HAL
open science

Comportement chimio-mécanique du béton lixivié à l'échelle locale

Mouad Jebli, Frédéric Jamin, Mohamed El Omari, Eric Garcia-Diaz, Moulay Saïd El Youssoufi

To cite this version:

Mouad Jebli, Frédéric Jamin, Mohamed El Omari, Eric Garcia-Diaz, Moulay Saïd El Youssoufi. Comportement chimio-mécanique du béton lixivié à l'échelle locale. 1e Congrès International sur les Ingénieries Civile, Mécanique et Electrique pour l'Energie, Nov 2015, Marrakech, Maroc. hal-01412391

HAL Id: hal-01412391

https://hal.science/hal-01412391v1

Submitted on 8 Dec 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Comportement chimio-mécanique du béton lixivié à l'échelle locale

M. Jebli[1,2,3], F. Jamin[1,4], M. El Omari[2], E. Garcia-Diaz[3], M.S. El Youssoufi[1,4]

[1] *Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC), Université de Montpellier, CNRS, Montpellier, France.*
[2] *Laboratoire d'Automatique de l'Environnement et Procédés de Transferts (LAEPT), Université Cadi Ayyad, Marrakech, Maroc.*
[3] *Centre des Matériaux des Mines d'Alès (C2MA), Ecole des Mines d'Alès, Alès, France.*
[4] *Laboratoire de Micromécanique et d'Intégrité des Structures (MIST), IRSN, CNRS, Université de Montpellier.*
E-mail : mouad.jebli@univ-montp2.fr

Résumé : *Cette communication présente une étude expérimentale de caractérisation du comportement chimio-mécanique à l'échelle locale des bétons sain et dégradé par lixiviation. Un protocole expérimental a été mis au point pour étudier les effets du mécanisme de lixiviation du calcium au niveau de la zone de transition interfaciale (ITZ) sur les propriétés mécaniques du béton à l'échelle de locale. Compte tenu de la lenteur du temps caractéristique du phénomène de lixiviation, la mise en situation expérimentale au laboratoire est accélérée en remplaçant l'eau par une solution de nitrate d'ammonium. Afin de quantifier le développement et la cinétique de dégradation au niveau de la liaison cimentée, les fronts de lixiviation du béton sont caractérisés à différents degrés de dégradation en utilisant la phénolphtaléine comme traceur. Des essais mécaniques locaux, de compression et de traction, sont réalisés sur des échantillons constitués de deux granulats liés par une pâte de ciment. Les essais portent sur les échantillons sains à différents stades d'hydratation et sur les échantillons lixiviés à différents stades de dégradation chimique. Les résultats obtenus montrent l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques des échantillons, et permettent de corréler l'avancement de la lixiviation à l'évolution de ces propriétés à l'échelle locale considérée.*

1. INTRODUCTION

La dégradation chimique du béton par lixiviation est le résultat d'une attaque par l'eau qui conduit à la dissolution des hydrates de la pâte de ciment [1], notamment des espèces contenant du calcium (Ca^{2+}). La portlandite (CH) est le premier minéral dissout dans le processus de lixiviation, suivi par la décalcification progressive du silicate de calcium hydraté (C-S-H) au cours du temps ([2], [3]). Cette dégradation, qui se développe à partir de la surface par diffusion des produits dissouts vers l'extérieur, mène à une augmentation importante de la porosité du béton. Progressivement, les propriétés physico-chimiques et mécaniques du béton s'en trouvent modifiées et une perte de rigidité ainsi que de résistance du béton sont constatées [4]. La plupart des études expérimentales concernant l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires sont réalisées à l'échelle macroscopique ([3], [5], [6]) et montrent que la rigidité du béton est considérablement réduite après la dissolution totale de la portlandite et la dissolution progressive du silicate de calcium hydraté. On note également que la modification de la microstructure favorise la ductilité du matériau chimiquement dégradé. Cependant, l'effet du processus de lixiviation sur l'ITZ reste peu abordé dans la littérature, bien que la présence des granulats semble devoir influencer ce processus (Fig.1) et donc le comportement mécanique du béton lixivié [5].

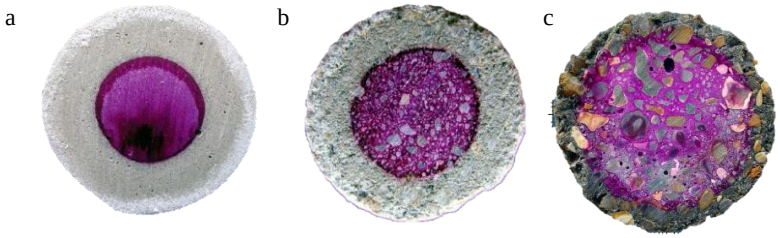

Fig.1. Comparaison de l'évolution de la dégradation pour (a) pâte de ciment (b) mortier (c) béton [5]

Il y a donc un intérêt certain à réaliser des investigations à l'échelle locale en vue de comprendre le mécanisme de dégradation par lixiviation et de caractériser l'effet de la lixiviation au niveau de l'ITZ sur les propriétés mécaniques à cette échelle. L'ITZ peut être considérée comme une phase supplémentaire introduite par la présence des granulats [7]. Elle est caractérisée par une porosité très élevée et une haute concentration de la portlandite [8] ce qui facilite la diffusion du calcium.

La lixiviation par l'eau d'une éprouvette de pâte de ciment est un processus de dégradation très lent [1]. Il est alors nécessaire, pour des expérimentations en laboratoire, de recourir à des techniques permettant d'accélérer ce phénomène sans en altérer les principaux traits. Parmi les techniques existantes, on peut citer l'application d'un champ électrique [9], l'augmentation de la température [10] ou l'immersion des échantillons dans une solution de nitrate d'ammonium (NH_4NO_3). Cette dernière technique a été choisie par plusieurs auteurs ([3], [6], [11], [12], [13]) car elle provoque une dégradation similaire à ce que l'on constate dans le cas de l'eau, mais avec un temps caractéristique bien plus court.
L'étude proposée constitue une contribution à la caractérisation expérimentale de l'impact de la dégradation chimique par lixiviation des matériaux cimentaires sur les propriétés mécaniques à l'échelle de l'interface pâte de ciment-granulat. Dans ce contexte, une première étude [14] a été réalisée sur la caractérisation du comportement du béton à l'échelle de l'interface ciment-granulat d'échantillons sains, lors du processus d'hydratation en modifiant les conditions de conservation des échantillons par rapport à l'étude précédente [14]. Les interactions à cette échelle sont analysées expérimentalement à travers les résultats d'essais mécaniques de compression et de traction réalisés avec un dispositif spécifique.

2. MATERIAUX

Les échantillons sont constitués de deux granulats sphériques de calcite de 8 mm de diamètre, liés par une pâte de ciment CEM II/B 32,5 portland avec un rapport E/C de 0,5 (Fig 2a). La distance entre les deux granulats est fixée à 1,7 mm par l'intermédiaire d'un support spécifique (Fig 2b) qui assure la répétabilité de la distance entre les grains et le parallélisme des trous. L'échantillon obtenu a un diamètre de 8 mm et une hauteur totale d'environ 18 mm. Cette géométrie spécifique des échantillons nous permet de considérer le béton comme triphasique : granulat – ITZ – pâte de ciment (Fig 2c). Ainsi, on peut suivre l'effet direct de la lixiviation au niveau de l'interface pâte de ciment-granulats sur la durabilité du matériau cimentaire.

a

Granulats	
Type	Calcite
Densité	2,6 g / cm^3
Diamètre	8,26 $^{\pm 0,09}$ mm
Pâte de ciment	
Formule	CEM II/B-LL 32,5N
E/C	0,5 (eau distillée)
Masse	0,5 g / échantillon
Densité	2,22 $^{\pm 0,22}$ g/cm^3

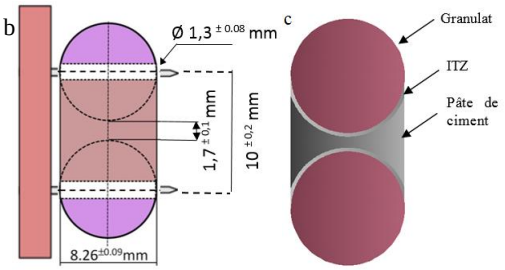

Fig. 2. (a) Caractéristiques des matériaux, (b) Dimensions de l'échantillon et (c) Illustration des trois phases de l'échantillon de béton.

3. PROTOCOLES EXPERIMENTAUX

Après fabrication, tous les échantillons sont démoulés au bout de 24 heures d'hydratation et sont immédiatement plongés dans de l'eau saturée en chaux à une température de 21°C, afin de limiter les effets des retraits endogène et de dessiccation. Pour la série saine, les échantillons sont testés à différents stades d'hydratation de 1 à 40 jours. Pour la série dégradée, les échantillons sont maintenus dans un environnement endogène les 40 premiers jours, et sont ensuite plongés dans un bain de solution de nitrate d'ammonium de concentration égale à 6 moles / litre dont le pH initial est égal à 6 et est contrôlé en continu avec un pH-mètre. Les échantillons sont testés à différents stades de dégradation, correspondant à des conditionnements de 1 à 101 heures. Les échantillons obtenus permettent ainsi de mesurer la profondeur de la dégradation chimique et de caractériser les propriétés mécaniques en fonction du temps de dégradation.
Pour les échantillons dégradés, la profondeur de lixiviation est mesurée par la méthode de pénétration de la phénolphtaléine qui réagit avec le pH de la solution interstitielle ([5], [6]). Lors de l'altération de la pâte cimentaire, le pH varie de la valeur initiale de la pâte (pH=13) à celui de la solution de nitrate d'ammonium (pH = 6). Ainsi, deux zones distinctes peuvent être observées : une zone saine de couleur rose et une zone dégradée de couleur grise.
Les échantillons sains et dégradés, à raison de quatre échantillons à chaque échéance de temps, ont été soumis à des essais de compression et de traction pour mesurer leurs rigidités et leurs résistances. Tous les essais ont été effectués sur une machine d'essai de type "Mechanical Testing Système" pourvue d'un capteur de force de 5000±10 N pour les essais de compression et de 500±1 N pour les essais de traction. L'évolution des échantillons lors des essais mécaniques de compression et de traction est enregistrée avec une caméra rapide Vision Research Phantom v12 dont la vitesse d'acquisition utilisée est de dix à quarante mille images par seconde (Fig.3a). Les essais mécaniques ont été réalisés avec une vitesse de déplacement constante de 10 µm/s au cours du chargement. La force et le déplacement sont enregistrés dans la direction axiale pendant l'essai ; le déplacement, bien qu'imposé lors de l'essai, est vérifié par les résultats de l'imagerie. Des accessoires

spécifiques ont été conçus et réalisés de manière à adapter les essais locaux aux conditions de sollicitations de la machine. Ces accessoires sont illustrés de façon sommaire sur la figure 3b qui présente le dispositif expérimental pour les essais de compression et de traction. Avant chaque essai, les dimensions et la masse exactes de chaque échantillon sont mesurées. Les essais permettent la caractérisation du comportement mécanique et de la rupture à l'échelle de la liaison cimentaire, avec une géométrie de l'échantillon proche de la réalité.

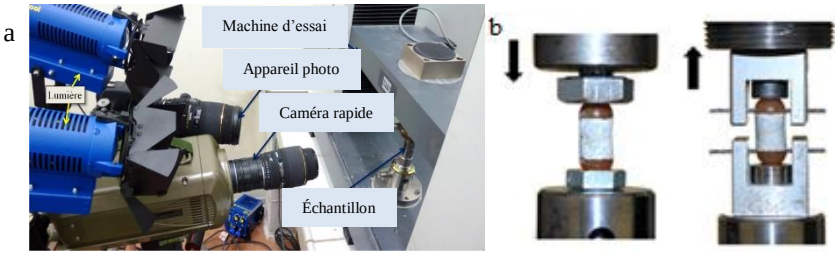

Fig. 3. a) Dispositif expérimental, b) Photos des supports pour les essais de compression (gauche) et de traction (droite).

4. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Dans cette partie, on présente l'ensemble des résultats obtenus au cours des essais mécaniques, de compression et de traction, sur des échantillons sains et sur des échantillons dégradés chimiquement par lixiviation.
Pour l'essai de compression, la fissuration se développe selon une génératrice (Fig. 4a), alors que pour l'essai de traction, la fissuration se développe à l'interface pâte de ciment-granulat (Fig. 4b).

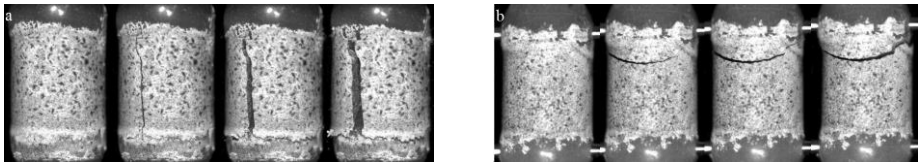

Fig. 4. Modes de fissuration lors des essais de compression (a) et de traction (b).

4.1. Echantillons sains

Les courbes force – déplacement, obtenues lors des essais de compression et de traction, sont présentées sur les figures 5a pour la compression et 5b pour la traction à différents stades d'hydratation au cours des 40 premiers jours.

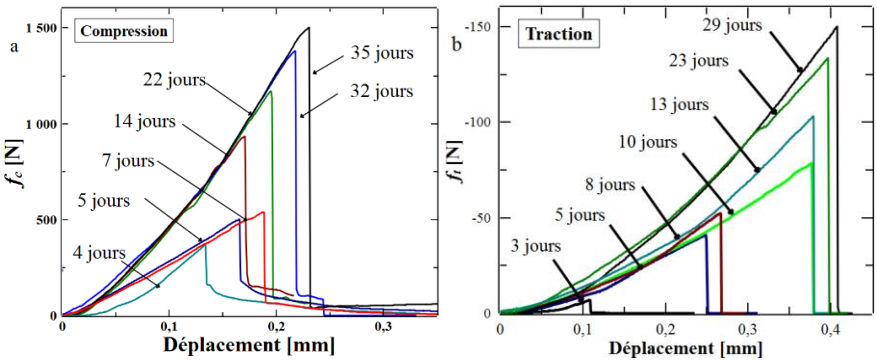

Fig. 5. Courbes force - déplacement lors des essais de compression (a) et de traction (b).

Ces figures montrent une augmentation rapide de la force à la rupture et de la raideur des échantillons au début de l'hydratation. On note des valeurs de raideur presque constantes au-delà d'une première période d'hydratation d'environ trois semaines. Les échantillons sollicités à l'essai de compression présentent un comportement légèrement ductile à très jeune âge (première semaine) qui devient de plus en plus fragile par la suite. Ces résultats confirment les tendances obtenues par [14] pour les essais de compression. Par contre, le conditionnement des échantillons étant différent de celui utilisé dans [14], on constate une augmentation de la force à la rupture pour les essais de traction en raison de la limitation des retraits à l'interface au cours du conditionnement.
Les valeurs de la force à la rupture notée $f(j)$ en fonction du temps d'hydratation j (en jours), pour les essais de compression et de traction, sont présentées sur la figure 6. On constate une augmentation des forces à la rupture

en compression et en traction au cours de l'hydratation, avec une baisse de vitesse d'évolution de la force après 28 jours. Comme pour l'échelle macroscopique, on note à l'échelle locale une bonne résistance à la compression et une faible résistance à la traction. On note également un rapport de dix entre les forces à la rupture en compression f_c (j) et en traction f_t (j), ce qui est également généralement observé à l'échelle macroscopique.

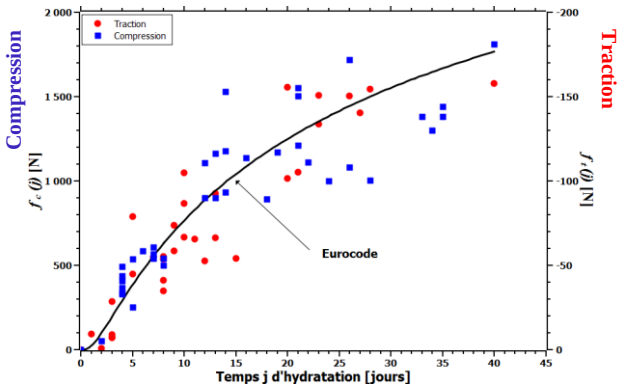

Fig. 6. Evolution de la force à la rupture en fonction du temps d'hydratation lors des essais mécaniques.

L'évolution de la force à la rupture en fonction du temps d'hydratation a pu être approchée par une fonction exponentielle, en se basant sur les équations (Eq.1) présentées dans l'Eurocode 2 [15], pour estimer les forces à la rupture obtenues expérimentalement en compression f_c (j) et en traction f_t (j) du béton à l'âge de j jours.

$$f_c(j) = \exp\left(s\left[1-\left(\frac{28}{j}\right)^{\frac{1}{2}}\right]\right) \times f_c(28) \quad ; \quad f_t(j) = \left(\exp\left(s\left[1-\left(\frac{28}{j}\right)^{\frac{1}{2}}\right]\right)\right)^{\alpha} \times f_t(28) \qquad \text{(Eq. 1)}$$

où f_c (28) = 1500 N et f_t (28) = 150 N sont les forces à la rupture à 28 jours, respectivement en compression et en traction des échantillons, s est un coefficient qui dépend du type de ciment et α est un exposant dépendant de l'âge du béton. Ces deux paramètres ont été déterminés par interpolation linéaire. Pour les résultats obtenus dans cette étude, s = 1 et α = 1. On peut noter par ailleurs que la valeur de α préconisée par l'Eurocode 2 pour des valeurs de j < 28 jours est également l'unité.

4.2. Echantillons dégradés

4.2.1. Essais de dégradation chimique : lixiviation

Après avoir versé de la phénolphtaléine sur les sections transversale et radiale des échantillons, deux zones distinctes peuvent être observées : une zone de couleur rose correspondant à la zone saine et une zone de couleur grise correspondant à la zone dégradée. Quelques illustrations sont présentées sur la figure 7 pour différents temps de dégradation. Des mesures de l'épaisseur de dégradation ont été effectuées dans chaque cas ; elles montrent une épaisseur de dégradation homogène, avec très peu de dispersion (de l'ordre de ± 0,1mm).
La cinétique de dégradation est régie par un processus de diffusion. Dans le cadre de cette étude, la figure 8a montre une évolution linéaire de l'épaisseur dégradée e en fonction de la racine carrée de la durée d'immersion dans la solution agressive de NH_4NO_3 de la forme :

$$e = k \times \sqrt{j} \qquad \text{(Eq. 2)}$$

où k est un coefficient permettant de prédire l'ampleur de la dégradation au cours du temps et dépend du type de ciment et des caractéristiques de la méthode d'accélération. Les pesées des échantillons avant et après l'essai de dégradation permettent d'établir l'évolution de la perte de masse en fonction de la durée de l'essai (Fig. 8b).
Cette évolution de la cinétique de dégradation et de la perte de masse a été montrée expérimentalement par d'autres auteurs ([3], [12]) ayant utilisé la même méthode d'accélération de la dégradation sur des échantillons macroscopiques

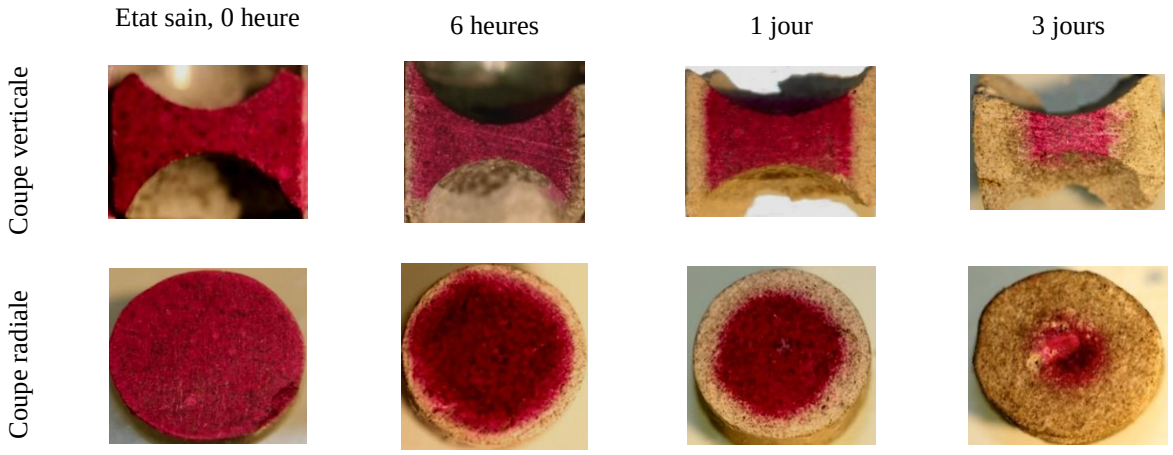

Fig. 7. Mise en évidence de l'épaisseur dégradée dans le sens radial au moyen de la phénolphtaléine au cours du temps.

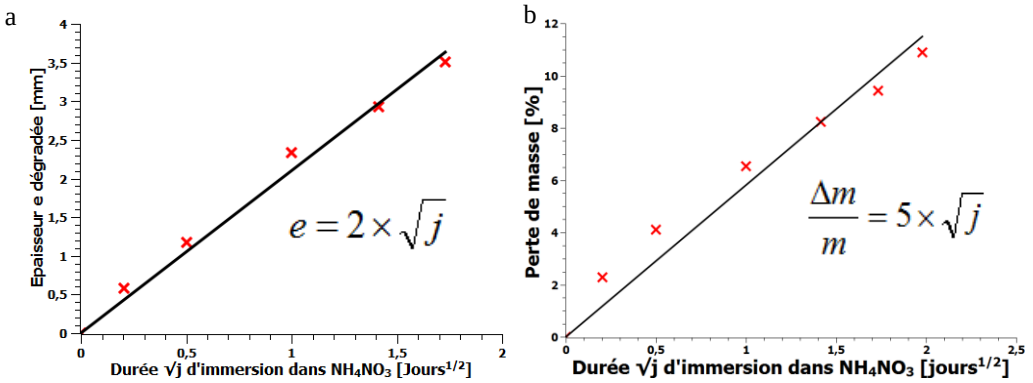

Fig. 8. Evolution de l'épaisseur dégradée et de la perte de masse en fonction de la durée d'immersion dans le nitrate d'ammonium.

4.2.2. . Essais mécaniques : compression et traction

L'essai de compression permet de caractériser l'effet de la dégradation chimique de toute la liaison cimentaire entre deux grains sur les propriétés mécaniques à cette échelle. L'essai de traction permet de caractériser l'effet de l'altération de l'interface pâte de ciment-granulats sur la résistance à la traction. Les figures 9a et 9b montrent les courbes force - déplacement à différentes durées de dégradation chimique pour la compression et la traction, ainsi que le cas d'échantillons sains pris comme référence au bout de 40 jours d'hydratation.

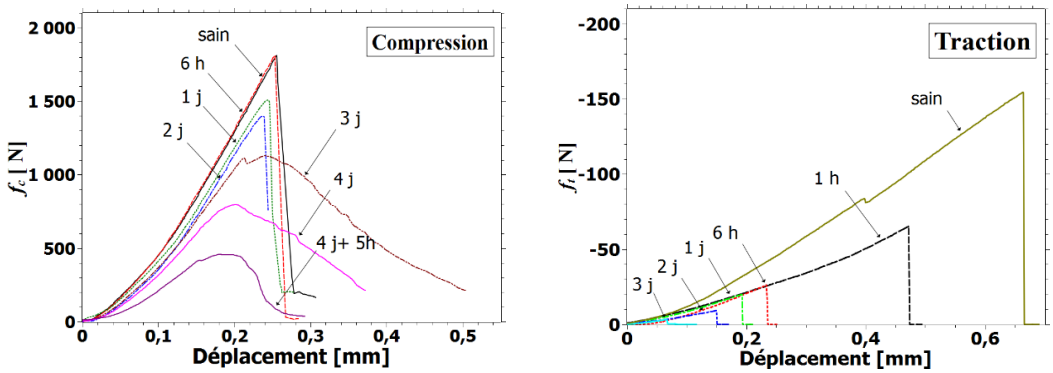

Fig. 9. Comportement en compression (à gauche) et en traction (à droite) des éprouvettes partiellement dégradées.

Les résultats de la figure 9 montrent une baisse de la raideur et de la force à la rupture aussi bien en compression qu'en traction pour des durées de lixiviation de plus en plus grandes. On note un fort impact de la dégradation chimique sur le comportement mécanique, plus prononcé dans le cas de la traction qui sollicite plus directement

l'ITZ. Ce résultat n'a pas pu être observé ici avec la phénolphtaléine du fait de la fine épaisseur de l'ITZ qui varie entre 10 et 100 µm. Lors de l'essai mécanique de traction, on constate une chute rapide de la force de rupture à la traction d'environ 50% juste après 1 h de lixiviation dans la solution de Nitrate d'Ammonium. Ce résultat, montré ici expérimentalement, peut être corrélé à des résultats théoriques qui montrent que la cinétique de dégradation de l'ITZ est plus accélérée du fait de sa concentration en portlandite et d'une porosité plus élevée à l'interface. En effet, ces deux facteurs agissent en faveur d'une accélération des transports de matière, et donc d'une fragilisation plus rapide de l'ITZ.
Dans le cas de la compression, lorsque la pâte de ciment est totalement lixiviée, la force de rupture est environ trois fois plus faible que la valeur de référence. Ceci concorde avec les résultats obtenus par Le Bellégo [6] et Nguyen [5] à l'échelle macroscopique. Comme indiqué précédemment, lorsque le béton est soumis à une lixiviation, les hydrates sont dissouts et les composants sont transportés vers l'extérieur de l'échantillon par un effet d'osmose. Ce processus entraîne une augmentation de la porosité dans le béton qui provoque des pertes de raideur et de résistance. Par la suite, le comportement du béton dégradé devient de plus en plus ductile au fur et à mesure que la lixiviation progresse.

Conclusion

La plupart des études expérimentales concernant l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires sont réalisées à l'échelle macroscopique et, dans des proportions moindres, à l'échelle mésoscopique. L'étude proposée ici constitue une contribution à l'étude des effets de la lixiviation à l'échelle de l'interface pâte de ciment-granulats. Ces effets sont qualifiés à l'aide d'essais de compression et de traction à cette échelle.
L'essai mécanique de compression a montré une chute de la résistance et un changement de comportement de fragile (échantillon sain) à ductile (échantillon dégradé). Ce phénomène semble provenir de l'augmentation de la porosité due à la diffusion des hydrates vers l'extérieur de l'échantillon.
L'essai mécanique de traction a permis de caractériser l'interface pâte de ciment-granulats. Il a montré une diminution très rapide de la résistance à la traction après seulement 1 heure de lixiviation, ce qui n'a pas été noté dans le cas de l'essai de compression. Ce résultat s'explique par la cinétique de dégradation de l'ITZ plus élevée, entraînant une perte de cohésion au niveau de la zone de transition interfaciale, d'où une dégradation plus significative des propriétés mécaniques.

Références

[1] Adenot F., Buil M., Modeling of the corrosion of the cement by deionized water. Cement and Concrete research, vol. 22, n°4, 1992, pp. 451-457.
[2] Revertagat E., Richet E., Gegout P., Effect of pH on the durability of cement pastes. Cement and Concrete Research, vol. 22, 1992, pp. 259-272.
[3] Carde C., François R., Torrenti J. M., Leaching of both calcium hydroxyde and c-s-h from cement paste: modeling the mechanical behaviour. Cement and Concrete Res, vol. 26(8), 1996, pp. 1257-1268.
[4] Mason P., The effects of aggressive water on dam concrete. Construction and Building Materials, vol. 4, n°3, 1990, pp. 115–118.
[5] Nguyen V. H. , Couplage dégradation chimique-comportement en compression du béton. Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 2005.
[6] Le Bellégo C., Couplage chimie-mécanique dans les structures en béton attaquées par l'eau : étude expérimentale et analyse numérique. Thèse de doctorat, ENS Cachan, Paris, 2001.
[7] Maso J.C., La liaison entre les granulats et la pâte de ciment hydratée. 7ème Congrès International de Chimie des Ciments, Paris, 1980. Volume 1, pp. 3-14.
[8] Ollivier J. P., Interfacial transition zone in concrete. Advn Cem. Bas. Mat., vol. 2, 1995, pp. 30-38.
[9] Saito H., Nakane S., Ikari S., Fujiwara A., Preliminary experimental study on the deterioration of cementilious materials by acceleration method. Nuclear Engineering and Design, vol. 138, 1992, pp. 151-155.
[10] Kamali S., Gérard B., Moranville M., Modelling the leaching kinetics of cement-based materials-influence of materials and environment, Cement and Concrete Composites, vol. 25, no 4, 2003, p. 451–458.
[11] Tognazzi C., Influences couplées de la fissuration et de la dégradation sur les transferts dans les bétons, Rencontres Universitaires de Génie Civil, 1998.
[12] Heukamp F. H., Chemomechanics of calcium leaching of cement based materials at different scales: the role of CH-dissolution and C-S-H degradation on strength and durability performance of materials and structures. Thèse de doctorat, Massachusetts Institute of Technology, 2003.
[13] Kamali S., Moranville M., Leclercq S., Material and environmental parameter effects on the leaching of cement pastes: experiments and modelling. Cement and Concrete Research, vol. 38, n° 4, 2008, p. 575–585.
[14] Mielniczuk B., Jebli M., Jamin F., El Youssoufi M.S., Pelissou C., Monerie Y., Experimental characterization of behavior and cracking of concrete across the cement-grain interface, Cement and Concrete Research, submitted.
[15] For standarization E. C., EN 1992-1-2 :2004 Eurocode 2 :Design of concrete structures, CEN, 2004.