

---

# Effet des cendres volantes sur la formation d'ettringite différée (DEF): Analyses mécaniques et microstructurales

V-H. NGUYEN<sup>1,2</sup>, N. LEKLOU<sup>1</sup>, P. MOUNANGA<sup>1</sup>

<sup>1</sup>LUNAM Université, Université de Nantes – IUT Saint-Nazaire, GeM, CNRS UMR 6183, Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique, France

<sup>2</sup>Water Resource Engineering Department, Danang University of Technology, Vietnam

[nordine.leklou@univ-nantes.fr](mailto:nordine.leklou@univ-nantes.fr)

[van-huong.nguyen1@etu.univ-nantes.fr](mailto:van-huong.nguyen1@etu.univ-nantes.fr)

[pierre.mounanga@univ-nantes.fr](mailto:pierre.mounanga@univ-nantes.fr)

---

**RÉSUMÉ.** La formation différée d'ettringite (Delayed Ettringite Formation – DEF) est un type d'attaque sulfatique interne des bétons provoquée par des historiques de températures supérieures à 70°C au jeune âge. Dans cet article, l'effet des cendres volantes sur l'expansion des mortiers due à la DEF a été étudié. Les mortiers ont été préparés en remplaçant une partie du ciment par des cendres volantes, avec trois différents dosages (10, 20 et 30%). Ces mortiers ont été soumis à une cure thermique au jeune âge. Des essais d'expansion, de résistance mécanique, de module d'élasticité dynamique, de porosité au mercure et d'analyse thermogravimétrique ont été réalisés sur ces mortiers sur une période de plus 500 jours après leur fabrication. La microstructure des échantillons a également été observée par microscopie électronique à balayage (MEB). Les résultats obtenus mettent en évidence l'effet d'atténuation des cendres volantes sur la DEF.

**ABSTRACT.** Delayed Ettringite Formation (DEF) is a type of internal sulfate attack caused by heat-induced decomposition of ettringite formed during the initial hydration of cement submitted to temperatures higher than 70°C. In this paper, the effect of fly ash on the expansion of cement mortars caused by DEF was investigated. For this purpose, a portion of cement was replaced by fly ash, with three different dosages (10, 20 and 30%). The mortars were heat-cured at early-age, and tests of expansion, strength, dynamic elastic modulus, mercury porosity and thermogravimetric analysis were carried on these mortars over a period of 500 days. Additionally, scanning electron microscopy (SEM) observations were realized. The results obtained highlighted the mitigation effects of fly ash on DEF.

**MOTS-CLÉS :** formation d'ettringite différée, expansion, mortiers, cendres volantes, traitement thermique.

**KEY WORDS:** delayed ettringite formation, expansion, mortars, fly ash, heat curing.

---

## 1. Introduction

La formation différée d'ettringite (encore souvent appelée « Delayed Ettringite Formation » ou DEF) par réaction sulfatique interne (RSI) est un type d'attaque sulfatique interne qui peut se développer dans les matériaux cimentaires, lorsque ceux-ci ont été soumis à des températures de plus de 70°C au jeune âge [TAY 01 ; PAV 12]. Cet échauffement peut être dû à l'étuvage des bétons lors de la préfabrication ou à l'exothermicité du processus d'hydratation du ciment dans le cas de pièces massives en béton. Les désordres consécutifs aux gonflements dus à la DEF correspondent à des phénomènes de fissuration multidirectionnelle, conduisant à une diminution des performances mécaniques et des paramètres de durabilité du béton dégradé [ZHA 02; PAV 12 ; NGU 13].

Des études antérieures ont montré que certaines additions pouzzolaniques étaient efficaces dans la prévention de la formation d'ettringite différée. Ramlochan et al. [RAM 03] ont observé que l'utilisation de la fumée de silice en substitution partielle du ciment à hauteur de 8% permettait de retarder le début de l'expansion, en raison de la faible perméabilité des mortiers due à la fumée de silice, sans toutefois contrôler l'expansion à long terme liée à la DEF. Ils ont également montré qu'une faible proportion de métakaolin (environ 8% ou plus) permettait de réduire voire d'éliminer l'expansion à long terme liée à DEF. Selon les auteurs, ceci serait dû à la teneur élevée en  $Al_2O_3$  dans le métakaolin et à l'effet de réduction de la lixiviation de l'hydroxyde alcalin de la solution interstitielle. Pour les laitiers de haut fourneau, le taux à substituer au ciment pour pouvoir supprimer l'expansion à long terme avec la plupart des ciments est d'environ 25%. Mais, des taux plus élevés peuvent être nécessaires si les ciments utilisés ont des teneurs très élevées en sulfates ou en alcalins. La quantité de cendres volantes exigée pour supprimer l'expansion dépend de leur composition. Les cendres volantes avec une faible concentration en chaux semblent être plus efficaces lorsqu'elles sont utilisées avec de faibles taux de substitution (15–25%) alors que les cendres volantes avec une forte concentration en chaux peuvent être efficaces à des taux de substitution plus élevés (25–35%). Plus récemment, les études de Nguyen et al. [NGU 13] sur l'effet de pouzzolane naturelle sur la DEF montrent que la finesse de la pouzzolane naturelle influence significativement la cinétique d'expansion due à la DEF : une pouzzolane naturelle finement broyée utilisée en remplacement partiel du ciment peut réduire ou même éliminer l'expansion de la DEF. Au contraire, la substitution du ciment par de la pouzzolane naturelle grossière est non seulement inefficace, mais accélère encore le phénomène d'expansion [NGU, 13]. Selon ces auteurs, ceci s'expliquerait par au moins trois facteurs : 1) les réactions pouzzolaniques qui permettent de réduire la quantité d'hydroxyde, 2) la réduction de la quantité de sulfates dans le mortier liée à la diminution du dosage en ciment, et 3) la teneur élevée en  $Al_2O_3$  dans la pouzzolane naturelle. En outre, la finesse de la pouzzolane, qui conditionne la microstructure du matériau, influence indirectement la formation d'ettringite différée.

Néanmoins, les études sur les effets des additions minérales sur la DEF sont encore relativement rares. Dans ce contexte, l'étude expérimentale présentée dans cet article vise à fournir des données expérimentales originales afin de caractériser l'influence des cendres volantes sur le développement de l'expansion liée à la DEF.

## 2. Protocole expérimental

### 2.1. Matériaux

#### 2.1.1 Ciment

Pour cette étude, un ciment Portland Ordinaire (CEM I 52,5R en respect avec la norme Européenne NF EN 197-1) a été utilisé. Ce ciment est caractérisé par une finesse Blaine de 4000 cm<sup>2</sup>/g et une masse volumique absolue de 3,09 g/cm<sup>3</sup>. Les fractions massiques de ses principales phases, fournies par le fabricant, sont : 66% de C<sub>3</sub>S ; 13% de C<sub>2</sub>S ; 11% de C<sub>3</sub>A ; 7 % de C<sub>4</sub>AF et 6% de gypse. La composition chimique élémentaire de ce ciment est donnée dans le tableau 1.

**Tableau 1.** Composition chimique du ciment (% g/g massique)

| Ciment     | SiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | CaO  | MgO | SO <sub>3</sub> | K <sub>2</sub> O | Na <sub>2</sub> O | Na <sub>2</sub> Oéq |
|------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|-----|-----------------|------------------|-------------------|---------------------|
| Teneur (%) | 19,5             | 5,2                            | 2,3                            | 64,2 | 0,9 | 3,5             | 1,07             | 0,07              | 0,77                |

#### 2.1.2 Sable

Le sable normalisé siliceux de Leucate (0-2 mm) a été utilisé, conformément aux normes EN 196-1 et ISO 679, ce sable est non réactif vis-à-vis du phénomène d'alcali-réaction selon la norme NF-P 18-590.

#### 2.1.3 Additions minérales : Cendre Volante

La cendre volante (noté CV) choisi pour notre étude est une cendre volante silico-alumineuses de type II, leur composition chimique est riche en silice et en alumine, elle correspond à la classe F des classifications canadienne et des USA. Cette cendre volante est caractérisée par une finesse Blaine de 3400 cm<sup>2</sup>/g et une masse volumique réelle de 2,10 g/cm<sup>3</sup>. Le détail des compositions chimiques élémentaires et l'indice pouzzolanique de la cendre volante sont donnés dans les tableaux 2 et 3.

**Tableau 2.** Composition chimique de la cendre volante (% g/g massique)

| Éléments   | SiO <sub>2</sub> + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | CaO  | Cl    | SO <sub>3</sub> | K <sub>2</sub> O | Na <sub>2</sub> O | Na <sub>2</sub> Oéq |
|------------|--|------|-------|-----------------|------------------|-------------------|---------------------|
| Teneur (%) | 82,88  | 2,05 | 0,006 | 0,24            | 4,07             | 0,53              | 3,21                |

**Tableau 3.** Indice pouzzolanique de la cendre volante.

| Indice pouzzolanique (EN – 196-1) | valeur |
|-----------------------------------|--------|
| 28 jours                          | >75%   |
| 90 jours                          | >85%   |

### 2.1.4 Mélanges

Pour la fabrication de mortiers, la cendre volante en substitution du ciment Portland ordinaire a été incorporée dans des mortiers avec trois taux de substitution massique de 10, 20 et 30 %. Les différents mortiers ont été confectionnés suivant la norme [EN 196-1] avec un rapport E/L égale à 0,56 et S/L égale à 3. Les mortiers ont été coulés dans des moules métalliques de dimensions 40 x 40 x 160 mm. Des plots métalliques inoxydables ont été fixés sur certains moules afin de mesurer les expansions dus à la DEF. Tous les essais des mortiers fabriqués avec la cendre volante ont été mesurés et comparés aux propriétés d'un mortier témoin (Ref). Pour amplifier l'apparition de l'expansion, 3,1% (en masse de liant) de sulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) ont été ajoutés aux mortiers [ESC 07 ; LEK 13]. Il a été dissous dans l'eau de gâchage avant son introduction dans le bol du malaxeur. La composition des mortiers normalisés [EN 196-1] est donnée dans le tableau 4.

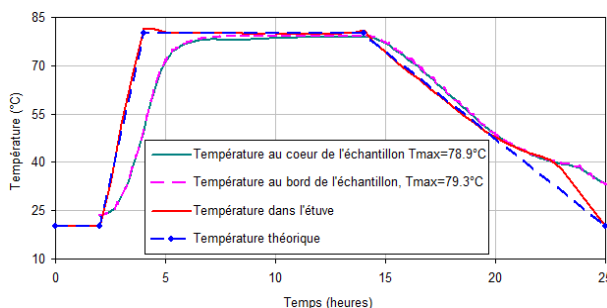
**Tableau 4.** Formulations des mortiers.

| Mélanges                     | Ref   | CV10  | CV20  | CV30  |
|------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| Ciment (g)                   | 450   | 405   | 360   | 315   |
| Cendre volante (g)           | 0     | 45    | 90    | 135   |
| sable normalisé(g)           | 1350  | 1350  | 1350  | 1350  |
| Eau (g)                      | 225   | 252   | 252   | 252   |
| $\text{Na}_2\text{SO}_4$ (g) | 13,95 | 13,95 | 13,95 | 13,95 |

## 2.2. Procédures expérimentales

### 2.2.1 Traitement thermique et condition de conservation

Comme il a été montré dans la littérature, la température de cure des bétons joue un rôle essentiel pour le développement de la réaction sulfatique interne. Par conséquent, nous avons appliqué à nos éprouvettes de béton un cycle thermique de courte durée représenté par la Figure 1.



**Figure 1.** Cycle de température imposé au mortier

Ce traitement thermique est représentatif d'un traitement réalisé dans une usine de préfabrication. Des thermocouples ont été noyés au préalable dans nos éprouvettes afin de vérifier l'évolution de la température au cours du traitement. Les moules ont été placés dans une étuve programmable permettant de reproduire le cycle thermique. Lors du traitement thermique, les moules sont couverts par une plaque métallique pour éviter une perte d'eau trop importante et ainsi conserver une humidité relative proche de la saturation (90-100%). Les éprouvettes sont ensuite démoulées et conservées dans des bacs contenant 1,25 litre d'eau à  $20^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$  dont l'eau de conservation est fréquemment renouvelée durant l'étude. La fréquence du renouvellement de l'eau est d'une fois par semaine pendant les huit premières semaines, puis une fois toutes les deux semaines jusqu'à la vingt quatrième semaine, et ensuite une fois toutes les quatre semaines.

### 2.2.2 Méthodes expérimentales

**Mesures dimensionnelles** : L'allongement des éprouvettes a été mesuré avec un extensomètre d'une précision de  $1\ \mu\text{m}$ . Chaque point du graphique est issu de la moyenne des expansions mesurées sur trois éprouvettes.

**Propriétés mécaniques : Résistances mécaniques et module d'élasticité dynamique** : Le module d'élasticité dynamique ( $E_{\text{dyn}}$ ) a été mesuré en parallèle des mesures dimensionnelles avec un appareil Grindosonic®, en exploitant une technique d'excitation par impulsion. Les premières mesures ont été réalisées immédiatement après le démoulage et à chaque renouvellement d'eau. Les essais de mesure de la résistance à la compression ont été déterminés conformément à la procédure de la norme européenne NF EN 196-1.

**Porosimétrie au mercure** : Les essais de porosimétrie ont été menés avec un porosimètre à mercure type Autopore IV 9500. Ce dispositif permet de déterminer la distribution de taille des pores des solides poreux. Les échantillons de mortier sont prélevés par sciage, leurs dimensions sont d'environ  $10\times 10\times 20\ \text{mm}$ . Les échantillons sont ensuite séchés dans une étuve à  $40^{\circ}\text{C}$  en présence de gel de silice jusqu'à ce que la masse d'échantillons soit stabilisée (environ 14 jours). Pour chaque formulation étudiée, un essai de porosité à mercure a été réalisé à différentes échéances : avant, pendant et après la dégradation afin de constater l'évolution de la porosité des échantillons tout au long de la DEF.

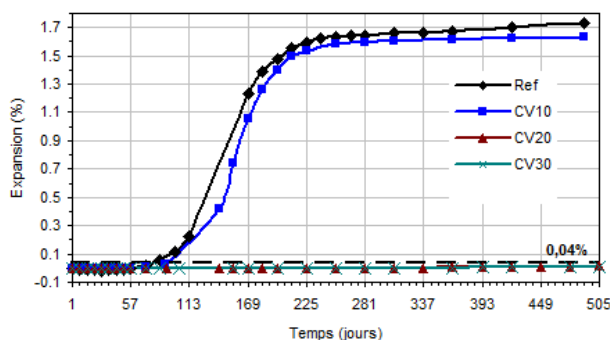
**Observations microscopiques** : Le microscope électronique à balayage (MEB) utilisé pour les observations est un ZEISS EVO@40 équipé d'un détecteur d'électron rétrodiffusé (BSE).

**Analyse thermogravimétrique** des échantillons prélevées sur les éprouvettes a été effectuée avec un appareil METTLER TOLEDO TGA/DSC 1 afin de déterminer les teneurs de phases solides caractéristiques du mortier atteint de la DEF.

## 3. Résultats et discussions

### 3.1. Variations dimensionnelles des mortiers

La figure 2 représente le suivi dimensionnel au cours du temps des mortiers de référence (Ref) et ceux incorporant de la cendre volante à 10, 20 et 30%(CV10, CV20 et CV30).



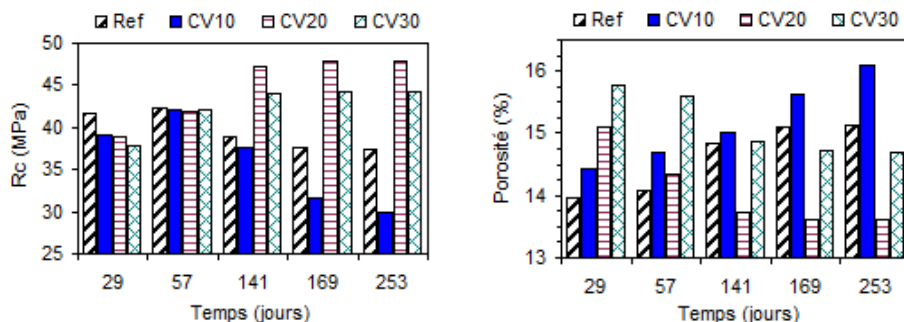
**Figure 2.** Courbes d'expansions des mortiers témoin (Ref) et des mortiers confectionnés avec la cendre volante à 10, 20 et 30%(CV10, CV20 et CV30).

A la vue de ces résultats, on constate que les éprouvettes de mortiers de référence (Ref) et les éprouvettes de mortiers qui ont été confectionnées avec 10 % de cendre volante (CV10), montrent un gonflement important (supérieur à 0,04%) mesuré à 100 jours et on observe que l'évolution des expansions se développe sous la forme de sigmoïde. Une expansion de 0,04 % est un seuil arbitraire qui a déjà été utilisé dans la littérature [PET 04] pour mettre en évidence une expansion significative. La Figure 2 met également en évidence que les autres mortiers confectionnés avec 20 et 30 % de cendre volante (CV20 et CV30) âgés de plus de 500 jours ne montrent pas d'expansion significative (inférieur à 0,04%).

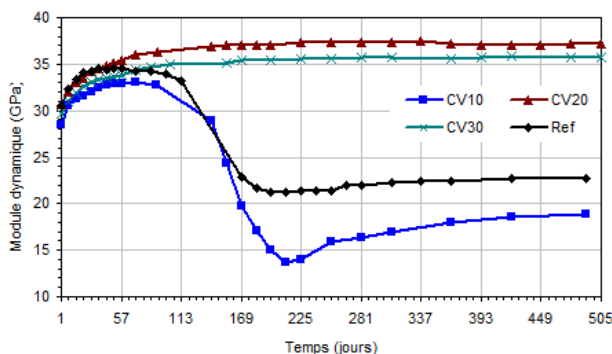
Nos résultats montrent que le mortier contenant 10% de cendre volante en substitution du ciment n'a pas de capacité d'inhibition de l'expansion due à la DEF, par contre, des remplacements de 20 et 30% permettent de réduire, voire d'éliminer l'expansion à long terme.

### 3.2. Evolution des propriétés mécaniques : résistance à la compression, module d'Young et porosité

Les figures 3 et 4 présentent les évolutions de la résistance à la compression, de la porosité et du module d'Young dynamique mesuré à différents stade expansions due à la formation d'ettringite différée des mortiers de référence (Ref) et des différents mortiers confectionnés avec la cendre volante (CV10, CV20 et CV30).



**Figure 3.** Evolution de la résistance à la compression et de la porosité des mortiers témoin (Ref) et des mortiers confectionnés avec la cendre volante à 10, 20 et 30% (CV10, CV20 et CV30).



**Figure 4.** Evolution des modules dynamiques (module d'Young) porosité des mortiers témoin (Ref) et des mortiers confectionnés avec la cendre volante à 10, 20 et 30% (CV10, CV20 et CV30).

Les figures 3 et 4 comparent la résistance à la compression, le module d'Young et la porosité des mortiers étudiés. A la vue de ces résultats, on observe que :

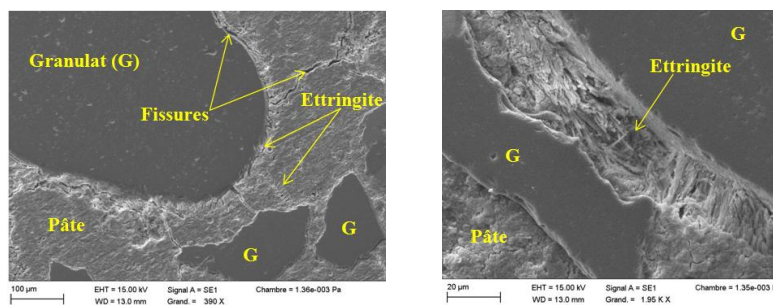
- les mortiers CV20 et CV30, ne développant aucun gonflement, présente une augmentation croissante des résistances à la compression, une réduction progressive de la porosité et une hausse lente et progressive du module dynamique au cours du temps. Cela correspondrait, à l'amélioration des propriétés mécaniques associée au processus classique d'hydratation.
- par contre, dans le cas des mortiers de référence (Ref) et CV10 atteint de DEF, on constate que la cinétique du gonflement est directement corrélée à l'évolution des résistances mécanique, du module dynamique et de la porosité. En effet, on observe que la résistance mécanique et le module s'améliore lentement dans un premier temps (effets du développement normal de l'hydratation), puis diminue légèrement se qui correspondrait à la période

initiale et à la période latente du mécanisme de la DEF. Ensuite, dans la phase d'accélération des expansions on observe une chute brutale du module dynamique. Cette chute est traduite par une diminution des caractéristiques mécaniques due à l'endommagement du mortier (fissuration). Enfin, on note une nouvelle augmentation progressive du module dynamique. La porosité elle-même augmente progressivement au cours du temps pour se stabiliser aux alentours de 15 à 16%.

Nos résultats montrent que le mortier contenant 20% de cendre volante (CV20) en substitution du ciment a de très bonnes propriétés mécaniques au cours du temps, contrairement à 10 % (CV10).

### 3.3. Observations microscopiques

Les photos MEB obtenues figure 5 sont issues d'observations réalisées sur des éprouvettes de mortier confectionnées avec 10% de cendre volante (CV10) en fin de gonflement (palier).



**Figure 5.** Images BSE d'une surface polie du mortier CV10 à 253 jours (1,57% d'expansion).

Les examens montrent clairement que de l'ettringite sous forme de large bande à l'aspect comprimé est présente de manière quasi systématique à la fois dans la pâte et également aux interfaces pâte-granulats. Cette ettringite ne remplit pas toujours toute l'interface. On constate également l'apparition d'un grand nombre de fissures supplémentaires dans la pâte et aux interfaces pâte-granulats se qui se traduit par une réduction considérable de la cohésion du liant.

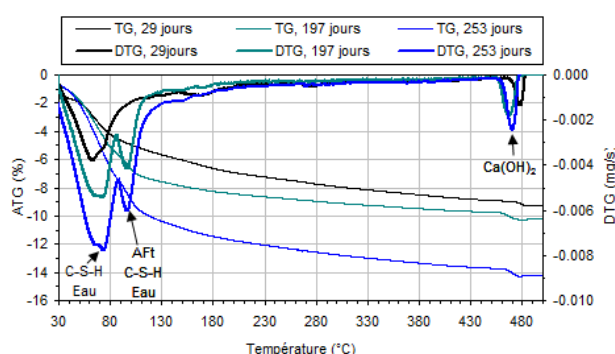
### 3.4. Analyse thermogravimétrique

La Figure 6 présente les courbes ATG et DTG pour les échantillons de mortier CV10 à 29 jours (aucune expansion due à la DEF – courbe de référence), 197 jours (expansion de 1.40%) et à 253 jours (expansion de 1.59%).

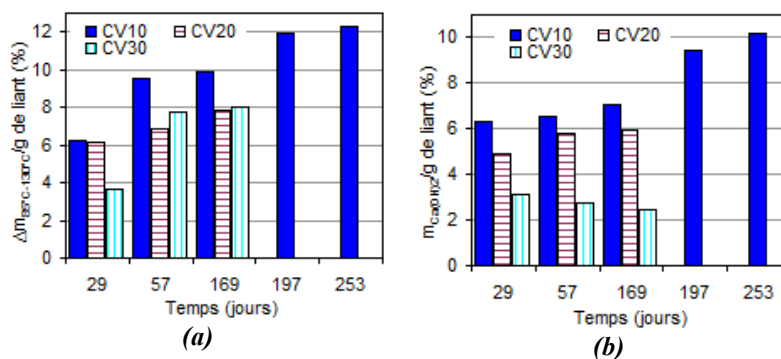
Les résultats des analyses DTG mettent en évidence l'apparition d'un nouveau pic à partir de 197 jours situé entre 85°C et 130°C par rapport à la courbe enregistrée à 29 jours où les expansions sont nulles. Nous n'avons pas observé ce pic pour les échantillons de mortiers CV20 et CV30 ne montrant pas d'expansions.



On constate figure 7.a que ce pic se traduit par une perte de masse des composés se situant dans cet intervalle de température de 85°C à 130°C plus importante pour les échantillons de mortier CV10 au cours des essais d'analyse thermogravimétrique par rapport aux échantillons CV20 ou CV30. La figure 7.b montre l'efficacité de la consommation de la portlandite par la réaction pouzzolanique de la cendre volante. On constate que la teneur en  $\text{Ca(OH)}_2$  est la plus importante pour les échantillons de mortier CV10 qui ont montrés de forte expansion, contrairement aux échantillons de mortier CV20 et surtout CV30



**Figure 6.** Evolution du profil des courbes ATG et DTG pour les éprouvettes CV10



**Figure 7.** Evolution de la perte de masse des composés se situant dans un intervalle de température de 85°C à 130°C (a) et de la teneur en portlandite (b) à différentes échéances de l'évolution de l'expansion (de 29 à plus de 250 jours) des mortiers étudiés.

L'efficacité des cendres volantes à inhiber, voire à éliminer l'expansion à long terme des mortiers de ciment est considérée comme la combinaison de plusieurs facteurs : Tout d'abord, la forte teneur en  $\text{Al}_2\text{O}_3$  des cendres volantes conduit à la réduction du rapport  $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  et réduit donc le potentiel d'expansion de la DEF [HEI 87] ; par ailleurs, la consommation de  $\text{Ca(OH)}_2$  par réaction pouzzolanique,

est proportionnelle au dosage en cendres volantes, comme le montre la figure 7b, cela va par la suite engendrer une diminution du pH de la solution interstitielle, réduisant ainsi l'absorption de sulfate par les C-S-H pendant le traitement thermique, et donc le potentiel de développement de la DEF. En outre, Min et al. [MIN, 94] ont montré que lorsque la concentration en  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  était faible, des ions  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  pouvaient migrer plus librement, et l'ettringite peut précipiter au hasard dans la solution interstitielle sans expansion.

#### 4. Conclusion

Les résultats présentés dans cette communication permettent de tirer les conclusions principales suivantes :

- la cendre volante type II utilisée à 20% ou plus en substitution de ciment est efficace pour inhiber voire éliminer l'expansion liée à la DEF à long terme tout, en gardant de bonnes propriétés mécaniques ;
- la cendre volante type II utilisée à 10% à montrer de forte expansion qui s'est répercuté sur les propriétés mécaniques et la porosité ;
- enfin, nous avons pu constater que la consommation de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  par réaction pouzzolanique, est proportionnelle au dosage en cendres volantes ce qui a pour conséquence, de réduire le développement de la DEF.

#### 5. Bibliographie

- [ESC 07] ESCADEILLAS G., AUBERT J.E., SEGERER M., PRINCE W., «Some factors affecting delayed ettringite formation in heat-cured mortars», *Cement and Concrete Research*, vol. 37, n°10, 2007, p. 1445–1452.
- [HEI 87] HEINZ D., LUDWIG U., «Mechanism of secondary ettringite formation in mortars and concretes subjected to heat treatment», in: *J.M. Scanlon (Ed.), Concrete Durability, Katherine and Bryant Mather Int. Conf., ACI SP-100, American Concrete Institute, Detroit*, vol. 2, 1987, p. 2059–2071.
- [LEK 13] LEKLOU N., AUBERT J.E., ESCADEILLAS G., «Influence of various parameters on heat-induced internal sulphate attack», *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 17, n°3, 2013, p. 141-153.
- [MIN 94] MIN D., MINGSHU T., «Formation and expansion of ettringite crystals», *Cement and Concrete Research*, vol. 24, n°1, 1998, p. 119–126.
- [NGU 13] NGUYEN V.H., LEKLOU N., MOUNANGA P., BONNET S., «The Effect of Natural Pozzolan on Accelerated Delayed Ettringite Formation: Mechanical and Microstructural Investigations», *Proceedings International Conference on*

*Advances in Cement and Concrete Technology in Africa*, Johannesburg, South Africa, 28-30 January 2013, p. 673-680.

- [PAV 12] PAVOINE A., BRUNETAUD X., DIVET L., «The impact of cement parameters on Delayed Ettringite Formation», *Cement and Concrete Composites*, vol. 34, N° 4, 2012, p. 521– 528.
- [PET 04] PETROV N., TAGNIT-HAMOU A., «Is microcracking really precursor to DEF and consequent expansion? », *ACI Materials Journal*, vol. 101, n°6, 2004, p. 442-447.
- [RAM 03] RAMLOCHAN T., ZACARIAS P., THOMAS M.D.A., HOOTON R.D., «The effect of pozzolans and slag on the expansion of mortars cured at elevated temperature, Part I: Expansive behaviour», *Cement and Concrete Research*, vol. 34, n°8, 2003, p. 1341-1356.
- [TAY 01] TAYLOR HFW., FAMY C., SCRIVENER KL., «Delayed ettringite formation», *Cement and Concrete Research*, vol. 31, n° 5, 2001, p. 683– 693.
- [ZHA 02] ZHANG Z., OLEK J., DIAMOND S., «Studies on delayed ettringite formation in early-age, heat-cured mortars: I. Expansion measurements, changes in dynamic modulus of elasticity, and weight gains», *Cement & Concrete Research*, vol.32, n°11, 2002, p.1729–1736.