondant à un degré d'avancement choisi α_0 . En pratique, cela consiste à déterminer la valeur constante de E_a permettant d'égaliser les deux âges équivalents correspondant aux histoires de températures des deux essais, pour la valeur du degré d'avancement fixée: α_0 .

$$0 = t_{eq1} - t_{eq2} = \int_0^{t_1} \exp\left(-\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T_1(\tau)} - \frac{1}{T_{réf}}\right)\right) d\tau - \int_0^{t_2} \exp\left(-\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T_2(\tau)} - \frac{1}{T_{réf}}\right)\right) d\tau \quad (19)$$

Ce calcul peut être conduit pour différentes valeurs de α_0 . On obtient alors une courbe de variation de E_a en fonction de α .

En particulier en conditions isothermes, on obtient directement E_a par la formule suivante:

$$E_a(\alpha_0) = \left(-\frac{R}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}} \right) \ln\left(\frac{t_2}{t_1}\right) \quad (20)$$

Remarque: La courbe obtenue par la méthode globale coïncide avec celle obtenue par la méthode des vitesses lorsque E_a ne dépend pas du degré d'avancement.

7.2.2 • La « courbe d'étalonnage » et la « courbe de référence » du béton

Pour obtenir la « courbe d'étalonnage », il suffit, en théorie, de connaître l'évolution de la résistance pour une histoire thermique connue. On transforme alors, pour chaque échéance de mesure de la résistance, l'âge réel du béton en âge équivalent à 20 °C à l'aide de la loi d'Arrhénius

et en utilisant la valeur de E_a préalablement déterminée. La courbe donnant la résistance du béton en fonction de l'âge équivalent à 20 °C ainsi déterminée représente la « courbe d'étalonnage » recherchée.

On notera que, si l'énergie d'activation a été déterminée en exploitant des résultats mécaniques par la méthode de superposition, la « courbe d'étalonnage⁴ » est disponible dès la fin de l'étape de superposition. Elle correspond à la courbe enveloppe inférieure des courbes superposées.

Dans la pratique, même pour une formule nominale constante, la résistance du béton est amenée à varier légèrement en fonction des aléas de production. Pour des raisons de sécurité, la « courbe de référence » définie à partir de la « courbe d'étalonnage », correspond alors aux valeurs caractéristiques minimales de la résistance du béton (valeurs garanties au cours de la production). Pour la déterminer, il faut prendre en compte plusieurs séries de résultats étalées dans les premières semaines de production. La première série conduit à la détermination de ce qu'on appelle la « courbe d'étalonnage » (cf. annexe II), qui est ensuite complétée par des « contrôles de conformité initiaux » (6 au minimum) pour donner finalement la courbe de référence du béton (cf. annexe III). Cette dernière est ensuite régulièrement validée par des « contrôles de conformité en cours de chantier » (cf. annexe III).

7.3 • Amélioration de la méthode : application aux bétons à période dormante longue _____

Dans le cas particulier de bétons à période dormante longue (cas de certains bétons fortement adjuvantés par exemple) un étalonnage légèrement différent de celui des cas courants peut éventuellement être envisagé, en distinguant la période dormante du reste de la vie du béton. L'instant de fin de période dormante correspond alors à un « temps caractéristique » t^* , au-delà duquel on applique la maturométrie de manière classique.

7.3.1 • Le « temps caractéristique » t^*

7.3.1.1 Définition et spécifications

Le temps caractéristique t^* est utilisé dans le cas des bétons à période dormante longue. Ce temps caractéristique marque approximativement la fin de la période dormante et le début du durcissement. Les spécifications qu'il doit respecter sont les suivantes :

- t^* doit être « mesurable » : il doit pouvoir être déterminé objectivement, c'est-à-dire avec une précision (répétabilité) satisfaisante.
- t^* doit être « significatif » du point de vue de la maturométrie : il doit traduire un état de maturité (degré d'hydratation repéré par une grandeur mécanique, calorimétrique, etc.) constant quelle que soit l'histoire de températures suivie par le matériau.
- t^* doit être « pertinent » : la possibilité d'appliquer la maturométrie de manière classique au delà de cet instant devra être vérifiée.

7.3.1.2. Détermination de t^* en temps réel dans l'ouvrage

Deux possibilités existent pour déterminer le temps t^* dans l'ouvrage :

- Le temps t^* peut être mesuré directement en temps réel et *in-situ* par un appareillage technique approprié.

4. À ce stade, cette courbe est appelée courbe d'étalonnage. Elle revêtira le nom de courbe de référence à l'issue des contrôles de conformité initiaux.

– L'évolution de t^* avec la température peut être également modélisée sur la base d'essais de laboratoire au cours desquels t^* est mesuré par un appareillage technique approprié. Par exemple, la loi d'Arrhenius peut être appliquée pendant la période dormante en associant à cette dernière une énergie d'activation particulière Ea_0 , *a priori* différente de celle caractérisant le durcissement au jeune âge⁵. Dans ce cas, il est nécessaire de passer par une étape d'étalonnage de Ea_0 avant utilisation du principe sur chantier.

• **Détermination de Ea_0 dans le cas d'une modélisation de t^* par la loi d'Arrhénius**

Comme dans le cas courant, le béton doit être soumis à au minimum deux histoires thermiques distinctes, mais cette fois-ci dès le début de la période dormante pour pouvoir déterminer Ea_0 . On fait l'hypothèse que les temps caractéristiques t_1^* et t_2^* relatifs aux deux histoires thermiques correspondent à une même valeur du degré d'avancement α^* et on applique sur l'intervalle $[0 ; \alpha^*]$, correspondant à la période dormante, la méthode globale présentée au troisième point du paragraphe 7.2.1.3.; en pratique, on cherche la valeur de Ea_0 telle que :

$$\int_0^{t_1^*} \exp\left(-\frac{Ea_0}{R}\left(\frac{1}{T_1(\tau)} - \frac{1}{T_{réf}}\right)\right) d\tau = \int_0^{t_2^*} \exp\left(-\frac{Ea_0}{R}\left(\frac{1}{T_2(\tau)} - \frac{1}{T_{réf}}\right)\right) d\tau \quad (21)$$

Lorsqu'il y a égalité entre les deux termes de l'équation précédente, la valeur correspondante représente l'âge équivalent à 20 °C (noté t_{eq}^*) auquel est atteint le degré d'avancement α^* . Cette valeur est ensuite utilisée avec Ea_0 pour prédire, sur chantier, la fin de la période dormante.

• **Prédiction de la fin de la période dormante sur chantier**

Une fois connues les valeurs de Ea_0 et t_{eq}^* , on peut, pour n'importe quelle histoire thermique suivie par le béton de l'ouvrage, calculer en temps réel, un âge équivalent t_{eq} pendant la période dormante :

$$t_{eq} = \int_0^t \exp\left(-\frac{Ea_0}{R}\left(\frac{1}{T(\tau)} - \frac{1}{T_{réf}}\right)\right) d\tau \quad (22)$$

Le calcul est ainsi conduit jusqu'à ce que t_{eq} soit égale à t_{eq}^* . Le temps t pour lequel l'égalité est atteinte correspond au temps caractéristique t^* .

7.3.2 • Détermination de l'énergie d'activation apparente après le temps t^*

Pour déterminer l'énergie d'activation apparente après le temps t^* , on peut appliquer les méthodes des vitesses ou de superposition.

7.3.2.1 Méthode « des vitesses »

L'introduction du temps caractéristique t^* ne modifie pas la détermination de l'énergie d'activation caractérisant la période de durcissement au jeune âge par la méthode des vitesses. En effet, cette dernière s'appuie sur le calcul de taux d'accroissement. Ainsi, prendre le temps caractéristique t^* comme origine des temps n'a aucune incidence sur les valeurs calculées de Ea . Seul l'intervalle $[\alpha_{inf}^V, \alpha_{sup}^V]$ sur lequel est calculé la moyenne de Ea peut changer. En effet, si la valeur de α^* correspondant à t^* est supérieure à α_{inf}^V (en général fixé arbitrairement à 0.1) l'intervalle de calcul devient $[\alpha^*, \alpha_{sup}^V]$.

Le calcul de l'âge équivalent commence au delà du temps caractéristique t_i^* :

$$t_{eq_i} = \int_{t_i^*}^t \exp\left(-\frac{Ea}{R}\left(\frac{1}{T_1(\tau)} - \frac{1}{T_{réf}}\right)\right) d\tau \quad (23)$$

5. On parle alors de « doublet » d'énergies d'activation apparentes : Ea_0 pour la période dormante et Ea pour la période qui suit, appelée « jeune âge ».

7.3.2.2 Méthode « de superposition »

La méthode de superposition s'applique comme dans le cas des bétons courants présenté au deuxième point du paragraphe 7.2.1.3 à la différence près que, pour chacune des histoires thermiques, le temps caractéristique t_i^* correspondant est pris comme origine des temps dans le calcul de l'âge équivalent dont l'expression est analogue à l'équation (23).

7.3.2.3 Méthode « globale »

De même que pour la méthode de superposition, la méthode globale s'applique comme présenté au troisième point du paragraphe 7.2.1.3 avec le temps caractéristique t^* pris comme origine des temps (t_i^* pour chaque histoire thermique). L'expression de l'âge équivalent est également analogue à (23).

7.3.3 • Détermination de la courbe de référence du béton

La courbe de référence se détermine dans le cas de bétons à période dormante longue exactement comme dans le cas de bétons courants, à ceci près que l'origine des âges équivalents à 20 °C correspond ici à la fin de la période dormante (et donc au degré d'avancement α^*).

Toujours comme pour les bétons courants, l'obtention de la courbe de référence définitive passe par l'élaboration d'une courbe d'étalonnage complétée par des contrôles de conformité initiaux et en cours de chantier (cf. paragraphe 7.2.2).

8

ANNEXE II – PROCÉDURES D'ÉTALONNAGE POUR L'OBTENTION DE L'ÉNERGIE D'ACTIVATION ET DE LA COURBE D'ÉTALONNAGE DU BÉTON

8.1. – Définitions des points critiques et de la plage visée de résistances

8.2. – Étalonnage préliminaire en laboratoire (facultatif)

8.2.1 – Représentativité de la formule testée au cours de l'étalonnage

8.2.2 – Voie mécanique

8.2.2.1 – Nature des essais

8.2.2.2 – Plan expérimental

8.2.2.3 – Exploitation des résultats mécaniques

8.2.3 – Voie thermique

8.2.3.1 – Essais calorimétriques pour la détermination de l'énergie d'activation apparente

8.2.3.2 – Essais mécaniques complémentaires pour l'estimation de la courbe d'étalonnage du béton

8.3. – Étalonnage sur chantier

8.3.1 – Représentativité de la formule testée au cours de l'étalonnage

8.3.2 – Nature des essais et plan expérimental

8.3.3 – Exploitation des résultats

8.3.4 – Domaine de validité de l'énergie d'activation apparente et de la courbe d'étalonnage du béton

8.4. – Organigrammes des différentes étapes d'étalonnage

8.4.1 – niveau 1 : Vue d'ensemble de la procédure d'étalonnage

8.4.2 – niveau 2 : Exploitation des résultats d'essais

8.4.3 – niveau 3 : Distinction entre période dormante et jeune âge

Cette annexe a pour objectif de décrire les procédures d'étalonnage d'une formule de béton en vue de l'application de la maturométrie à cette formule sur chantier. Une fois définie la plage visée de résistance, l'étalonnage consiste à réaliser et exploiter des essais sur chantier qui peuvent avoir été précédés par des essais préliminaires en laboratoire.

Le résultat de l'étalonnage se compose de la courbe d'étalonnage¹ de la formule de béton étudiée et de son énergie d'activation apparente. Ces résultats ne sont valides que sur des domaines de température et de résistance limités qui dépendent de ceux couverts au cours de l'étalonnage.

8.1 • Définitions des points critiques et de la plage visée de résistances

Quelle que soit la voie expérimentale choisie, mécanique ou thermique, pour déterminer l'énergie d'activation apparente du béton, la présente démarche s'inscrit dans le cadre générale de la maturométrie qui a vocation à estimer la résistance du béton en certains points dits « critiques » d'un ouvrage: ces points sont ceux où des valeurs de résistance doivent être atteintes avant de mener à bien une action donnée (décoffrage, mise en tension de la précontrainte, etc..). Ces valeurs de résistance R_{c_i} sont appelées valeurs « cibles » et sont généralement communiquées par le bureau d'études. Pour couvrir ce domaine utile de résistance, on s'intéresse dans la suite à une plage $[R_{c_{inf}}; R_{c_{sup}}]$ s'étendant de la plus basse des résistances cibles diminuée de 5 MPa jusqu'à la plus haute augmentée de 5 MPa. Cette plage $[R_{c_{inf}}; R_{c_{sup}}]$ est intitulée « plage visée de résistances ».

Valeurs cibles définies par le bureau d'étude:

$R_{c_1}, R_{c_2}, \dots, R_{c_n}$

Borne inférieure de la plage visée de résistances:

$R_{c_{inf}} = (\text{valeur minimale des } R_{c_i}) - 5 \text{ MPa}$

Borne supérieure de la plage visée de résistances:

$R_{c_{sup}} = (\text{valeur maximale des } R_{c_i}) + 5 \text{ MPa}$

En règle générale, il est préférable que la plus grande des valeurs cibles — voire la borne supérieure de la plage visée de résistances ($R_{c_{sup}}$) — n'excède pas la moitié de la valeur de la résistance du béton à 28 jours.

8.2 • Étalonnage préliminaire en laboratoire (facultatif)

Sont ici décrites les méthodes expérimentales à mettre en œuvre pour obtenir les données nécessaires à la détermination de la valeur de l'énergie d'activation apparente — et éventuellement de la courbe d'étalonnage — du béton lors d'un étalonnage préliminaire en laboratoire. Ces résultats ne sont en rien définitifs puisque ne seront finalement retenus que l'énergie d'activation apparente et la courbe d'étalonnage déterminées en intégrant les résultats des essais d'étalonnage sur chantier. Cependant, cet étalonnage préliminaire permet de se faire une première idée de l'énergie d'activation apparente et de la courbe d'étalonnage du béton et peut s'avérer utile par exemple pour effectuer des simulations avant l'étalonnage sur chantier.

Les données nécessaires se présentent sous la forme d'enregistrements, au cours du temps, d'une caractéristique du béton représentative de sa maturité, et ce pour différentes histoires thermiques du béton. Pour l'énergie d'activation apparente, et dans le cas présent d'un étalonnage préliminaire en laboratoire, ces caractéristiques peuvent être de deux types: la résistance en compres-

1. La courbe d'étalonnage du béton deviendra la courbe de référence du béton une fois effectués les contrôles de conformité initiaux (voir annexe I).

sion ou la chaleur produite. Pour la courbe d'étalonnage, l'obtention de données mécaniques est dans tous les cas indispensable.

Dans ce qui suit, sont présentées dans le détail les procédures à suivre selon le type d'essai utilisé pour la détermination de l'énergie d'activation apparente :

- VOIE MÉCANIQUE (essais de résistance en compression)
- VOIE THERMIQUE (essais calorimétriques)

8.2.1 • Représentativité de la formule testée au cours de l'étalonnage

Le béton testé au cours de l'étalonnage doit être représentatif de celui qui sera mis en œuvre sur chantier. Cette représentativité concerne :

- la formule: il peut s'agir soit de la formule effectivement prévue pour le chantier, soit d'une formule de mortier de béton équivalent (MBE)²,
- la procédure de malaxage: la durée de malaxage doit permettre d'obtenir un béton homogène, d'une qualité similaire à celle du béton dans l'ouvrage,
- la plage de température en cours de murissement: les plages testées doivent correspondre à celles que balaira effectivement le béton dans l'ouvrage³, que ce soit pendant la période dormante ou au jeune âge.

8.2.2 • Voie mécanique

On considère ici le suivi de la maturité par l'intermédiaire de la résistance en compression du béton. Cette méthode présente l'avantage, par rapport à la voie thermique, de mener en une seule opération la détermination de l'énergie d'activation apparente et de la courbe d'étalonnage du béton. Elle est, en revanche, plus lourde à mettre en œuvre (essais sur béton en grand nombre, horaires parfois en dehors des plages usuelles).

On cherche donc à obtenir des courbes de montée en résistance pour différentes histoires thermiques du béton. Le domaine de résistance à étudier est la « plage visée de résistances »⁴.

8.2.2.1 Nature des essais

Ce sont les essais habituels de compression sur éprouvettes de béton durci. Ils doivent respecter les prescriptions de la normalisation en vigueur⁵. Néanmoins, en raison des particularités des conditions expérimentales décrites ci-après, il est possible de déroger aux règles relatives à la taille des éprouvettes, à leur conservation ainsi qu'à leur surfaçage, sans toutefois sortir des limites données ci-après.

8.2.2.2 Plan expérimental

• Fabrication du béton

Le béton doit être fabriqué en respectant scrupuleusement la formule, et dans la mesure du possible le mode opératoire, qu'il est prévu d'utiliser sur chantier.

2. L'utilisation du MBE n'est possible qu'en calorimétrie. Dans le cas d'essais mécaniques, ceux-ci doivent être effectués sur béton. Pour le calcul du MBE, voir [Geoffray 1998, Schwartzentruber et Catherine 2000] ou tout autre mode de calcul sous réserve de justification (par exemple [Chanvillard et D'Aloia 1996]).

3. Ces plages peuvent éventuellement être estimées à partir de simulations thermiques en utilisant des valeurs approchées pour l'énergie d'activation apparente.

4. Voir paragraphe 8.1.

5. Norme NF P 18-406.

• Confection des éprouvettes

Des éprouvettes sont confectionnées conformément à la normalisation en vigueur⁶. Le type des éprouvettes, cubique ou cylindrique, ainsi que la nature du moule, doivent être les mêmes que ceux utilisés pour les contrôles du chantier.

Le format du moule à employer dépend de la dimension D du plus gros granulat, conformément à la normalisation en vigueur⁷. L'utilisation de moules cylindriques 11 × 22 cm ou cubiques 10 × 10 × 10 cm est néanmoins tolérée pour des granulats de dimension D supérieure à 16 mm mais n'excédant pas 25 mm.

Le nombre d'éprouvettes à prévoir dépend du nombre de modes de conservation, des échéances de casse prévues et du nombre d'éprouvettes à casser à chaque échéance.

Échéances

Pour chacun des modes de conservation (voir ci-dessous), les échéances de casse à prévoir (*non comprises* les échéances éventuellement contractuelles, par exemple à 28 jours) sont :

- quelques échéances entre la prise et le bas de la plage visée de résistances,
- de 8 à 10 échéances réparties de façon à couvrir la plage visée (mais avec une densité plus importante autour des valeurs cibles de résistance si la plage est très étendue),
- quelques échéances au-delà de cette plage.

De façon indicative, la couverture de la plage de résistance à 20 °C correspond en général à une échéance par période d'une ou deux heures, sauf dans le cas de bétons très rapides (montée en résistance supérieure à 5 MPa/h) pour lesquels la fréquence est augmentée à une échéance par demi-heure environ. Ces fréquences sont ensuite adaptées en fonction de la valeur prévue pour l'énergie d'activation apparente de la formule et du niveau de température de l'histoire thermique imposée.

Nombres d'éprouvettes par échéance

Tant que le bas de la plage n'est pas atteint, on peut se limiter à la casse d'une seule éprouvette par échéance. Dès que la plage est atteinte, au minimum 2 éprouvettes (idéalement 3) doivent être testées à chaque échéance. Toutefois, dans le cas de l'utilisation de moules cylindriques 11 × 22 ou cubiques 10 × 10 × 10 avec un granulat de dimension D supérieure à 16 mm, le nombre d'éprouvettes testées à chaque échéance doit être impérativement de 3. Le plan expérimental comporte donc, dans le cas général, au minimum 20 éprouvettes par mode de conservation.

• Modes de conservation des éprouvettes et enregistrements de température

Le plan expérimental doit prévoir différents modes de conservation (au minimum deux) conduisant à imposer aux éprouvettes des histoires thermiques distinctes, dont l'enveloppe doit contenir les courbes de température des points sensibles de l'ouvrage. Pour chaque histoire thermique, les conditions de conservation doivent permettre d'assurer une bonne homogénéité de la température dans chaque éprouvette ainsi que dans l'ensemble du lot suivi.

Un écart de l'ordre de 10 °C doit intervenir le plus tôt possible entre les histoires thermiques du béton des deux modes de conservation extrêmes. Dans le cas particulier de bétons à période dormante longue (bétons adjuvantés,...), cette différenciation des histoires thermiques du béton doit avoir lieu impérativement moins de deux heures après le gâchage. L'écart de 10 °C environ doit ensuite se maintenir au moins jusqu'aux maximums des courbes de température lorsque les conditions ne sont pas isothermes.

Un enregistrement de la température du cœur des éprouvettes doit être effectué dès la fin de la confection et pour chacun des modes de conservation. L'enregistrement doit être réalisé à partir d'une ou de plusieurs éprouvettes représentatives du mode de conservation, et avec une précision adéquate⁸. L'écart maximal de température entre deux éprouvettes placées dans un même mode de conservation doit être au maximum de l'ordre de 1 à 2 °C.

Les éprouvettes doivent être conservées dans leurs moules, même au delà de 24 heures, jusqu'à leur préparation avant mesure.

6. Norme NF P 18-404.

7. id.

8. Voir MATÉRIEL paragraphe 4.3.

- **Préparation des éprouvettes avant mesure**

Pour les éprouvettes cylindriques, la préparation se fait soit par surfaçage au soufre, soit par utilisation de la boîte à sable, soit par lapidage. Pour les éprouvettes cubiques, il n'y a pas de préparation particulière (on utilise deux surfaces parallèles moulées). La durée séparant la sortie des éprouvettes de leur lieu de conservation et la casse ne doit pas excéder 15 minutes. En cas de surfaçage au soufre, la durée de durcissement du soufre est réduite en conséquence.

Le mode de préparation doit être le même pour toute la durée de l'étude, ce qui peut conduire à exclure le lapidage lorsque la valeur basse de la plage visée de résistances est trop faible.

- **Mesure de la résistance en compression**

La mesure de résistance en compression (vitesse de montée en charge, etc.) se fait conformément à la normalisation en vigueur⁹.

8.2.2.3 Exploitation des résultats mécaniques

L'exploitation des résultats permet d'avoir une première estimation de la courbe d'étalonnage et de l'énergie d'activation apparente du béton, les valeurs définitives étant obtenues à l'issue de l'étalonnage sur chantier. L'exploitation se fait par la méthode de superposition¹⁰ présentée dans l'annexe I. On distingue le cas des bétons à période dormante longue¹¹ de celui des bétons courants.

- **Cas des bétons courants**

Les résultats se présentent sous la forme de couples d'enregistrements (autant qu'il y a d'histoires thermiques différentes):

- valeurs de résistance en compression à différentes échéances;
- courbe de température correspondante (éventuellement courbe moyenne si l'enregistrement a concerné plusieurs éprouvettes).

À l'exception des points manifestement aberrants qui doivent être écartés¹², toutes les valeurs de résistance en compression situées dans la plage visée de résistances sont exploitables, les points situés à l'intérieur étant à privilégier par rapport à ceux situés en dessous.

Rappel de la méthode de superposition:

- L'énergie d'activation est d'abord fixée à une valeur initiale de façon à pouvoir calculer l'âge équivalent du béton à chacune des échéances de casse des différentes histoires thermiques.
- puis les différentes courbes donnant la résistance en fonction de l'âge équivalent sont figurées pour les différentes histoires thermiques sur un même graphe.
- et enfin l'énergie d'activation est faite varier de façon à réduire l'écart entre ces courbes.

La valeur recherchée de l'énergie d'activation apparente est celle minimisant l'écart entre les courbes sur la plage visée de résistances (méthode des moindres carrés par exemple). La courbe enveloppe inférieure du fuseau de courbes expérimentales constitue l'estimation recherchée de la courbe d'étalonnage. Des exemples d'exploitation de résultats sont donnés en annexe IV.

- **Cas des bétons à période dormante longue¹³**

En plus des résultats obtenus pour les bétons courants (enregistrement de résistance et de température au cours du temps), on a ici, pour chacune des histoires thermiques, l'âge t^* correspondant approximativement à la fin de la période dormante. Ces âges t^* ont été déterminés en respectant les spécifications de l'annexe I (mesurés *in situ* ou donnés par un modèle prédictif, éventuellement basé sur une énergie d'activation propre à la période dormante).

9. Norme NF P 18-406.

10. Seule méthode adaptée pour l'exploitation de résultats d'essais mécaniques.

11. Voir Annexe I.

12. Par « manifestement aberrants », on entend les points sortant significativement du nuage de points $[t ; R_c(t)]$ correspondant à un mode de conservation donné.

13. Voir Annexe I.

Pour l'exploitation des résultats, on ne considère que les mesures effectuées, pour chacune des histoires thermiques, au-delà de l'âge t^* correspondant. Les âges de ces mesures sont ensuite diminués de la valeur t^* (décalage de l'origine des temps).

On exploite ensuite ces données comme dans le cas des bétons courants. Des exemples d'exploitation de résultats sont donnés en annexe IV.

8.2.3 • Voie thermique

On considère ici, pour la détermination de l'énergie d'activation apparente, le suivi de la maturité par l'intermédiaire de la chaleur dégagée par le béton en cours de durcissement. On cherche donc à obtenir des courbes de dégagement de chaleur pour différentes histoires thermiques du béton. Pour la construction de la courbe d'étalonnage, des essais mécaniques complémentaires peuvent être effectués en laboratoire. Ils sont facultatifs puisque des essais mécaniques seront de toute façon réalisés lors de l'étalonnage sur chantier.

8.2.3.1 Essais calorimétriques pour la détermination de l'énergie d'activation apparente

• Nature des essais

Ce sont des essais calorimétriques effectués sur béton ou sur mortier de béton équivalent¹⁴ (MBE). Le calorimètre est isotherme, semi-adiabatique ou adiabatique :

- isotherme: l'échantillon est placé dans une ambiance régulée qui assure en son sein une température homogène et constante au cours du temps;
- semi-adiabatique: l'échantillon est placé dans une enceinte l'isolant partiellement de son environnement d'un point de vue thermique;
- adiabatique: l'échantillon est, du point de vue thermique, complètement isolé de son environnement de façon à ce que le flux de chaleur traversant sa surface soit constamment nul.

Selon la géométrie de la partie concernée de l'ouvrage à construire, on pourra préférer :

- pour une pièce fine (20 cm ou moins de plus petite dimension), la calorimétrie isotherme,
- pour une pièce moyenne (autour de 40 cm de plus petite dimension), la calorimétrie semi-adiabatique,
- pour une pièce massive (60 cm ou plus de plus petite dimension), la calorimétrie adiabatique.

• Plan expérimental:

aspects particuliers de chacune des techniques calorimétriques

Pour les trois techniques citées, l'élévation de température (ΔT) du béton en cours de durcissement est proportionnelle à la différence entre la chaleur produite par l'hydratation (Q_h) et la chaleur fournie au milieu environnant ou chaleur perdue (Q_p). Le facteur de proportionnalité est la capacité thermique (C^{th}) du béton :

$$C^{th} \cdot \Delta T = Q_h - Q_p$$

Dans cette équation :

C^{th} est exprimée en J/g/K
 ΔT K
 Q_h et Q_p sont exprimées en J/g

Exprimée en flux de chaleur (Φ), cette relation devient :

$$C^{th} \cdot \dot{T} = \Phi_h - \Phi_p$$

où \dot{T} est la dérivée de la température (en K/h),
 Φ_h et Φ_p sont les flux (dérivées) associés aux quantités de chaleur Q_h et Q_p (en J/g/h).

La calorimétrie isotherme

On mesure ici le flux de chaleur (Φ_h) dégagée par l'éprouvette, égal au flux (Φ_p) absorbé par l'environnement pour maintenir constante la température de l'éprouvette :

$$T = \text{constante} \Rightarrow \dot{T} = 0 \Rightarrow \Phi_h = \Phi_p$$

14. Voir note 2.

La quantité de chaleur (Q_h) dégagée par l'éprouvette est obtenue par intégration de ce flux. Dans cette famille d'appareils, on peut citer le calorimètre isotherme pour béton développé au L.A.M.H. de l'Université d'Artois [Kada-Benameur 2000].

Les éprouvettes doivent être de taille moyenne de façon à, à la fois, assurer leur représentativité et garantir un profil quasi isotherme dans la section (exemple: éprouvettes cylindriques 11×22 cm ou prismatiques $9 \times 9 \times 16$ cm pour le calorimètre du L.A.M.H.). Pour toute température d'essai comprise dans la plage utile du calorimètre, la température de l'éprouvette doit rester constante (à ± 2 °C près) pendant toute la durée de l'essai, dans une plage de température allant de 5 à 50 °C. Pour obtenir la précision souhaitée, les mesures de flux ne doivent pas être séparées de plus de 15 à 20 minutes.

La calorimétrie semi-adiabatique

On mesure ici la température de l'éprouvette. La quantité de chaleur (Q_h) dégagée par l'éprouvette est calculée en sommant la quantité de chaleur accumulée dans l'éprouvette et la chaleur absorbée par le milieu environnant. La première est proportionnelle à l'élévation de température de l'éprouvette, la seconde est mesurée par fluxmétrie ou calculée en fonction de l'écart de température entre l'éprouvette et le milieu environnant:

$$Q_h = C^{th} \cdot \Delta T + Q_p = C^{th} \cdot [T - T(0)] + Q_p$$

Parmi les calorimètres de cette famille, on peut citer le calorimètre QAB sur béton du L.C.P.C. [Gluais 1985] ou la bouteille de Langavant sur mortier (décrite dans la norme NF 15-436).

Le milieu environnant doit être régulé à la température initiale prévue pour l'essai. En l'absence d'information sur ce sujet, on admettra que les coefficients d'échange du calorimètre (généralement étalonné pour une température d'ambiance de 20 °C) sont également valables quelle que soit la température d'ambiance au moment de l'essai.

Pour obtenir la précision souhaitée, les mesures de température ne doivent pas être séparées de plus de 15 à 20 minutes.

La calorimétrie adiabatique

On mesure ici la température de l'éprouvette. La quantité de chaleur dégagée par l'éprouvette est proportionnelle à l'élévation de température de l'éprouvette:

$$Q_p = 0 \text{ donc } Q_h = C^{th} \cdot \Delta T$$

Le calorimètre de type « C.E.R.I.L.H. » pour béton du L.C.P.C. [Alegre 1961] entre dans cette catégorie.

Le flux gagné ou perdu par l'éprouvette doit être limité de façon à garantir une dérive en température inférieure à 0,2 °C/jour environ pour une éprouvette inerte chauffée à 60 °C. En outre, pour obtenir la précision souhaitée, les mesures de température ne doivent pas être séparées de plus de 15 à 20 minutes.

• Plan expérimental: aspects communs aux différentes techniques calorimétriques

Plage de chaleur à étudier

La plage de chaleur à étudier, et donc à couvrir lors des essais calorimétriques, est celle correspondant à la plage visée de résistances définie au paragraphe 8.1. En pratique, les enregistrements de chaleur commencent immédiatement après la gâchée et se poursuivent jusqu'à avoir atteint la valeur Q_{sup} donnée par la formule suivante [Broda et al. 2000]:

$$Q_{sup} = Q(\infty) \cdot \left(0,16 + 0,88 \cdot \frac{Rc_{sup}}{Rc28} \right)$$

où $Q(\infty)$ est la chaleur théorique dégagée à un temps infini (obtenue par extrapolation ou, à défaut, prise égale à 3,5 fois la valeur de Q au point d'inflexion de la courbe de chaleur *i.e.* au point de dérivée maximum),

Rc_{sup} est la borne supérieure de la plage visée de résistance définie au paragraphe 8.1.

$Rc28$ est la résistance à 28 jours du béton.

Des exemples de calcul de Q_{sup} sont donnés en annexe IV.

Fabrication du béton (ou du mortier de béton équivalent)

Dans le cas d'essais sur béton, ce dernier doit être fabriqué en respectant scrupuleusement la formule, et dans la mesure du possible le mode opératoire, qu'il est prévu d'utiliser sur chantier. Si les essais sont effectués sur mortier de béton équivalent, la construction de la formule correspondante à partir de la formule utilisée sur chantier, et la fabrication du mortier, doivent suivre les recommandations spécifiques à cette méthode.

Les matériaux sont conservés à la température nécessaire pour qu'une fois le béton ou le mortier confectionné, ce dernier soit à une température égale, à ± 2 °C près, à celle du calorimètre¹⁵.

Confection des éprouvettes

La taille des éprouvettes est choisie pour rendre ces dernières représentatives du matériau testé (exemple: éprouvettes cylindriques 16 × 32 cm dans l'essai QAB sur béton, 6 × 20 cm dans l'essai à la bouteille de Langavant sur mortier).

Le nombre d'éprouvettes testées pour chaque histoire thermique (voir ci-dessous) est choisi de façon à obtenir, sur la valeur de la chaleur mesurée, un intervalle de confiance (à 95 %) d'au maximum ± 10 % relatifs (valeur moyenne sur la durée de l'essai). En conséquence, sous réserve d'une répétabilité satisfaisante de l'essai, le nombre d'éprouvettes pourra être réduit à 1.

Différenciation des histoires thermiques et enregistrement de température

Le plan expérimental doit prévoir différentes (au moins deux) températures de fabrication du béton ou du mortier de façon à imposer aux éprouvettes des histoires thermiques différentes, dont l'enveloppe doit contenir les courbes de température des points sensibles de l'ouvrage pendant 48 heures au moins. Toutefois, dans le cas d'essais isothermes, si les histoires thermiques des points sensibles dépassent 50 °C, on limitera la température de l'essai à cette valeur (au-delà, la représentativité du béton mis en place n'est a priori plus assurée). Pour chaque histoire thermique, les conditions de conservation doivent permettre d'assurer une bonne homogénéité de la température dans chaque éprouvette (ainsi que dans l'ensemble du lot suivi si plus d'une éprouvette est concernée).

Pour appréhender correctement les effets de la température sur la cinétique de la période dormante du béton ou du mortier, il est recommandé d'avoir, immédiatement après gâchée, au moins 10 °C d'écart entre les histoires thermiques extrêmes.

L'enregistrement de la température du béton doit être effectué au cœur de l'éprouvette dès la mise en place dans le calorimètre et avec une précision inférieure à 0,5 °C.

Durée de l'essai

Pour les essais remplissant au moins l'une des conditions suivantes, la durée de l'essai ne devra pas être inférieure à 72 heures:

- calorimétrie isotherme
- calorimétrie semi-adiabatique avec une température initiale inférieure à 10 °C
- essai sur mortier ou béton dont le liant est à base de ciment « lent » (CEM III ou CEM V)
- essai sur mortier ou béton comportant un retardateur de prise ou de durcissement

Dans les autres cas, la durée de l'essai pourra être réduite à 48 heures. Quoi qu'il en soit, cette durée devra permettre de couvrir l'intégralité de la plage de chaleur à étudier qu'on déterminera en fonction de la plage visée de résistances (voir ci-dessous).

• Exploitation des résultats

Deux méthodes d'exploitation sont évoquées dans la partie théorique¹⁶: la méthode dite « des vitesses » et celle dite « de superposition ». On retiendra que la méthode des vitesses est essentiellement un outil d'analyse et qu'en pratique la méthode la plus utilisée pour déterminer l'énergie d'activation apparente est la méthode de superposition. La méthode des vitesses vient parfois compléter la méthode de superposition en confirmant la valeur obtenue, ou en expliquant

15. Le mode opératoire doit prévoir les corrections adéquates à apporter au moment de l'exploitation des résultats dans le cas où, après malaxage, la température de l'échantillon serait différente de celle du calorimètre de plus de 2 °C (voir mode opératoire de la technique utilisée).

16. Voir annexe I.

une mauvaise qualité de superposition des courbes par une forte variation de E_a en fonction de la chaleur dégagée, ou bien encore en révélant, le cas échéant, la nécessité d'utiliser un doublet d'énergies d'activation apparentes¹⁷... Il est donc le plus souvent intéressant d'appliquer les deux méthodes. Elles sont présentées ci-dessous en distinguant, comme précédemment, les bétons classiques des bétons à longue période dormante.

Le dernier paragraphe rappelle la procédure à suivre pour, ensuite, déterminer la courbe d'étalonnage du béton, qui deviendra la courbe de référence après les contrôles de conformité nécessaires (voir annexe III).

Cas des bétons courants

Les résultats se présentent là aussi sous la forme de couples d'enregistrements (autant qu'il y a d'histoires thermiques différentes):

- courbe de chaleur en fonction de l'âge du béton ou du mortier;
- courbe de température correspondante.

a. Méthode des vitesses

Pour appliquer cette méthode, il faut calculer la dérivée de la courbe de chaleur aux différentes échéances d'enregistrement. On peut calculer ces valeurs dérivées par différentes méthodes: pente de la corde, pente d'une droite de régression glissante sur $2n + 1$ points (du $n^{\text{ième}}$ point avant le point considéré au $n^{\text{ième}}$ point après, n supérieur ou égal à 1); pente de la parabole passant par le point considéré, le point précédent et le point suivant...

Une fois calculée la dérivée aux différentes échéances de mesure, on construit la courbe E_a en fonction de Q à l'aide de la formule donnée en annexe I (deux histoires thermiques) ou par la méthode de Carino¹⁸ (trois histoires thermiques et plus).

La valeur de l'énergie d'activation recherchée se calcule alors en effectuant la moyenne des valeurs de $E_a = f(Q)$ sur un intervalle $[Q_{\text{inf}}^V ; Q_{\text{sup}}]$:

- Pour Q_{inf}^V , on prendra une valeur égale à 10 % de la valeur finale $Q(\infty)$ (voir ci-dessus).
- La valeur à prendre pour Q_{sup} est celle calculée ci-dessus.

Toutefois, si la courbe $E_a = f(Q)$ est manifestement trop irrégulière sur l'intervalle considéré (amplitude de variation supérieure à 10 kJ/mol), le choix d'une valeur moyenne de E_a n'est plus forcément pertinent (voir annexe I).

Des exemples d'exploitation de résultats sont donnés en annexe IV.

b. Méthode de superposition

L'application de cette méthode se fait comme pour l'exploitation de données mécaniques, en cherchant la valeur de E_a minimisant, sur l'intervalle de chaleur $[Q_{\text{inf}} ; Q_{\text{sup}}]$, l'écart entre les courbes donnant la chaleur en fonction de l'âge équivalent. La borne supérieure Q_{sup} est celle calculée ci-dessus. La borne inférieure Q_{inf} se calcule de la même façon en remplaçant la valeur $R_{C_{\text{sup}}}$ de la borne supérieure de la plage de résistances visée par la valeur $R_{C_{\text{inf}}}$ de la borne inférieure de la même plage définie au paragraphe 8.1.

$$Q_{\text{inf}} = Q(\infty) \cdot \left(0,16 + 0,88 \cdot \frac{R_{C_{\text{inf}}}}{R_{C28}} \right)$$

Pour les significations de $Q(\infty)$ et R_{C28} , se reporter ci-dessus. Des exemples de calcul de Q_{sup} et Q_{inf} sont donnés en annexe IV.

17. La méthode des vitesses n'intègre pas la période dormante alors que celle de superposition englobe période dormante et jeune âge. Si les valeurs obtenues par les deux méthodes sont très différentes, cela peut signifier que l'énergie d'activation n'est pas identique sur les deux périodes en question.

18. Voir exemple en annexe IV.

Cas des bétons à période dormante longue¹⁹

On procède ici exactement comme pour l'exploitation des données mécaniques en ne considérant que les résultats des mesures effectuées après l'âge t^* et en procédant à un décalage de l'origine des temps en retranchant, pour chaque histoire thermique, la valeur t^* aux échéances de mesure. Les deux méthodes précédentes, vitesse et superposition, s'appliquent ensuite aux données ainsi obtenues. Des exemples d'exploitation de résultats sont donnés en annexe IV. On notera que la distinction entre période dormante et jeune âge ne modifie pas le calcul des valeurs $E_a(Q)$ dans la méthode des vitesses mais peut permettre d'améliorer la superposition des courbes en fonction de l'âge équivalent.

8.2.3.2 Essais mécaniques complémentaires pour l'estimation de la courbe d'étalonnage du béton

Les résultats d'essais calorimétriques d'étalonnage en laboratoire ne permettent de déterminer que la valeur de l'énergie d'activation apparente du béton. Si l'on souhaite également, lors de cette étape préliminaire, avoir une estimation de la courbe d'étalonnage du béton, il est alors possible d'effectuer des essais mécaniques complémentaires, sachant que pour construire la courbe d'étalonnage, qui deviendra la courbe de référence après les contrôles de conformité nécessaires, des essais mécaniques devront de toute façon être réalisés lors de l'étalonnage sur chantier.

Nature des essais complémentaires et plan expérimental

Les essais doivent être réalisés en suivant les prescriptions du paragraphe 8.2.2 sachant qu'une seule histoire thermique est ici suffisante pour avoir une première estimation de la courbe d'étalonnage.

Exploitation des résultats d'essais

L'exploitation des résultats mécaniques se fait en transformant, pour chaque échéance de mesure de la résistance, l'âge réel du béton en âge équivalent à 20 °C à l'aide de la loi d'Arrhénius et en utilisant la valeur de E_a préalablement déterminée. La courbe donnant la résistance en fonction de l'âge équivalent constitue une première estimation de la courbe d'étalonnage du béton. Ces résultats seront, par la suite, exploités conjointement avec les résultats de l'étalonnage sur chantier pour déterminer la courbe d'étalonnage définitive du béton.

8.3 • Étalonnage sur chantier

On voit ici les méthodes expérimentales à mettre en œuvre pour obtenir les données nécessaires à la détermination de la valeur de l'énergie d'activation apparente et de la courbe d'étalonnage du béton lors de l'étalonnage sur chantier. Ces données se présentent sous la forme du suivi dans le temps de la résistance en compression du béton placé dans différentes conditions de conservation.

8.3.1 • Représentativité de la formule testée au cours de l'étalonnage

Le béton testé au cours de l'étalonnage doit être représentatif de celui qui sera mis en œuvre dans l'ouvrage. Cette représentativité concerne:

- la formule et la procédure de malaxage: celles-ci doivent être les mêmes que celles utilisées pour l'ouvrage,
- la plage de température en cours de murissement: les plages testées doivent correspondre à celles que balaira effectivement le béton dans l'ouvrage²⁰, que ce soit pendant la période dormante ou au jeune âge.

19. Voir Annexe I.

20. Ces plages peuvent éventuellement être estimées à partir de simulations thermiques en utilisant des valeurs approchées pour l'énergie d'activation apparente.

8.3.2 • Nature des essais et plan expérimental

Les essais à effectuer sont les mêmes que ceux présentés au paragraphe 8.2.2. pour l'étalonnage préliminaire facultatif en laboratoire. Il est nécessaire, en particulier, de suivre le développement des résistances du béton pour deux histoires thermiques distinctes.

8.3.3 • Exploitation des résultats

L'exploitation concerne les résultats de l'étalonnage sur chantier, mais si des résultats mécaniques ont été obtenus au cours d'un étalonnage préliminaire (facultatif) en laboratoire, ceux-ci peuvent être ajoutés aux résultats de l'étalonnage sur chantier pour une exploitation conjointe. Celle-ci se fait par la méthode de superposition présentée dans l'annexe I.

À noter qu'on peut à tout moment, moyennant les essais nécessaires, choisir de distinguer le cas des bétons à période dormante longue de celui des bétons courants²¹.

Dans le cas où un étalonnage préliminaire a effectivement eu lieu, on procède en une, deux ou trois par étapes; en l'absence d'étalonnage préliminaire, on passe directement à la troisième étape:

- Dans la première étape, on fait figurer sur un graphique l'ensemble des résistances mesurées (du chantier et éventuellement du laboratoire) en fonction de l'âge équivalent calculé à l'aide de l'énergie d'activation apparente déterminée en laboratoire (E_a labo.). Si la qualité de superposition est jugée satisfaisante, la courbe d'étalonnage à retenir est la courbe enveloppe inférieure du fuseau de l'ensemble des courbes expérimentales, et la valeur de E_a est E_a labo.; si la qualité de superposition n'est pas satisfaisante, on passe à l'étape suivante.
- Dans la deuxième étape, on abandonne la valeur de E_a labo. obtenue auparavant. Si aucun résultat mécanique n'est disponible de l'étalonnage préliminaire en laboratoire, on passe à l'étape suivante. Dans le cas où, par contre, l'étalonnage préliminaire incluait des essais mécaniques, on exploite l'ensemble des résultats mécaniques de laboratoire et de chantier pour obtenir une nouvelle valeur d'énergie d'activation apparente: E_a labo./chantier. Si la qualité de superposition est jugée satisfaisante, la courbe d'étalonnage à retenir est la courbe enveloppe inférieure du fuseau des courbes expérimentales, la valeur de E_a étant E_a labo./chantier; si la qualité de superposition n'est toujours pas satisfaisante, on abandonne les résultats mécaniques obtenus lors de l'étalonnage et on passe à l'étape suivante.
- Dans la troisième et dernière étape, seuls sont à exploiter²² les résultats « chantier ».

8.3.4 • Domaine de validité de l'énergie d'activation apparente et de la courbe d'étalonnage du béton

L'énergie d'activation apparente et la courbe d'étalonnage obtenus vont permettre d'estimer l'évolution de la résistance du béton dans l'ouvrage sur la base de suivis thermiques réalisés aux points critiques. Cette estimation ne sera fiable qu'à deux conditions:

- La résistance estimée doit se situer à l'intérieur de la plage visée de résistances définie au paragraphe 8.1;
 - La courbe de température du béton dans l'ouvrage sur laquelle se base l'estimation doit rester à l'intérieur²³ du fuseau des courbes de température suivies par le béton au cours de l'étalonnage.
- L'intérêt d'un étalonnage préliminaire en laboratoire apparaît ici puisqu'il permet *a priori* de couvrir, par le biais d'essais en étuves régulées, des plages de température plus larges que ce que l'on peut obtenir par des essais sur chantier.

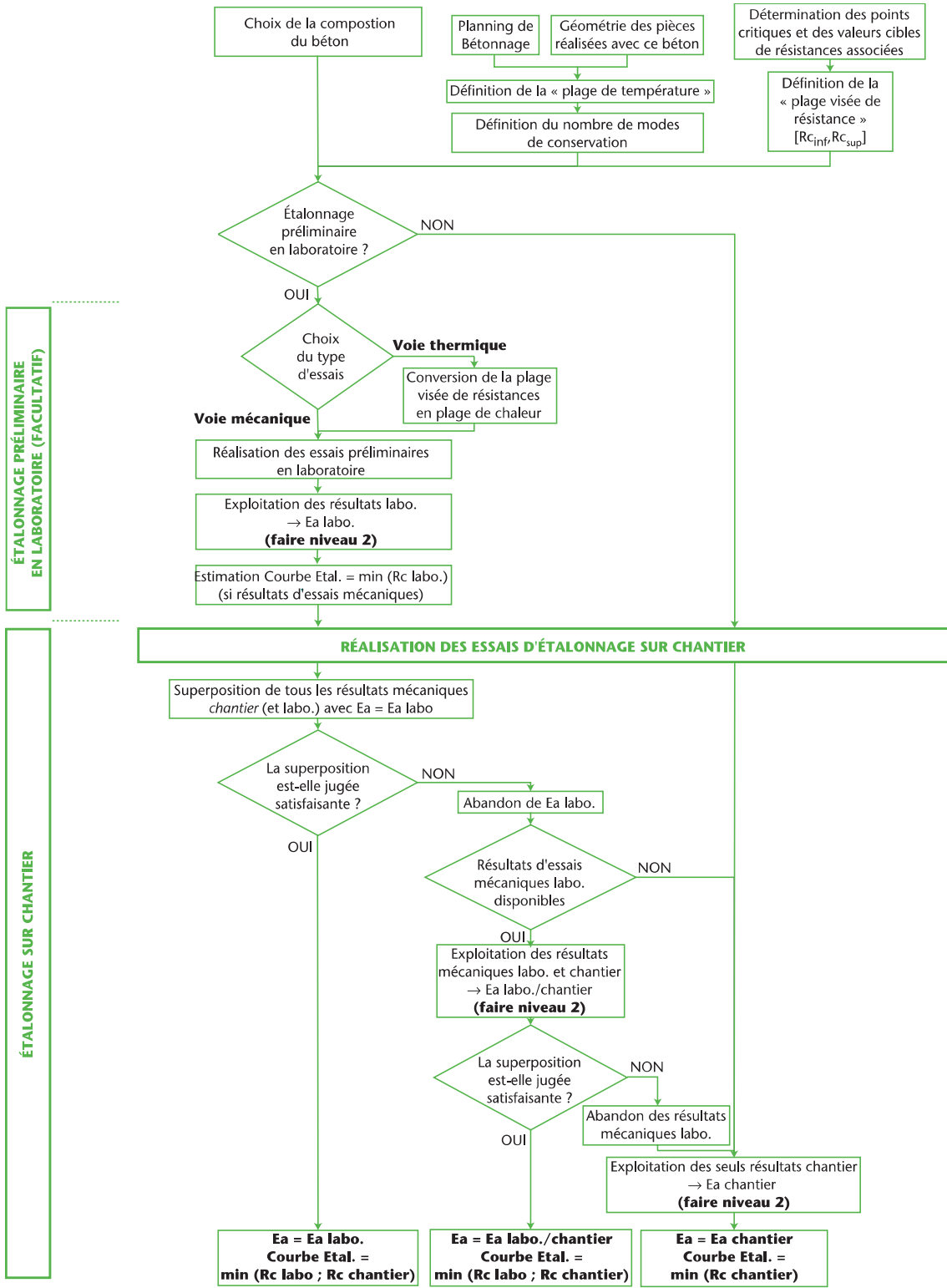
21. Voir paragraphe 8.2.2.3. et Annexe I.

22. L'exploitation des résultats se fait comme décrit au paragraphe 8.2.2.3..

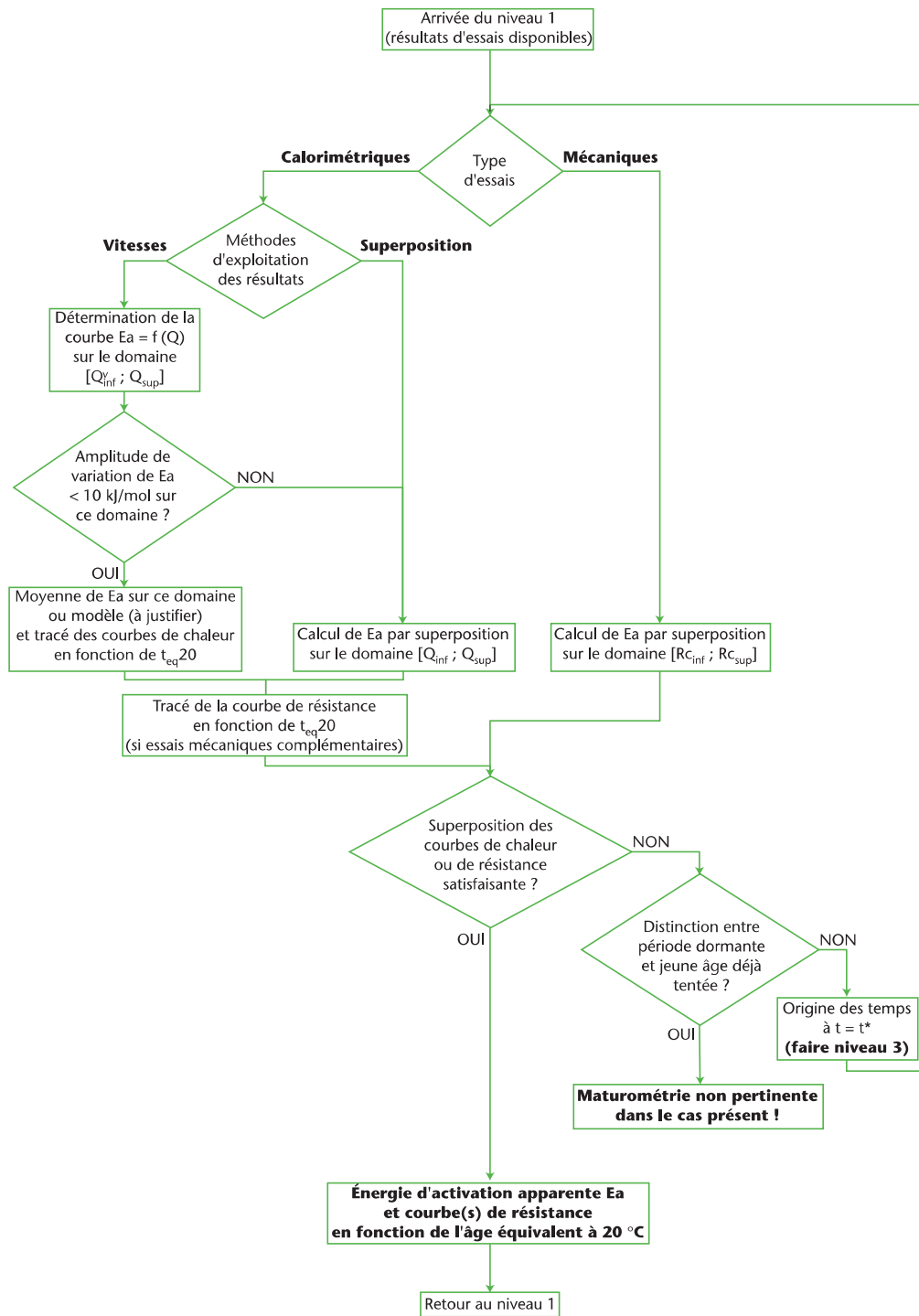
23. On peut tolérer des sorties ponctuelles du fuseau dans la limite de ± 5 °C par rapport aux courbes extrêmes.

8.4 • Organigrammes des différentes étapes d'étalonnage

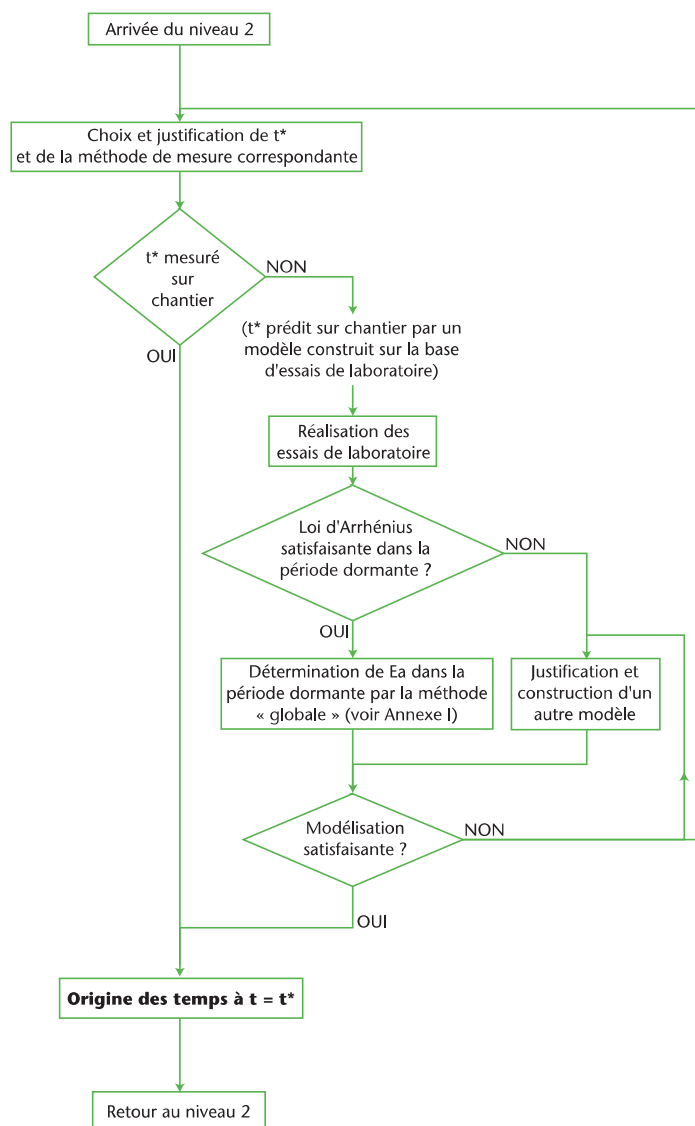
8.4.1 • Niveau 1 : Vue d'ensemble de la procédure d'étalonnage



8.4.2 • Niveau 2 : exploitation des résultats d'essais



8.4.3 • Niveau 3 : distinction entre période dormante et jeune âge





ANNEXE III – CONTRÔLES DE CONFORMITÉ INITIAUX ET EN COURS DE CHANTIER

9.1. – Les contrôles de conformité

- 9.1.1 – Le principe
- 9.1.2 – Les objectifs
- 9.1.3 – Distinction entre contrôles de conformité initiaux et ceux en cours de chantier
- 9.1.4 – Description d'un contrôle de conformité

9.2. – Exploitation des résultats

- 9.2.1 – Cas des contrôles de conformité initiaux
- 9.2.2 – Cas d'un contrôle de conformité en cours de chantier
 - 9.2.2.1 – Les écarts entre estimations et valeurs mesurées ne dépassent pas 2 MPa
 - 9.2.2.2 – Le maturomètre sous-estime de plus de 2 MPa la valeur mesurée
 - 9.2.2.3 – Le maturomètre surestime de plus de 2 MPa la valeur mesurée

9.3. – Organigramme des différentes étapes d'un contrôle de conformité

Cette annexe a pour objectif de décrire les procédures à mettre en œuvre sur chantier pour s'assurer que, d'un point de vue maturométrique, le béton utilisé en cours de chantier ne présente pas de différence significative avec le béton utilisé pour la détermination de E_a et de la courbe d'étalonnage.

9.1 • Les contrôles de conformité

9.1.1 • Le principe

Le principe du contrôle de conformité consiste à comparer, à même échéance, des mesures de résistances à la compression effectuées sur éprouvettes (cylindres ou cubes), aux estimations indiquées par le maturomètre sur une éprouvette (de même type) conservée dans les mêmes conditions.

9.1.2 • Les objectifs

Pour une utilisation sécurisante de la maturométrie sur chantier, vis-à-vis de la qualité du béton, il faut s'assurer que sur toute la durée du chantier :

- ni la formulation théorique du béton, ni sa composition réelle lors de la fabrication ne varie par rapport au béton ayant servi à l'étalonnage, même si les conditions climatiques changent ;
- le mode de production du béton n'évolue pas (séquence de malaxage, mode d'introduction des adjuvants, etc...).

Toutefois, comme tout processus industriel, la fabrication du béton intègre un certain nombre d'éléments variables. Il faut alors s'assurer que l'influence de ces variations de fabrication reste minimale. Pour tout ce qui est formulation et mode de production, la maturométrie ne peut détecter un éventuel changement, l'engagement de producteur est alors indispensable ainsi qu'un contrôle systématique des bons de pesée. En effet, le seul suivi thermique du béton ne permet pas de détecter une erreur possible de formulation. Par contre, en ce qui concerne les aléas usuels de production en cours de chantier, les contrôles de conformité initiaux ont justement pour but de les intégrer.

Les contrôles de conformité initiaux viennent ainsi compléter la courbe d'étalonnage du béton pour donner la courbe de référence de ce dernier qui sera utilisée lors de l'application de la maturométrie. Les contrôles de conformité en cours de chantier viennent ensuite assurer que, sur toute la durée du chantier, les variations de production ne conduisent pas à des écarts significatifs entre le béton utilisé sur chantier et celui utilisé lors de l'étalonnage.

À noter que l'étalonnage du béton ayant conduit à la détermination de l'énergie d'activation apparente et de la courbe d'étalonnage n'est valide que pour des histoires thermiques du béton comprises dans le fuseau d'étalonnage. Les contrôles de conformité permettent de corriger l'énergie d'activation et/ou la courbe de référence dans le cas où les histoires thermiques des éprouvettes de conformité sortent du fuseau des histoires thermiques d'étalonnage.

9.1.3 • Distinction entre les contrôles de conformité initiaux et ceux en cours de chantier

Les six premiers contrôles de conformité sont faits en début de chantier et étalés sur une période minimale de 3 semaines¹. Nous sommes alors dans le cas des contrôles de conformité initiaux. À noter que dans cette phase, la maturométrie ne peut pas encore remplacer les éventuelles

1. Si l'entreprise apporte des garanties de régularité de production des constituants du béton, en particulier du ciment (résistance au jeune âge, demande en eau), ce délai pourra être réduit sans toutefois être inférieur à 2 semaines.

épreuves d'information. Au-delà, il s'agit de contrôles de conformité « en cours de chantier ». Ceux-ci sont réalisés à la fréquence déterminée en accord avec l'entreprise, la maîtrise d'œuvre et le fournisseur de béton. À ce stade, la maturométrie peut être utilisée pour remplacer les épreuves d'information.

On estime en effet qu'après 6 bétonnages au moins et trois semaines de production, la centrale a pu se caler et donc que les futures variations de production de béton ne devraient pas dépasser celles déjà rencontrées. Les contrôles de conformité en cours de chantier sont là pour s'en assurer.

9.1.4 • Description d'un contrôle de conformité

Il se réalise un jour de bétonnage sur chantier. En aucune manière il ne devra y avoir une production particulière de béton pour la réalisation de ces essais. On effectue donc un prélèvement de béton (soit en centrale, soit avant sa mise en place) sur celui qui est destiné à être suivi par maturométrie sur chantier. Ce prélèvement doit être tel qu'il permet la réalisation d'au moins :

- pour un contrôle de conformité initial: 19 éprouvettes (cylindres ou cubes) suivant le mode de contrôle de la résistance à la compression retenue par le chantier; une éprouvette sera instrumentée avec un maturomètre, les 18 autres seront destinées à des mesures de résistances à la compression à 6 échéances différentes,
- pour un contrôle de conformité en cours de chantier: 10 éprouvettes; une éprouvette sera instrumentée avec un maturomètre, les 9 autres seront destinées à des mesures de résistance à la compression à 3 échéances différentes (3 éprouvettes seront cassées à chaque échéance).

Tous les échantillons devront être conservés dans les mêmes conditions à l'extérieur (avec une isolation thermique pour le suivi de pièces massives, et sans isolation pour des pièces minces) pour se retrouver dans des conditions climatiques proches de celles rencontrées sur chantier.

Les échéances de casse devront être choisies de telle sorte que les résistances mesurées soient réparties dans la plage de résistance visée. Pour cela, on pourra s'aider des indications de résistances à la compression du maturomètre en cours d'acquisition.

À chaque contrôle de conformité devra être établi un document officiel indiquant:

- les références du bon de pesée de la production sur laquelle le prélèvement a été effectué,
- les mesures d'affaissement effectuées sur béton frais,
- les heures des trois ou six échéances de casse,
- les âges réels du béton à chaque échéance,
- les âges équivalents indiqués par le maturomètre à chaque échéance,
- la résistance à la compression estimée par le maturomètre à chaque échéance,
- les 3 valeurs de résistances à la compression ainsi que leur moyenne à chaque échéance,
- l'écart en MPa entre la moyenne des résistances mesurées par rupture et celle indiquée par le maturomètre à chaque échéance,
- un graphique présentant la courbe de température de ce contrôle ainsi que les courbes enveloppes des suivis thermiques des essais qui ont permis l'établissement de la courbe d'étalonnage et de référence du béton.

À ce document devra être jointe une copie du bon de pesée référencé dans le document, ainsi qu'une sauvegarde papier ou informatique du suivi thermique de ce contrôle.

9.2 • Exploitation des résultats

Selon qu'il s'agit d'un contrôle de conformité initial ou en cours de chantier, l'exploitation des résultats ne se fera pas de la même manière.

9.2.1 • Cas des contrôles de conformité initiaux

Tant que les 6 contrôles de conformité initiaux ne sont pas terminés, la courbe de référence du béton n'est pas établie, et l'on ne peut donc pas utiliser la maturométrie pour déterminer quand décoffrer.

Une fois que les 6 contrôles de conformité initiaux ont été réalisés, on ajoute ces résultats à tous ceux qui ont été utilisés pour l'établissement de la courbe d'étalonnage du béton. L'ensemble de ces résultats est exprimé en fonction de l'âge équivalent à 20 °C calculé sur la base de l'énergie d'activation apparente issue de l'étalonnage.

On obtient alors un fuseau de résistances à la compression. On trace également le fuseau de l'ensemble des histoires thermiques (en fonction de l'âge réel cette fois-ci) suivies par le béton lors des essais d'étalonnage, ainsi que le fuseau des histoires thermiques suivies pendant les contrôles de conformité initiaux.

Deux situations sont alors possibles :

- soit la largeur du fuseau de résistance est faible (qualité de la superposition satisfaisante), la courbe de référence du béton est alors définie comme la courbe enveloppe inférieure du fuseau des résistances à la compression et l'énergie d'activation du béton est celle issue de l'étalonnage ;
- soit la qualité de superposition ne convient pas, il faut déterminer si l'énergie d'activation d'étalonnage peut être remise en cause. Pour cela on compare le fuseau de température des essais utilisés pour la courbe d'étalonnage à celui des 6 contrôles de conformité initiaux. Si celui de l'étalonnage contient celui des contrôles de conformité, la mauvaise qualité de superposition des résistances des contrôles de conformité initiaux et des résultats d'étalonnage traduit vraisemblablement un écart de fabrication entre les bétons testés lors de ces deux étapes. Il faut alors réagir au niveau de la production du béton et relancer de nouveaux contrôles de conformité initiaux. Par contre, si le fuseau d'étalonnage ne contient pas celui des contrôles de conformité, cet écart peut expliquer la mauvaise qualité de superposition des résistances. On abandonne alors l'énergie d'activation issue de l'étalonnage et on cherche une nouvelle énergie d'activation qui permette de superposer au mieux les résultats de l'étalonnage et des contrôles de conformité initiaux. La courbe de référence est alors définie comme la courbe inférieure du fuseau des résistances à la compression exprimées en fonction du temps équivalent à 20 °C calculé sur la base de cette nouvelle énergie d'activation.

9.2.2 • Cas d'un contrôle de conformité en cours de chantier

Trois situations peuvent se présenter selon la valeur des écarts entre les estimations du maturomètre et les valeurs mesurées par rupture sur éprouvettes (moyenne de trois valeurs).

9.2.2.1 Les écarts entre estimations et valeurs mesurées ne dépassent pas 2 MPa

On considère alors que les variations observées sont acceptables et que les écarts sont « réduits ». Le document devra être transmis aux différents partenaires.

9.2.2.2 Le maturomètre sous-estime de plus de 2 MPa la valeur mesurée

Les écarts ne sont plus considérés comme réduits mais sont dans le sens de la sécurité, la courbe de référence n'est pas à modifier.

Mais il peut s'avérer intéressant d'identifier l'origine de ces écarts, car si cette situation devait se reproduire souvent, une nouvelle détermination de la courbe de référence du béton permettrait de mieux optimiser le cycle de coffrage/décoffrage.

9.2.2.3 Le maturomètre surestime de plus de 2 MPa la valeur mesurée

Les écarts ne sont plus considérés comme réduits et sont dans le sens de l'insécurité. Il faut alors déterminer si le suivi thermique de ce contrôle s'intègre dans le fuseau enveloppe des suivis ther-

miques des essais ayant permis l'établissement de la courbe de référence (étalonnage et contrôles de conformité initiaux).

• *Le suivi thermique du contrôle s'intègre correctement*

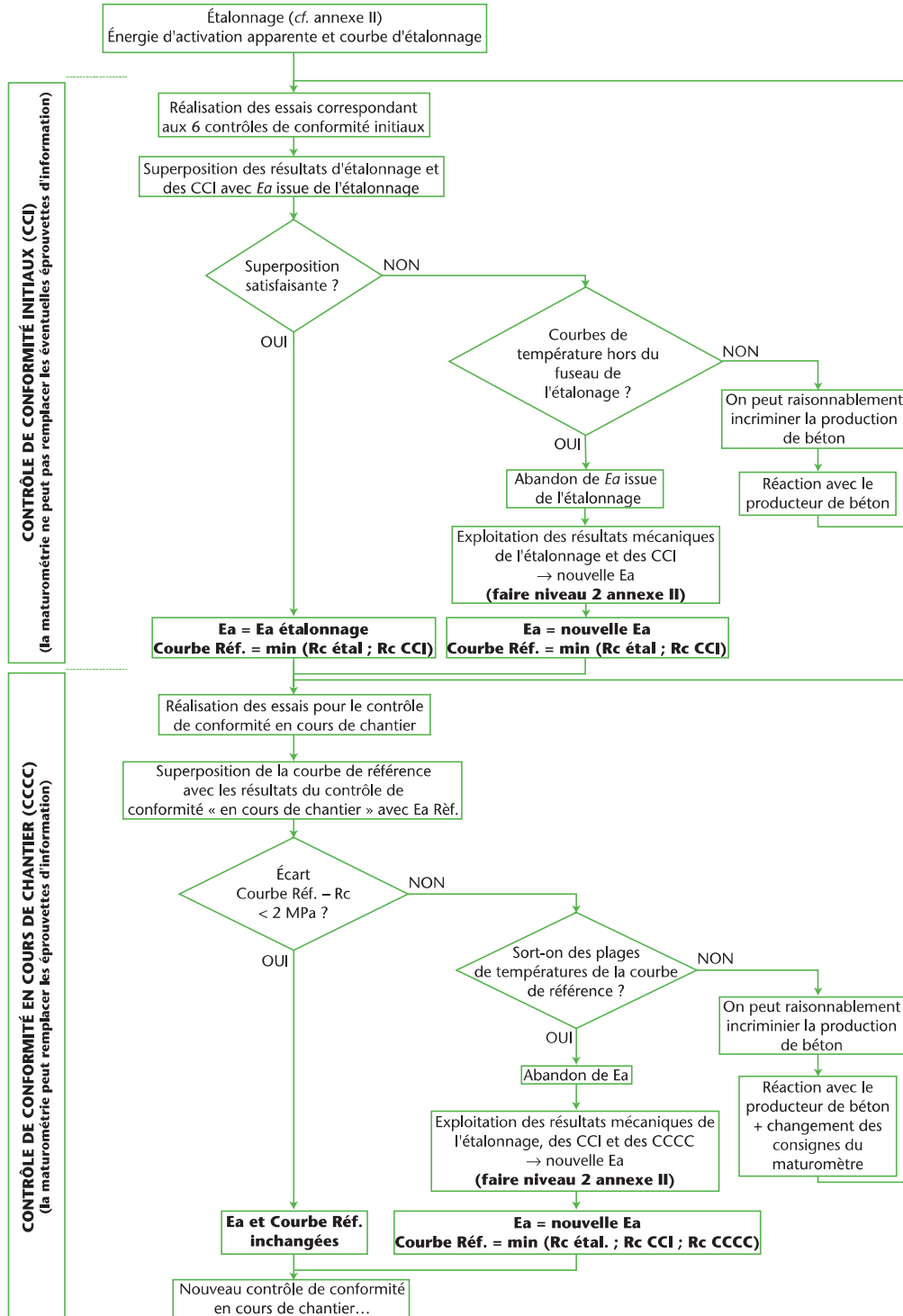
De nouveau, l'écart constaté sur les résistance traduit vraisemblablement un écart de fabrication entre le béton testé lors de ce contrôle de conformité et celui ayant servi à la construction de la courbe de référence. Il est alors nécessaire de déterminer l'origine du changement de la qualité du béton, et si cet écart est accidentel ou non.

- Si un changement est constaté dans la formulation ou le mode de production:
 - Ce changement est accidentel. Alors on refait dès le prochain bétonnage un contrôle de conformité en s'assurant que l'erreur ne sera plus commise. Dans le même temps, en attendant les nouveaux résultats, on modifie les consignes de décoffrage du chantier en augmentant la résistance cible du pourcentage moyen d'écart observé.
 - Ce changement n'est pas accidentel et restera pour la suite du chantier. Il faut alors déterminer la courbe de référence et l'énergie d'activation de ce nouveau béton.
- Par contre, si *a priori* aucun changement n'est constaté dans la formulation ou le mode de production du béton, il faut refaire un contrôle de conformité dès le prochain bétonnage pour voir si les écarts se répètent et chercher ailleurs l'origine des variations de la qualité du béton. En attendant les résultats, les consignes de chantier devront être comme précédemment modifiées.

• *Le suivi thermique du contrôle sort du fuseau*

La courbe de référence et l'énergie d'activation ne sont plus adaptées aux conditions de mûrissement du béton. Il faut alors retraiter toutes les données de ce contrôle et celles des essais ayant servi à l'établissement de la courbe de référence et de l'énergie d'activation, afin d'obtenir une nouvelle courbe de référence et une nouvelle énergie d'activation. Néanmoins, même si après retraitement des données, les résultats de ce contrôle présentent encore trop d'écart avec la nouvelle courbe de référence (écart > 2 MPa) cela signifie que le béton n'est plus comparable à celui utilisé pour les premiers essais et donc on se retrouve dans la situation du cas précédent.

9.3 • Organigramme des différentes étapes d'un contrôle de conformité



10

ANNEXE IV – OBTENTION DE L'ÉNERGIE D'ACTIVATION APPARENTE ET DE LA COURBE D'ÉTALONNAGE DU BÉTON EXEMPLES D'EXPLOITATION DE RÉSULTATS

10.1. – Exemples pour différentes étapes du calcul

- 10.1.1 – Exemple de calcul de l'âge équivalent sur la base d'un suivi thermique
- 10.1.2 – Calcul de l'âge équivalent correspondant à une échéance d'essai de rupture ou de mesure de chaleur
- 10.1.3 – Extrapolation d'une courbe de chaleur
- 10.1.4 – Calcul de la plage de chaleur correspondant à la plage visée de résistance
- 10.1.5 – Distinction entre période dormante et jeune âge
- 10.1.6 – Calcul du flux de chaleur $\frac{dQ}{dt}$

10.2. – Cinq cas différents d'exploitation de données

- 10.2.1 – Résultats mécaniques — Valeur unique de E_a — 2 histoires thermiques — Méthode de superposition
- 10.2.2 – Résultats mécaniques — Doublet de E_a — 2 histoires thermiques — Méthode de superposition
- 10.2.3 – Résultats calorimétriques — Valeur unique de E_a — 3 histoires thermiques — Méthode de superposition
- 10.2.4 – Résultats calorimétriques — Valeur unique de E_a — 2 histoires thermiques — Méthode des vitesses
- 10.2.5 – Résultats calorimétriques — Valeur unique de E_a — 3 histoires thermiques — Méthode des vitesses (d'après Carino)

Cette annexe récapitule un ensemble d'exemples concrets d'exploitation des résultats. Plusieurs étapes de calcul sont d'abord détaillées (paragraphe 10.1), puis 5 cas sont traités entièrement étape par étape (paragraphe 10.2).

10.1 • Exemples pour différentes étapes du calcul

10.1.1 • Exemple de calcul de l'âge équivalent sur la base d'un suivi thermique

Dans ce calcul, on détermine l'âge équivalent à 20 °C correspondant à chaque échéance de mesure de la température. L'enregistrement de température se présente le plus souvent sous la forme d'un tableau à deux colonnes. Dans la première sont indiquées les âges t_i du béton auxquels sont faites les mesures, les températures mesurées T_i à ces échéances se situant dans la seconde. Le calcul de l'âge équivalent à l'échéance n° i se fait par la formule suivante, adaptée de l'annexe I :

$$t_{eq_n} = \sum_{i=1}^n \left\{ \exp \left[- \frac{Ea}{R} \left(\frac{1}{273 + \frac{T_i + T_{i-1}}{2}} - \frac{1}{293} \right) \right] \cdot (t_i - t_{i-1}) \right\}$$

- où t_i est l'échéance de la mesure n° i ,
- T_i la température mesurée à l'échéance n° i (en °C),
- Ea l'énergie d'activation apparente du béton,
- R la constante des gaz parfait ($R = 8,31$ J/K/mol).

Dans le tableau suivant, on a fait figurer le résultat du calcul précédent pour les 4 premières échéances. Le calcul est décomposé en 5 étapes qui figurent dans les 5 colonnes « CALCULS » du tableau :

$$T_{i,moy} = 273 + \frac{T_i + T_{i-1}}{2}$$

puis

$$\exp \left[- \frac{Ea}{R} \left(\frac{1}{T_{i,moy}} - \frac{1}{293} \right) \right]$$

$$\Delta t_i = t_i - t_{i-1}$$

$$\exp \left[- \frac{Ea}{R} \left(\frac{1}{T_{i,moy}} - \frac{1}{293} \right) \right] \cdot \Delta t_i$$

et enfin $t_{eq_i} = t_{eq_{i-1}} + \exp \left[- \frac{Ea}{R} \left(\frac{1}{T_{i,moy}} - \frac{1}{293} \right) \right] \cdot \Delta t_i$

À noter que pour $t_0 = 0$, on a $t_{eq_0} = 0$.

Pour ces calculs, on a pris $\frac{Ea}{R} = 4000$ K :

DONNÉES		CALCULS				
Âge t_i (h)	T_i (°C)	$T_{i,moy}$ (K)	$\exp \left[- \frac{Ea}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_{i,moy}} - \frac{1}{293} \right) \right]$	Δt_i (h)	$\exp[\dots]_{\Delta t_i}$	t_{eq} (h)
0	21	-	-	-	-	0
0,75	22	$273 + \frac{21 + 22}{2} = 294,5$	$\exp \left[- 4000 \cdot \left(\frac{1}{294,5} - \frac{1}{293} \right) \right] = 1,07$	$0,75 - 0 = 0,75$	$1,07 \times 0,75 = 0,80$	$0 + 0,80 = 0,80$
1,5	27	$273 + \frac{22 + 27}{2} = 297,5$	$\exp \left[- 4000 \cdot \left(\frac{1}{297,5} - \frac{1}{293} \right) \right] = 1,23$	$1,5 - 0,75 = 0,75$	$1,23 \times 0,75 = 0,93$	$0,80 + 0,93 = 1,73$
2,25	28	$273 + \frac{27 + 28}{2} = 300,5$	$\exp \left[- 4000 \cdot \left(\frac{1}{300,5} - \frac{1}{293} \right) \right] = 1,41$	$2,25 - 1,5 = 0,75$	$1,41 \times 0,75 = 1,05$	$1,73 + 1,05 = 2,78$
3	29	$273 + \frac{28 + 29}{2} = 301,5$	$\exp \left[- 4000 \cdot \left(\frac{1}{301,5} - \frac{1}{293} \right) \right] = 1,47$	$3 - 2,25 = 0,75$	$1,47 \times 0,75 = 1,10$	$2,78 + 1,10 = 3,88$

10.1.2 • Calcul de l'âge équivalent correspondant à une échéance d'essai de rupture ou de mesure de chaleur

Une fois calculé les âges équivalents teq_i correspondant à chaque échéance t_i de mesure de la température, on peut, par interpolation, calculer l'âge équivalent correspondant à une échéance t_m de mesure de résistance ou de chaleur :

- On cherche dans quel intervalle $[t_i ; t_{i+1}]$ se situe l'échéance t_m ;
- On calcule l'âge équivalent teq_m correspondant à t_m :

$$teq_m = teq_i + (teq_{i+1} - teq_i) \cdot \frac{t_m - t_i}{t_{i+1} - t_i}$$

10.1.3 • Extrapolation d'une courbe de chaleur

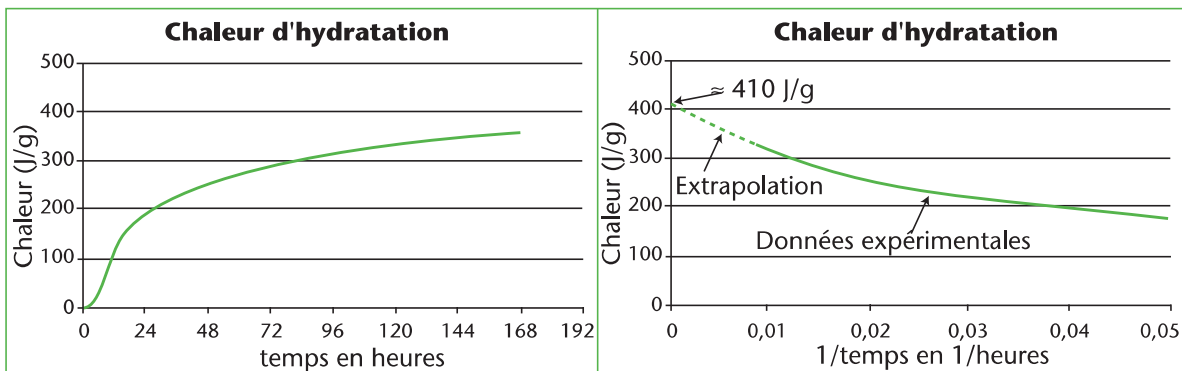
Pour le calcul de la plage de chaleur correspondant à la plage visée de résistance (voir paragraphe suivant), il est nécessaire d'avoir une estimation de la chaleur $Q(\infty)$ dégagée à un temps théorique infini. Des méthodes d'extrapolation permettent de faire cette estimation.

a. Extrapolation graphique

Dans ce cas, on trace sur un graphique l'évolution de la chaleur Q , non pas en fonction de l'âge t , mais en fonction de son inverse: $\frac{1}{t}$. La valeur obtenue en extrapolant la courbe pour une valeur

de $\frac{1}{t} = 0$ donne une estimation de la chaleur $Q(\infty)$ dégagée à un temps théorique infini

($\frac{1}{t} = 0 \Leftrightarrow t = \infty$). Un exemple est donné sur la figure suivante.



Sur cet exemple, l'estimation obtenue par extrapolation vaut: $Q(\infty) = 410$ J/g.

b. Extrapolation à l'aide d'un modèle mathématique et du solveur d'une feuille de calcul

On peut également extrapoler la courbe de chaleur en la modélisant à l'aide d'une famille de fonctions mathématiques faisant intervenir la valeur $Q(\infty)$, comme par exemple la famille de fonctions suivante :

$$Q(t) = Q(\infty) \cdot \exp\left[-\left(\frac{\tau}{t}\right)^\beta\right]$$

Dans cette formule :

- τ et β sont des paramètres du modèle qu'on détermine, au même titre que $Q(\infty)$, en appliquant la méthode des moindres carrés à l'aide d'un solveur de feuille de calcul,
- t est l'âge du béton.

10.1.4 • Calcul de la plage de chaleur correspondant à la plage visée de résistance

a. Méthode de superposition

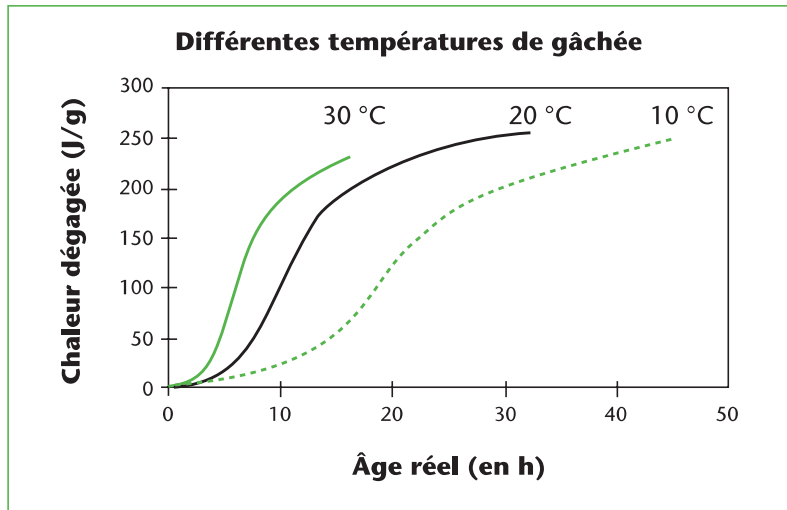
Dans cet exemple, on cherche à déterminer l'énergie d'activation d'un béton par le biais de mesures calorimétriques qu'on exploitera par la méthode de superposition. Pour cela, il est nécessaire de déterminer la plage de chaleur $[Q_{inf} ; Q_{sup}]$ correspondant à la plage visée de résistance $[R_{c_{inf}} ; R_{c_{sup}}]$. On applique la formule¹ :

$$Q_{sup} = Q(\infty) \cdot \left(0,16 + 0,88 \cdot \frac{R_{c_{sup}}}{R_{c28}} \right)$$

Dans ce cas, on a :

- $R_{c28} = 45 \text{ MPa}$
- $R_{c_{inf}} = 5 \text{ MPa}$
- $R_{c_{sup}} = 20 \text{ MPa}$

Les courbes de chaleurs mesurées à 10, 20 et 30 °C sont montrées sur le graphique suivant.



Pour calculer $Q(\infty)$, on applique le paragraphe 8.2.3.1 qui dit que cette valeur peut, par défaut, être prise égale à 3,5 fois la valeur de Q au point d'inflexion de la courbe de chaleur (*i.e.* au point de dérivée maximum). Au vu des trois courbes précédentes, le point d'inflexion correspond à une chaleur de 90 J/g environ, ce qui conduit à une valeur $Q(\infty) = 315 \text{ J/g}$ environ. D'où :

$$Q_{inf} = 315 \cdot \left(0,16 + 0,88 \cdot \frac{5}{45} \right) = 81 \text{ J/g}$$

et

$$Q_{sup} = 315 \cdot \left(0,16 + 0,88 \cdot \frac{20}{45} \right) = 174 \text{ J/g}$$

Les enregistrements de chaleur se feront donc au moins jusqu'à la valeur de $Q_{sup} = 174 \text{ J/g}$, et la détermination de E_a se fera en optimisant la superposition des courbes de chaleur en fonction de l'âge équivalent sur l'intervalle $[81 ; 174] \text{ J/g}$.

1. La formule est donnée ici pour Q_{sup} ; pour Q_{inf} , on remplace $R_{c_{sup}}$ par $R_{c_{inf}}$.

b. Méthode des vitesses

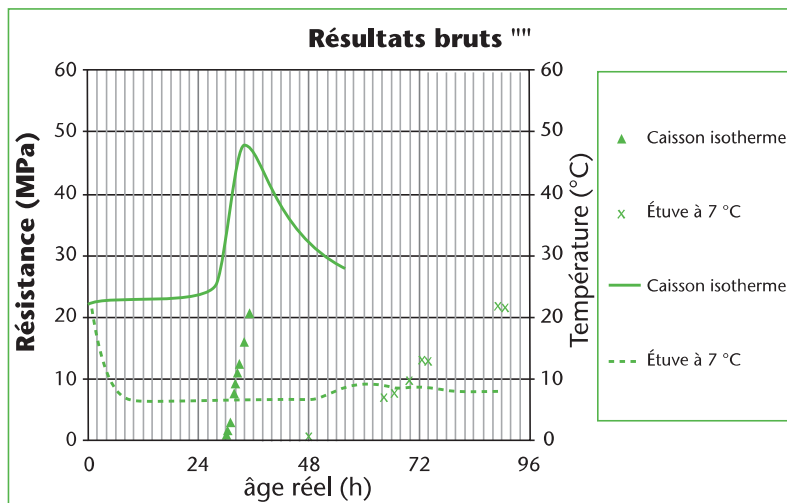
On se place dans les mêmes hypothèses qu'au paragraphe précédent. Le calcul de Q_{sup} se fait exactement comme précédemment. Par contre, pour la valeur de Q_{inf}^V , on prendra une valeur égale à 10 % de la chaleur $Q(\infty)$ correspondant à un temps théorique infini :

$$Q_{inf}^V = 10 \% \cdot Q(\infty) = 0,1 \cdot 315 \approx 32 \text{ J/g}$$

Les enregistrements de chaleur se feront donc au moins jusqu'à la valeur de $Q_{sup} = 174 \text{ J/g}$, et la détermination de E_a se fera en calculant la moyenne des valeurs $E_a(Q)$ sur l'intervalle $[32; 174] \text{ J/g}$.

10.1.5 • Distinction entre période dormante et jeune âge

Dans cet exemple, on est en présence d'un béton à période dormante très longue (voir figure suivante).



L'application de la méthode de superposition ne permet pas d'arriver à une qualité de superposition satisfaisante. Au vu de la durée exceptionnelle de la période dormante, on décide de distinguer celle-ci du jeune âge.

a. Modèle de prédiction de l'âge de fin de la période dormante

L'âge de fin de la période dormante est estimée à $t^*_1 = 27$ heures pour le béton en caisson isotherme (isolé thermiquement) et à $t^*_2 = 48$ heures pour le béton conservé en étuve à 7 °C . On décide de modéliser l'influence de la température sur l'âge de fin de période dormante par la loi d'Arrhénius. L'application de la méthode globale est constituée des étapes suivantes :

- *Choix d'une valeur de départ pour E_{a0}*

On prend, comme valeur de départ, $E_{a0} = 4000 \text{ K}$.

- *Calcul des âges équivalents en fin de période dormante pour les deux histoires thermiques*

En appliquant les paragraphes 10.1.1 et 10.1.2 précédents, on calcule, pour chacune des deux histoires thermiques, l'âge équivalent teq^*_i en fin de période dormante (correspondant à l'âge réel t^*_i) sur la base de l'énergie d'activation choisie au départ. On fait ensuite varier la valeur d'énergie d'activation apparente de façon à égaliser les deux valeurs de teq^*_i . L'âge teq^* de fin de période dormante à 20 °C est alors égal à la valeur commune obtenue pour les teq^*_i . En définitive, cette démarche conduit aux résultats suivants :

- Âge de fin de période dormante à 20 °C : $teq^* = 28 \text{ h}$
- Énergie d'activation dans la période dormante: $\frac{E_{a0}}{R} = 2500 \text{ K}$

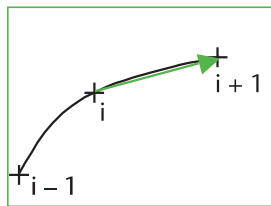
b. Prise en compte de la période dormante pour l'exploitation des résultats au jeune âge

Pour l'exploitation des résultats au jeune âge, il suffit de retrancher aux âges de chacune des deux histoires thermiques et des deux suivis de résistance, l'âge t^* de fin de période dormante correspondant, puis d'exploiter les couples $[t_i - t^* ; T_i]$ et $[t_j - t^* ; R_{c_j}]$ par la méthode de superposition.

10.1.6 • Calcul du flux de chaleur $\frac{dQ}{dt}$

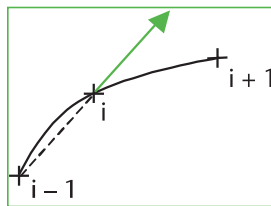
a. Par la corde

On peut approcher la dérivée au point $n^\circ i$ par la pente de la corde entre les points (i) et (i + 1) :



$$\frac{dQ}{dt}(t_i) = \frac{Q(t_{i+1}) - Q(t_i)}{t_{i+1} - t_i}$$

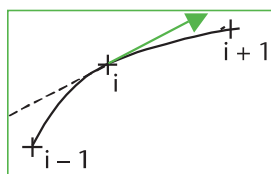
ou entre les points (i - 1) et (i) :



$$\frac{dQ}{dt}(t_i) = \frac{Q(t_i) - Q(t_{i-1})}{t_i - t_{i-1}}$$

b. Pente au point i de la parabole passant par les points i - 1, i et i + 1

Le calcul analytique conduit au résultat suivant:



$$\frac{dQ}{dt}(t_i) = \left(\frac{Q(t_{i+1}) - Q(t_i)}{t_{i+1} - t_i} + \frac{Q(t_i) - Q(t_{i-1})}{t_i - t_{i-1}} \right) \delta - \frac{Q(t_{i+1}) - Q(t_{i-1})}{t_{i+1} - t_{i-1}}$$

Dans le cas particulier où les intervalles entre mesures sont égaux ($t_{i+1} - t_i = t_i - t_{i-1} = \Delta t$), l'expression se simplifie:

$$\frac{dQ}{dt}(t_i) = \frac{Q(t_{i+1}) - Q(t_{i-1})}{2 \cdot \Delta t}$$

Cela revient alors à prendre la moyenne des pentes des deux cordes consécutives de part et d'autre du point central.

c. Pente d'une droite de régression autour du point i

Dans ce cas, on utilise les fonctions préprogrammées disponibles dans les feuilles de calcul.

10.2 • Cinq cas différents d'exploitation de données

Les 5 cas d'exploitation de résultats, basés sur des résultats calorimétriques ou mécaniques, sont traités par les méthodes de superposition ou des vitesses, en distinguant ou non la période dormante du jeune âge (valeur unique ou doublet d'énergies d'activation apparentes). Ces cas sont résumés dans le tableau suivant.

Cas n°	Type d'essais		Nombre HT*	Méthode d'exploitation		Distinction période dormante et jeune âge	
	Rc	Q		Superposition	Vitesses	NON (Ea unique)	OUI (Doublet de Ea)
1	X		2	X		x	
2	X		2	X			X
3		X	3	X		X	
4		X	2		X	X	
5		X	3		X	X	

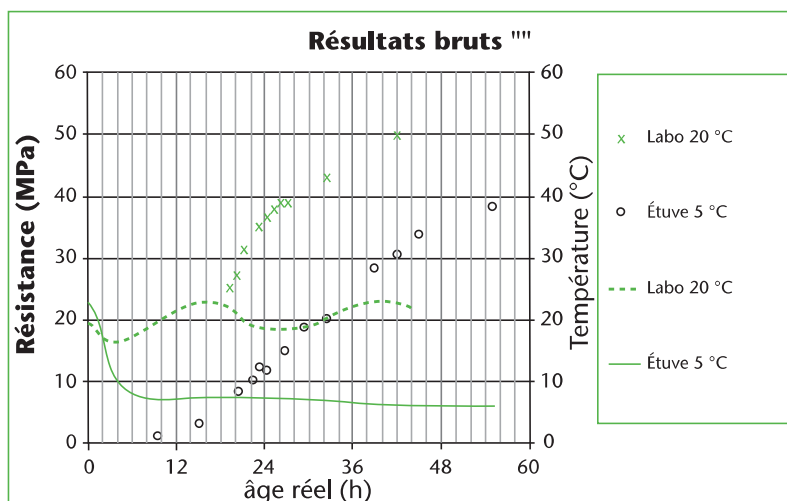
* HT : histoires thermiques

10.2.1 • Résultats mécaniques — Valeur unique de Ea — 2 histoires thermiques — Méthode de superposition

On traite ici d'un béton classique pour lequel on a mesuré la montée en résistance pour deux modes de conservation différents (deux histoires thermiques).

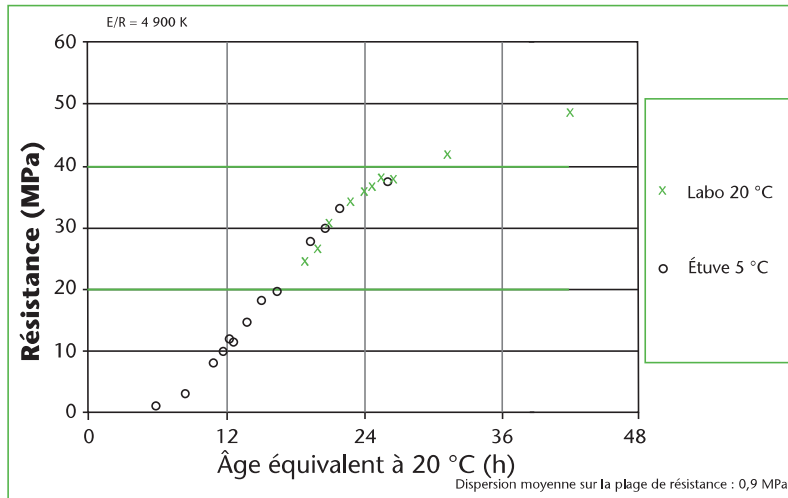
• Données

Les suivis thermiques et mécaniques sont montrés sur la figure suivante.



• Résultats de l'exploitation

On applique la méthode de superposition sur la plage de résistance [20; 40] MPa en partant d'une valeur initiale de $\frac{E_a}{R} = 4000$ K. Le résultats de l'optimisation est montré sur la figure suivante.



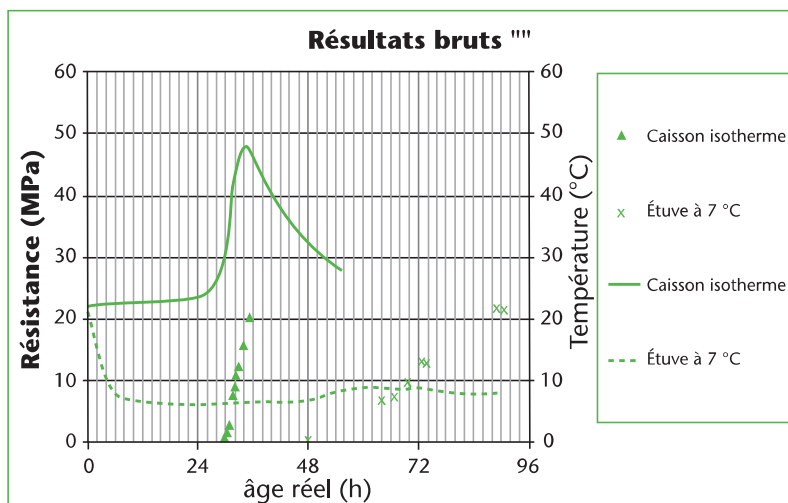
Pour le fuseau d'histoires thermiques délimité par les deux histoires thermiques, et pour la plage de résistance [20; 40] MPa, l'énergie d'activation vaut $\frac{E_a}{R} = 4900 \text{ K}$, et la courbe d'étalonnage correspond à l'enveloppe inférieure du nuage des points montrant la résistance en fonction de l'âge équivalent à 20 °C calculé sur la base de cette valeur de E_a .

**10.2.2 • Résultats mécaniques — Doublet de E_a —
2 histoires thermiques — Méthode de superposition**

On traite ici d'un cas particulier où la période dormante est très longue, et pour lequel l'utilisation d'un doublet d'énergies d'activation est nécessaire pour obtenir une qualité de superposition satisfaisante. On a mesuré la montée en résistance d'un béton placé dans deux modes de conservation différents. Une étape préliminaire a permis de déterminer l'énergie d'activation E_{a0} applicable dans la période dormante ($\frac{E_{a0}}{R} = 2500 \text{ K}$).

• Données

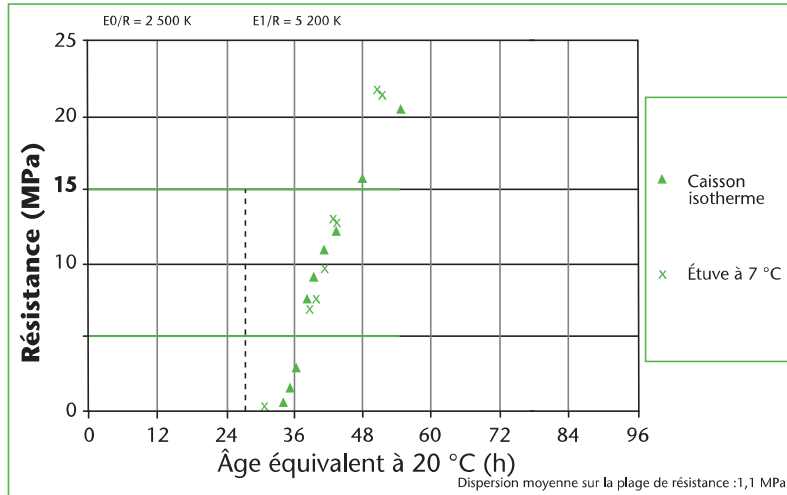
Les suivis thermiques et mécaniques sont montrés sur la figure suivante.



• Résultats de l'exploitation

On applique la méthode de superposition sur la plage de résistance [5; 15] MPa. On ne considère, dans cette exploitation, que la portion de l'âge située au delà de la période dormante. On

est parti d'une valeur initiale de $\frac{Ea}{R} = 4000$ K. Le résultats de l'optimisation est montré sur la figure suivante (le trait en pointillés correspond à teq^*).



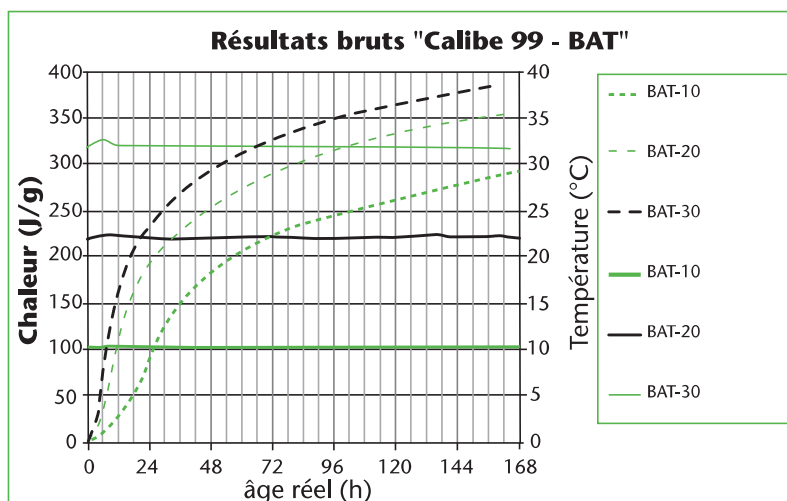
Pour le fuseau d'histoires thermiques délimité par les deux histoires thermiques, l'énergie d'activation apparente vaut donc $\frac{Ea_0}{R} = 2500$ K dans la période dormante, et $\frac{Ea_1}{R} = 5200$ K au jeune âge pour la plage de résistance [5; 15] MPa. L'âge de fin de période dormante est $teq^* = 28$ h à 20 °C. La courbe d'étalonnage correspond à l'enveloppe inférieure du nuage des points montrant la résistance en fonction de l'âge équivalent à 20 °C calculé sur la base du doublet de Ea .

10.2.3 • Résultats calorimétriques — Valeur unique de Ea — 3 histoires thermiques — Méthode de superposition

Dans cet exemple, l'énergie d'activation est calculée par la méthode de superposition sur la base d'essais calorimétriques dans le cadre d'un étalonnage préliminaire en laboratoire. Le dégagement de chaleur a été mesuré en conditions quasi-isothermes à environ 10, 20 et 30 °C. La plage visée de résistance est [0; 17] MPa.

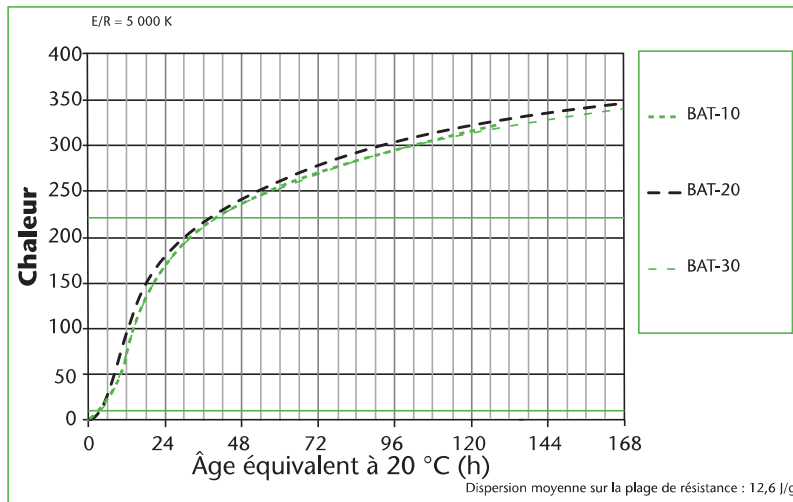
• Données

Les suivis thermiques et calorimétriques sont montrés sur la figure suivante.



• Résultats de l'exploitation

Le calcul de la plage de chaleur correspondant à la plage visée de résistance conduit à l'intervalle [10; 220] J/g. On applique donc la méthode de superposition sur cette plage. On est parti d'une valeur initiale de $\frac{Ea}{R} = 4000$ K. Le résultats de l'optimisation est montré sur la figure suivante.



Pour la plage de températures délimitée par les deux histoires thermiques quasi isothermes extrêmes, et pour la plage de résistance [0; 17] MPa, l'énergie d'activation vaut donc $\frac{Ea}{R} = 5000$ K. Il n'a pas été fait ici d'estimation de la courbe d'étalonnage (pas d'essais mécaniques).

10.2.4 • Résultats calorimétriques — Valeur unique de Ea — 2 histoires thermiques — Méthode des vitesses

Dans cet exemple, l'énergie d'activation est calculée, toujours sur la base d'essais calorimétriques, mais cette fois-ci par la méthode des vitesses. Le dégagement de chaleur a été mesuré en conditions semi-adiabatiques pour des températures initiales de 10 et 20 °C environ. La plage visée de résistance est [0; 17] MPa.

• Données

Les données se présentent, pour chacune des deux histoires thermiques, sous la forme de tableaux à trois colonnes: la première contient les âges t_i des mesures, la seconde la température T_i mesurée à cet âge et la dernière la quantité de chaleur Q_i dégagée par le béton jusqu'à cette échéance. Les suivis thermiques (température) et calorimétriques (chaleur) correspondants sont montrés sur la figure ci-dessous.

• Résultats de l'exploitation

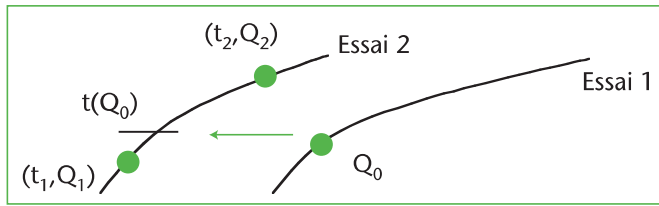
L'exploitation se fait en plusieurs temps, en se basant sur les tableaux de données précédentes.

1) Première étape

Pour la méthode des vitesses, il est nécessaire de comparer les résultats des deux séries de résultats pour une même valeur de la chaleur. Dans un premier temps, on calcule donc, par de simples interpolations linéaires, les valeurs des âges et des températures dans la série de résultats n° 2 correspondants aux valeurs de chaleur de la série de résultats n° 1. Par exemple, le calcul de l'âge correspondant à la chaleur Q_0 se fait comme suit. On cherche d'abord l'intervalle de chaleur [Q_1 ; Q_2] de la série n° 2 dans lequel se situe la valeur Q_0 . A ces deux valeurs de Q correspondent les âges t_1 et t_2 .

Puis on procède au calcul:
$$t(Q_0) = \frac{Q_0 - Q_1}{Q_2 - Q_1}(t_2 - t_1) + t_1$$

Ce dernier est illustré par la figure suivante:



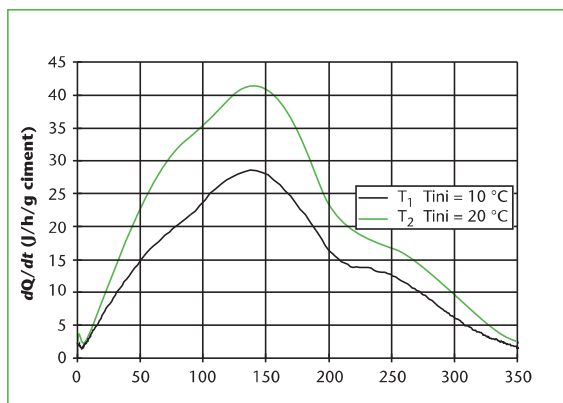
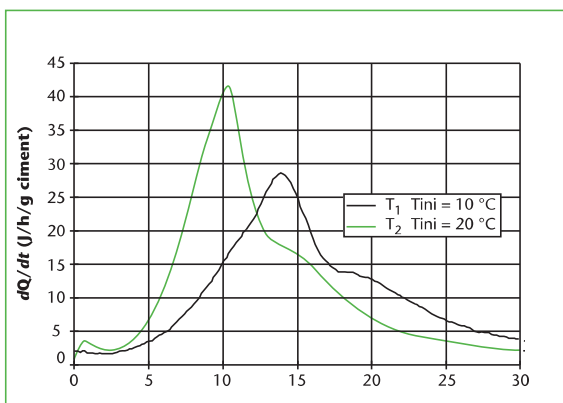
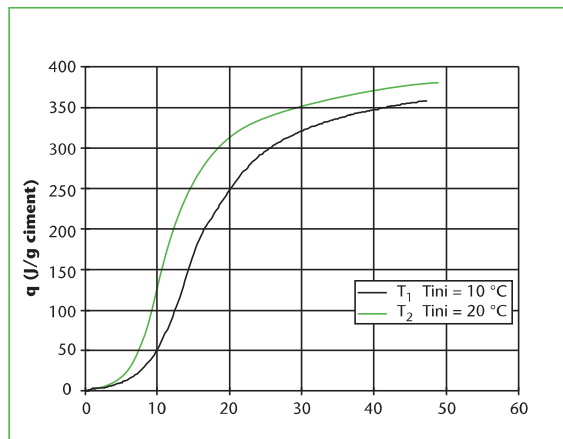
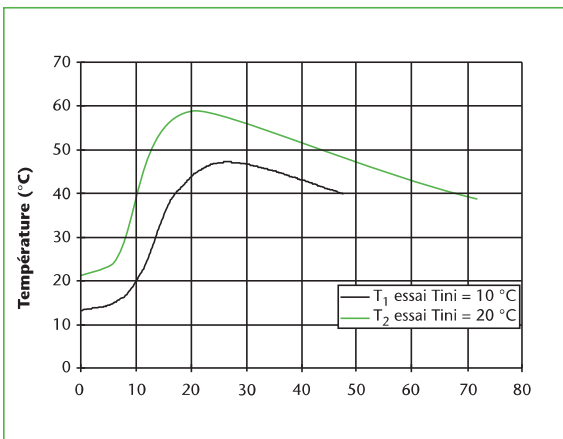
À noter que la même formule est valable pour le calcul de la température correspondant à cette valeur de chaleur. On obtient donc pour les deux essais des tableaux de résultats correspondant aux mêmes valeurs de Q pour les deux séries.

2) Deuxième étape

Les valeurs des « vitesses » (flux de chaleur) sont ensuite approchées par une des méthodes vues précédemment. On dispose alors des données: $(t, T, Q, \frac{dQ}{dt})$ pour les mêmes valeurs de Q entre les deux séries de résultats. Ces résultats sont illustrés sur la figure suivante.

Remarque : Dans le cas d'essais isothermes, le flux de chaleur est directement accessible. On a donc directement les données: $(t, T \text{ isotherme}, \frac{dQ}{dt})$. Il faut ensuite par intégration à l'aide d'une méthode type trapèze ou triangle, calculer la chaleur d'hydratation associée. On obtient alors des séries de données $(t, T \text{ isotherme}, \frac{dQ}{dt}, Q)$. On procède de même par interpolation linéaire pour calculer le flux de chaleur et la température (en l'occurrence isotherme) conduisant aux mêmes valeurs de Q , que l'essai de référence à 20 °C.

Les résultats des essais: Températures (T), chaleur (Q) et flux $(\frac{dQ}{dt})$



3) Troisième étape

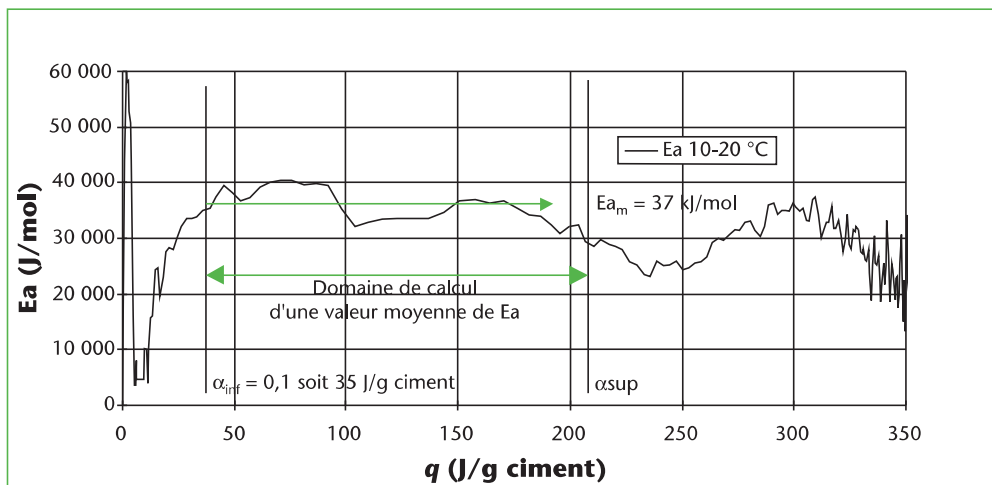
Pour chaque valeur de Q fixée (Q = Q₀, ...), on calcule alors la valeur de l'énergie d'activation correspondante:

$$Ea(Q_0) = - \frac{R}{\frac{1}{T_1(Q_0)} - \frac{1}{T_2(Q_0)}} \ln \left(\frac{\left(\frac{dQ}{dt}\right)_1(Q_0)}{\left(\frac{dQ}{dt}\right)_2(Q_0)} \right)$$

N.B.: les températures sont dans cette formule données en K et pas en °C.

On trace ensuite l'évolution de Ea en fonction de la chaleur dégagée. Ce graphe est montré sur la figure suivante.

L'évolution de Ea en fonction de Q et le calcul de Ea_m au jeune âge



On calcule enfin la valeur moyenne de Ea sur la plage de chaleur correspondant à la plage visée de résistance. Dans le cas présent, on travaille sur la plage [35; 220] J/g. Sur cette plage, les variations de Ea sont limitées. Le calcul d'une valeur moyenne est donc légitime. On obtient:

Ea = 37 kJ/mol, soit une valeur $\frac{Ea}{R} = 4450$ K.

10.2.5 • Résultats calorimétriques — Valeur unique de Ea

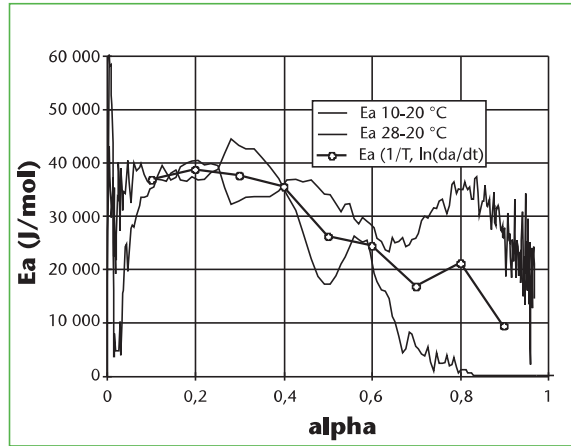
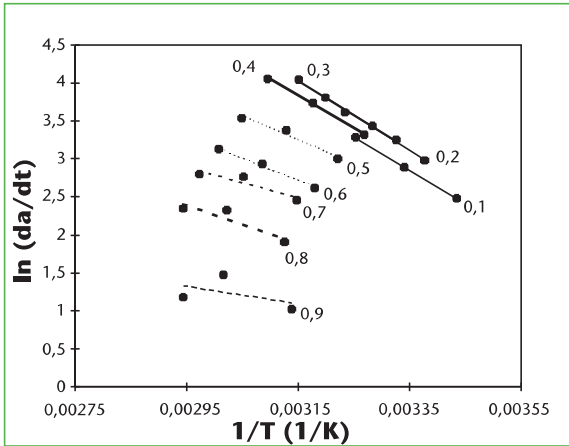
— 3 histoires thermiques

— Méthode des vitesses (d'après Carino)

On suppose que l'on dispose de trois histoires de températures: T₁(t), T₂(t), T₃(t). Les résultats sont présentés ici sous la forme proposée dans la norme ASTM, inspirée des travaux de Carino. Les résultats des essais peuvent être également traités deux à deux comme présenté précédemment (cas de deux histoires de températures).

Les résultats sont exploités comme présenté ci-dessus jusqu'à l'étape 2). On trace ensuite les courbes $\left[x = \frac{1}{T} ; y = \ln\left(\frac{d\alpha}{dt}\right) \right]$ (où $\alpha = \frac{Q}{Q(\infty)}$) pour différentes valeurs du degré d'avancement α . Un intervalle de degré d'avancement de 10 % a été fixé. Pour chaque valeur de α , on procède à une interpolation linéaire des trois points relatifs aux trois essais. La pente de la droite obtenue correspond à $-\frac{Ea}{R}$. On peut ensuite tracer la courbe d'évolution de Ea en fonction de α (à noter que le degré d'avancement peut être ici remplacé de manière équivalente par la chaleur d'hydratation). Ces étapes sont illustrées sur les graphiques suivants.

Le traitement de trois histoires thermiques



Sur le graphique de droite figurent les deux courbes $E_a(\alpha)$ obtenues en comparant les essais initiés à 10 et 20 °C d'une part, 20 et 28 °C d'autre part, par application classique de la méthode des vitesses. La troisième courbe correspond quant à elle à la courbe $E_a(\alpha)$, obtenue en adoptant le mode de représentation suggéré par Carino. Cette troisième courbe correspond grossièrement à la moyenne des deux premières. La valeur moyenne de E_a peut ensuite se calculer comme vu dans le cas précédent.

11

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Annexe I

BYFORS, J. *Plain concrete at early ages*. Stockholm: Swedish Cement and Concrete Research Institute, **1980**, 464 p. CBI Research N° 3: 80.

COPELAND, L.E., KANTRO, D.L., VERBECK, G. *Chemistry of hydration of portland cement. Proceedings of the 4th International Symposium on the Chemistry of Cement*, Washington D.C., **1960**. Monograph 43, Washington D.C.: National Bureau of Standards, **1962**. pp. 429-465.

DE SCHUTTER, G. and TAERWE, L. *Degree of hydration-based description of mechanical properties of early age concrete*. *Materials and structures*, Juillet **1996**, Vol. 29, pp. 335-344.

FREIESLEBEN HANSEN, P. et PEDERSEN, E.J. *Maleinstrument til Kontrol af betons haerdning*. Nordisk betong, **1977**, Vol. 1, pp. 21-25.

JIANG, S.P., MUTIN, J.C. et NONAT, A. *Studies on mechanism and physico-chemical parameters at the origin of the cement setting-I The fundamental processes involved during the cement setting*. Cement and Concrete Research, **1995**, Vol. 25, n° 4, pp. 779-789.

McINTOSH, J.D. *Effect of low temperature curing on the compressive strength of concrete*. *Proceedings of the RILEM Symposium on Winter concreting*, Danish Insitute for Building Research, Copenhagen, **1956**. Copenhagen: Editeur inconnu, **1956**. Session B-II, pp. 3-17.

PARROTT L.J., GEIKER, M., GUTTERIDGE, W.A. et al. *Monitoring portland cement hydration: comparison of methods*. Cement and Concrete Research, **1990**, Vol. 20, pp. 919-926.

RASTRUP, E. *Heat of hydratation in concrete*. *Magazine of Concrete Research*, septembre **1954**, Vol. 6, n° 17, pp. 79-92.

REGOURD, M., GAUTIER, E. *Comportement des ciments soumis au durcissement accéléré*. Annales de l'ITBTP, Durcissement accéléré des bétons, deuxième partie: Les paramètres à connaître, Octobre **1980**, n° 387, pp. 83-96.

SAUL, A.G.A. *Principles underlying the steam curing of concrete at atmospheric pressure*. Magazine of Concrete Research, mars **1951**, Vol. 2, n° 6, pp. 127-140.

SORRENTINO, D. *La mesure de la cinétique d'hydratation des liants hydrauliques: un outil essentiel pour la maîtrise des propriétés à court terme*. Séminaire de la RILEM, Béton: du matériau à la structure, Arles, 11-12 septembre **1996**. 16 p.

TORRENTI J.M. *La résistance du béton au très jeune âge*. Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, mai-juin **1992**, n° 179, pp. 31-41.

ÜLM, F.J. et COUSSY, O. *Modelling of thermo-chemo-mechanical couplings of concrete at early ages*. ASCE Journal of Engineering Mechanics, juillet **1995**, Vol. 121, n° 7, pp. 785-794.

Van BREUGEL, K. *Simulation of hydration and formation of structure in hardening cement-based materials*. PhD Dissertation: Technical, University of Delft (Netherlands), novembre **1991**. 295 p.

VERBECK, G.J. et HELMUTH, R.H. *Structures and physical properties of cement paste*. Proceedings of the 5th International Symposium on the chemistry of cement, Tokyo, **1968**. Tokyo: Cement Association of Japan, **1969**. Session III-1, pp. 1-32.

Annexe II

ALEGRE R. (**1961**), *La calorimétrie des ciments au C.E.R.I.L.H.*, Publication Technique n° 119, C.E.R.I.L.H.

BRODA M., D'ALOÏA L., WALLER V., WIRQUIN E. (**2000**), *Maturométrie — Essais complémentaires 1999 — Rapport de synthèse* (CTG / LAMH / LCPC), Rapport du Projet National CALIBE

CHANVILLARD G., D'ALOÏA L. (**1996**), *Détermination de l'énergie d'activation apparente sur béton et mortier de béton équivalent* (ENTPE / CTG), Rapport du Projet National CALIBE.

GEOFFRAY J.-M. (**1998**), Groupe « *Anomalies de comportements rhéologiques des bétons* », Programme général d'étude, Fiche 3: Calcul de composition du mortier MBE, Fiche 4: Fabrication et malaxage du mortier MBE, Rapport du Projet National CALIBE.

GLUAIS A. (**1985**), « *Essai Quasi-Adiabatique sur béton (QAB)* »: projet de mode opératoire F.A.E.R. n° 1.30.12.3 du 14/03/85.

KADA-BENAMEUR H., WIRQUIN E., DUTHOIT B. (**2000**), *Determination of apparent activation energy of concrete by isothermal calorimetry*, Cement and Concrete Research **30** pp. 301-305

SCHWARTZENTRUBER A., CATHERINE C. (**2000**), *La méthode du mortier de béton équivalent (MBE) — Un nouvel outil d'aide à la formulation des bétons adjuvantés*, Materials and Structures **33** pp. 475-482



La bonne gestion des opérations de décoffrage des ouvrages en béton, de mise en tension des câbles de précontrainte et de manutention des éléments préfabriqués nécessite une mesure fiable de la résistance du béton dans l'ouvrage.

Une telle mesure appliquée à la peau du béton permet également de contrôler les aspects liés à la durabilité et à l'aspect du parement.

Le présent guide s'attache à définir les règles d'utilisation de la maturométrie comme outil de mesure de la résistance au jeune âge.

A reliable measurement of the compressive strength of in-place concrete is of great interest to construction firms regarding form work removal, very early safe prestressing and handling of precast concrete elements.

More over, the same measurement applied to the surface of concrete slabs makes it possible to control their quality and durability.

This technical handbook has been written by the French Community of Civil Engineering to clarify the use of the "Maturitt Method" on construction sites. It is a non-destructive testing method enabling one to estimate the in-place concrete strength at early age.