Actes des RUGC 2025 - Volume 3 : Prix Jeunes Chercheuses, Jeunes Chercheurs (René Houpert)

Emmanuel Rozière, Franck Taillandier

▶ **To cite this version:**

Emmanuel Rozière, Franck Taillandier. Actes des RUGC 2025 - Volume 3 : Prix Jeunes Chercheuses, Jeunes Chercheurs (René Houpert). Rencontres Universitaires de Génie Civil 2025, Jun 2025, Marseille, France. 2025. ⟨hal-05110257⟩

HAL Id: hal-05110257

https://hal.science/hal-05110257v1

Submitted on 12 Jun 2025

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.

HAL Authorization

AUGC

ASSOCIATION UNIVERSITAIRE DE GÉNIE CIVIL

RUGC 2025

Aix – Marseille

Actes de la Conférence

Volume 3 - Prix Jeunes Chercheuses, Jeunes Chercheurs (René Houpert)

E. Rozière

F. Taillandier

Sommaire

Étude comparative de la biodétérioration de matrices cimentaires en conditions simulées d'un réseau d'assainissement en présence d'H2S
AYOUB Janette, Université Gustave Eiffel, CPDM — p.1

Un benchmark expérimental pour l'évaluation des performances d'algorithmes d'inversion dans le cadre du domaine des Essais Non Destructifs (END)
KARAM Wael, Nantes Université, GeM — p.11

Development of a 3D hybrid thermo-mechanical modeling approach for masonry structures
BOUKHAM Ali, Université de Bordeaux, I2M, LMGC — p.25

Interaction du CO2 intérieur avec les matériaux en terre : des mécanismes de sorption au potentiel de régulation
ARRIS-ROUCAN Sofia, Université de Pau et des Pays de l'Adour, SIAME — p.39

Monitoring de propriétés électriques du béton par capteurs noyés en vue de la modélisation des phénomènes de transport hydrique et ionique au cours de cycles de marnage
EID Marie-Ange, Université Gustave Eiffel, Nantes Université, LAMES, GeM — p.49

Effets des cycles d'humidification/séchage sur le retrait-gonflement des sols argileux sous chaussée
ES-SOUFI Mohamed Amine, Université de Bordeaux, I2M — p.64

Valorisation des déchets de composite d'éolienne
LORA ACEVEDO, Natalia, Université Gustave Eiffel, Université de Sherbrooke, CPDM, GCRB — p.75

Optimisation de la formulation d'un béton autoplaçant destiné à la préfabrication des Produits Sur Mesure (PSM) à base des granulats de sols excavés
SAAD Lara, Nantes Université, Icam, GeM — p.86

Biofilms in action: Their role and influence on cementitious materials across different exposure zones in marine environments
MARGAPURAM Deeksha Arya, INSA Toulouse, LMDC — p.96

Fiabilité des réseaux de gaz enterrés exposés aux affaissements de terrain : Elaboration d'un méta-modèle et analyse d'incertitudes
JOUNDI Mariam, Université de Lorraine, Laboratoire GeoRessources — p.106

Condensation dans les milieux poreux fracturés : mesures en plein champ et contribution à la modélisation numérique
NEMATI Arash, Université Grenoble Alpes, LEGI — p.114

Analyse de la Géométrie des Liaisons Mécaniques et de leur Impact sur le comportement global et local du Béton Armé
BEN-DAHOU Amine, Université Claude Bernard Lyon 1, LMC2 — p.125

Etude expérimentale de pieux vissés pour fondations en zones littorales
NABY Jeanne Jacintha, Université de Montpellier, LMGC — p.135

Étude de l'endommagement par fissuration en surface des chaussées routières : approche probabiliste intégrant les incertitudes liées à la localisation des charges
CARDOSO DA SILVA Débora, Université de Limoges, GC2D p.145

Évaluation expérimentale de l'atténuation et du déphasage thermique d'une paroi en terre crue sous divers climats : analyse comparative de plusieurs méthodes
BELARBI Yassine Elias, Nantes Université, GeM p.155

Étude des mécanismes de régénération de l'hydraulicité de bétons recyclés dans le cadre d'une approche économie circulaire
ABIDAR Abdellatif, ESTP, IdB p.167

Durabilité des matrices géopolymères soumises à carbonatation et lixiviation : application au conditionnement des déchets radioactifs liquides organiques
KOUBEISSY Sara, Ecole Centrale de Lille, LamCube p.177

Impact des sédiments de balayage sur les matériaux cimentaires et alcalin-activé : Étude de la porosité, de la microstructure et du comportement rhéologique
ZEGGAR Mohamed Afif, IMT Nord Europe, LGCGE p.189

Effect of reinforcement on alkali silica reaction and delayed ettringite formation damage in concrete
MSIGWA Goodluck, Université Paul Sabatier, LMDC p.199

Des essais virtuels à la réalité - essais de compression diagonale sur des panneaux en maçonnerie
COLLIN Louis, ENS Paris Saclay, LMPS p.214

Data-Driven Fracture and Thermodynamic Modelling of Cement Paste at Micro Scale: Towards Microstructure Informed Cement Design
MURR Jinane, Ecole Centrale de Nantes, GeM p.227

Modélisation théorique et expérimentale du comportement énergétique et environnemental des matériaux de construction biosourcés
BAKKOUR Amer, Université Clermont Auvergne, Institut Pascal p.237

Etude expérimentale et modélisation de l'impact des charges routières sur le comportement mécanique des couches de surface
AL BACHA Marina, Université Gustave Eiffel, LAMES p.251

Conception et élaboration d'éco-matériaux pour le Grand Paris Express, dans une démarche d'économie circulaire
MAHI Mohammed Amar, IMT Nord Europe, LGCGE p.261

Probabilistic approach to the behaviour of brick masonry walls
OWOEYE Abayomi, INSA Toulouse, LMDC p.272

Durabilité des géopolymères à base de métakaolin et de cendres volantes comparée au ciment bas carbone de type III
EL INATY François, Université Gustave Eiffel – Cerema – ESTP, MCD p.286

Développement de corrélations entre résultats d'essais ex-situ et autocontrôles en vue de simplifier les processus de justification des performances des produits à réemployer
AHMI Aghiless, Nantes Université et ICAM de Nantes, GeM p.299

Formulation of soil-plant fiber composites for affordable and sustainable housing
CHIA Noel Njimbong, Nantes University, UCAC-ICAM, GeM p.309

Effet des agrégats et des liants minéraux sur les propriétés mécaniques du béton biosourcé par la méthode DIC
BARDOUH Rafik, Université Clermont Auvergne, Institut Pascal p.320

Suivi de la saturation du béton par des capteurs capacitifs et résistifs récemment développés
IBRAHIM Houssein, Université Gustave Eiffel, Université de Toulouse 3, LAMES, LMDC p.333

Modélisation et optimisation des performances thermiques des matériaux bio et géosourcés par approche multi-échelle : apport à la valorisation d'une large gamme de co-produits agricoles
ROSA LATAPIE Séverine, UTTOP, LMDC p.345

Identification des mécanismes d'endommagement des maçonneries en pierre historiques en cas d'incendie : de l'échelle du bloc à l'échelle du mur
TADIE Victor, Cergy Paris Université, L2MGC p.358

A Comprehensive Model for Predicting the Time-Dependent Hydration of Slag-Blended Cement
ATALLAH Jack, IUT de Saint Nazaire, GeM p.369

Évaluation de la Robustesse Mécanique et de la Résilience des Réseaux d'Eau Urbains sous l'Impact du Changement Climatique à l'aide de Métamodèles et de l'Intelligence Artificielle
BUI Minh Tuan, Université de Bordeaux, I2M p.380

Etude multi-échelles du comportement mécanique d'un éco-composite textile naturel-matrice minérale : application au renforcement des bétons végétaux
AGOSSOU Oladikpo Gatien, Université Clermont Auvergne, Institut Pascal p.390

Étude multi-échelle de la carbonatation des granulats de béton recyclé en réacteur pour la valorisation du CO2 d'un gaz de combustion
CORVEC Gaël, La Rochelle Université, LaSIE p.407

L'isolation thermique biosourcée: propriétés physiques et résistance fongique in situ
DEBORDE Lily, Université de Rennes, LGCGM p.418

Comportement microscopique de fluage des matériaux à base de ciment : Une étude par simulation de dynamique moléculaire réactive
REGUIEG Ouail, Université Toulouse III - Paul Sabatier, LMDC p.428

Etude de l'évolution des lois cohésives d'interface en mode II pour un assemblage collé en milieu marin sous charge
FAWAZ Arij, Université Gustave Eiffel, SMC p.438

Étude comparative de la biodétérioration de matrices cimentaires en conditions représentatives d'un réseau d'assainissement en présence d'H_2S

Janette Ayoub

Université Gustave Eiffel, MAST-CPDM, F77454 Marne-la-Vallée, France

RESUME

Face aux environnements agressifs en assainissement, les matériaux cimentaires utilisés subissent des processus de biodétérioration compromettant leur durabilité. Des études approfondies sont alors nécessaires pour l'anticiper et la limiter. Cette recherche reproduit de manière représentative et accélérée en laboratoire les conditions d'un tel réseau d'assainissement afin de mieux comprendre les mécanismes de biodétérioration des ciments. Trois types de ciment (CEM I, CEM V, et CAC) ont été exposés dans une enceinte de biodétérioration hermétique. Chaque échantillon, composé pour moitié de mortier et pour moitié de pâte de ciment (E/C=0,4), a subi un prétraitement sous la forme d'une exposition de 15 jours dans une atmosphère enrichie en H_2S (100 ppm), suivi de l'inoculation d'un consortium microbien. Les échantillons ont ensuite été suivis pendant 6 mois en conditions contrôlées (HR = 100 %, H_2S > 50 ppm). Des caractérisations morphologiques toutes les deux semaines et des analyses de haute précision (MEB-EDS, µ-Raman) ont permis d'évaluer en profondeur l'état de biodétérioration de ces matériaux cimentaires. Les résultats ont montré la pénétration en profondeur du soufre dans les échantillons dès le prétraitement, d'identifier les produits d'altération et d'en quantifier les épaisseurs. De plus, le front d'altération était plus prononcé dans la partie mortier que dans la partie pâte de ciment.

Mots-clefs Assainissement, Biodétérioration accélérée, Interaction pâte de ciment/mortier, Micro-analyse à haute résolution, cinétique de biodétérioration.

I. INTRODUCTION

Les matériaux cimentaires sont les plus utilisés dans le monde pour la construction, avec le ciment Portland nettement prédominant. Leur durabilité est cependant fortement influencée par la chimie et les conditions microbiologiques de leur environnement. Ceux particulièrement agressifs, tels que les effluents d'eaux usées, les sols marins ou les sols riches en sulfates, modifient leur composition chimique des ciments et en altèrent leurs propriétés mécaniques (Grengg et al., 2018; Li et al., 2019; Marchetti et al., 2021). Parmi ces environnements, les systèmes d'assainissement présentent un problème majeur en raison de l'attaque des matériaux cimentaires par l'acide sulfurique biogénique. Ce processus de biodétérioration, largement documenté dans la littérature (Melchers and Bond, 2009; Gutiérrez-Padilla et al., 2010; O'Connell et al., 2010; Grengg et al., 2018; Ayoub et al., 2023, 2024a, 2024b), se déroule généralement en trois étapes, telles que décrites par Yuan et al. (2015) : (1) adsorption et dissolution du sulfure d'hydrogène (H_2S) à la

surface des matériaux cimentaires, (2) production d'acides dont l'acide sulfurique par l'activité des micro-organismes oxydant le soufre, et (3) formation des produits expansifs, tels que le gypse et l'ettringite, accompagnée de la décalcification de la matrice cimentaire, entrainant des dommages structurels aux réseaux de canalisations.

La détérioration progressive des matériaux cimentaires des réseaux d'assainissement met en évidence la nécessaire meilleure compréhension des mécanismes de biodétérioration, en particulier à travers une identification et une caractérisation précise des phases initiales et des produits formés. Des recherches récentes ont mis en avance l'importance d'utiliser des techniques et instruments de haute précision, en rupture par rapport à celles conventionnelles mises en œuvre, et capables d'analyser ces phénomènes à l'échelle micrométrique (Ayoub et al., 2023, 2024a, 2024b, 2025a). Cependant, la compréhension de la résistance des matériaux cimentaires à l'acide sulfurique biogénique reste limitée, en raison des contraintes liées aux études sur le terrain, notamment le temps, les ressources nécessaires et les variations significatives des conditions environnementales dans les égouts (concentrations en H_2S et en CO_2,température, humidité, etc.) (Alexander and Fourie, 2011; Grengg et al., 2015; Herisson et al., 2017a; Grengg et al., 2020). Par conséquent, des essais accélérés en laboratoire, réalisés dans des conditions contrôlées et validés par des performances *in situ*, sont indispensables pour développer et ensuite évaluer des matériaux cimentaires de réparation plus résistants à cette forme d'attaque.

Deux grandes catégories de tests de laboratoire existent (Wu et al., 2021).
D'une part, les tests d'immersion chimiques, qui utilisent des solutions acides synthétiques comme milieu d'attaque. Ces tests simplifient le processus de dégradation biogénique, car la biodétérioration des matériaux cimentaires est principalement due à l'attaque par l'acide sulfurique. Cependant, cette méthode présente des limitations importantes, notamment l'absence de reproduction des interactions complexes entre un biofilm microbien et le matériau cimentaire support, qui constituent un élément clé de la biodétérioration *in situ*.
Face à ces limitations, une deuxième méthode expérimentale a été développée et est basée sur les tests de simulation microbiologique. Contrairement aux tests chimiques, ces derniers simulent à la fois l'activité des bactéries oxydant les éléments soufrés et les réactions chimiques entre l'acide sulfurique biogénique et les matériaux cimentaires.

L'objectif de ce travail est de mieux comprendre les mécanismes de biodétérioration des ciments par la reproduction en laboratoire des conditions proches de celles rencontrées dans un réseau d'assainissement et de manière accélérée. Cette étude explore à la fois les caractéristiques macroscopiques des échantillons et met l'accent sur une analyse microscopique et minéralogique détaillée, réalisée à l'aide à la fois du microscope électronique à balayage couplé à un spectromètre à rayons X à dispersion d'énergie (MEB-EDS) et de la spectroscopie micro-Raman.

II. DEMARCHE EXPERIMENTALE

A. Caractéristiques des échantillons

Des échantillons cubiques de 2x2x2 cm^3 ont été préparés à partir de trois types de ciments différents : ciment Portland ordinaire (CEM I), ciment composé au laitier et aux cendres volantes (CEM V) et ciment d'aluminate de calcium (CAC), avec 12 échantillons préparés pour chaque

formulation. Chaque échantillon était constitué à parts égales de mortier et de pâte de ciment, avec un rapport eau/ciment (E/C) de 0,4 et un rapport sable/ciment (S/C) de 3 pour les mortiers (FIGURE 1-a). Cette configuration a été choisie pour évaluer la résistance spécifique des liants à résister à l'attaque sulfatique et de comparer la cinétique de biodégradation entre le mortier et la pâte de ciment.

La préparation des échantillons a été effectuée selon des protocoles standardisés afin de garantir la reproductibilité des résultats. Après moulage, les échantillons ont été exposés à une humidité relative de 100 % pendant 24 heures, puis ont été démoulés et stockés dans des sacs en plastique scellés pendant 28 jours et jusqu'à leur utilisation (cure endogène).

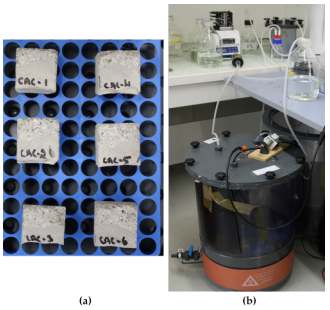


FIGURE 1: (a) Exemple d'échantillons cubiques (2x2x2 cm^3) constitués à parts égales avec du mortier et de la pâte de ciment. (b) Dispositif expérimental du test de biodétérioration réalisé dans une chambre hermétique.

B. Protocole expérimental : Production de H_2S, Prétraitement et Application des Microorganismes.

Pour l'essai de biodétérioration réalisé dans une chambre hermétique (voir FIGURE 1-b) simulant l'ambiance rencontrée dans un réseau d'assainissement, tous les matériaux cimentaires ont été prétraités de manière abiotique avec 100 ppm de H_2S pendant deux semaines. Cette étape visait à abaisser le pH initialement fortement basique de surface des matériaux cimentaire à un niveau favorable au développement des microorganismes, autour d'une valeur cible de pH 8. Après ce prétraitement, des boues activées, prélevées dans une station d'épuration située en région parisienne (France), ont été utilisées comme inoculum microbien. La suspension bactérienne a été centrifugée pour en recueillir le culot, qui a ensuite été étalé sur les surfaces des échantillons à l'aide d'une brosse.

Une solution nutritive, composée de sels minéraux (Ca^{2+}, Mg^{2+}, NH_4^+, $S_2O_3^{2-}$), a été pulvérisée pendant sept secondes toutes les quatre heures à l'aide d'une pompe péristaltique reliée à un programmateur, afin de fournir les nutriments essentiels au développement des microorganismes. La concentration en H_2S a été maintenue à plus de 50 ppm tout au long de l'essai, qui a duré six mois. La température et l'humidité relative ont été respectivement contrôlées à 30°C et 100 % grâce à une ceinture chauffante entourant le fond de la chambre rempli d'eau. La concentration en H_2S était surveillée en continu à l'aide d'un capteur OdaLog®. Ces conditions ont été définies en s'inspirant du protocole Perfdub, qui décrit les caractéristiques environnementales mesurées dans un réseau d'assainissement (IREX, 2023).

C. Méthodes d'analyse

Toutes les deux semaines, des caractérisations macroscopiques ont été réalisées pour recenser et évaluer la dégradation visible des échantillons. Le pH de surface a été mesuré à l'aide de papiers

pH avec une précision de 0,2. La masse des échantillons a été déterminée à l'aide d'une balance (précision de 0,1 g), leurs dimensions ont été mesurées à l'aide d'un pied à coulisse afin de suivre d'éventuelles variations temporelles liées à la dégradation et des photographies ont été réalisées.

Pour approfondir, des analyses chimiques et minéralogiques ont été effectuées. Un échantillon de chaque formulation a été prélevé, enrobé de résine époxy, coupé puis poli jusqu'au micron. Des coupes transversales des échantillons ont été examinées avec un microscope optique numérique (KEYENCE), avec un grossissement x30.

Pour caractériser la chimie des zones altérées, un microscope électronique à balayage (Quanta 400 FEI) couplé à un spectromètre à rayons X à dispersion d'énergie (Xplore30, Oxford) a été utilisé avec une tension d'accélération de 20 kV. Enfin, des cartographies minéralogique, couplées à des outils d'analyse chimiométrique, ont été réalisées avec un spectromètre LabRAM HR800, équipé d'un laser de 514 nm (puissance : ≈ 1 mW au niveau de l'échantillon). Cet instrument est associé à un microscope Olympus BX, équipé d'un objectif MPlanN x50 (NA 0,75), permettant une analyse minéralogique précise des échantillons au travers des liaisons chimiques de ses phases constitutives.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

A. Caractérisations Macroscopiques

La FIGURE 2 illustre l'évolution visuelle des échantillons (CEM I, CEM V et CAC) au cours des 180 jours d'exposition à des conditions microbiennes et dans une atmosphère enrichie en H_2S. Initialement, après le prétraitement, tous les échantillons apparaissent intacts avec des surfaces lisses et uniformes reflétant leur état de préparation. Cependant, avec la progression de l'exposition, des différences distinctes apparaissent entre les matériaux (FIGURE 2).

Les échantillons CEM I subissent une détérioration prononcée, marquée par un changement de couleur sévère, une rugosité de surface et des fissures visibles à la fin de l'essai. Ces altérations traduisent des interactions chimiques intenses résultant de l'exposition prolongée au H_2S et à l'activité microbienne, indiquant un affaiblissement significatif de la cohésion du matériau.

En comparaison, les échantillons CEM V présentent des changements modérés, notamment une décoloration et de petites fissures, tout en maintenant une meilleur intégrité structurelle grâce à leur porosité intermédiaire et à leur résistance modérée à la biodégradation.

Les spécimens de CAC, quant à eux, se distinguent par leur excellente résistance visuelle. Malgré une légère décoloration et une irrégularité mineure de la surface, leur structure globale reste largement inchangée. Ces observations confirment leur performance supérieure face à l'attaque de l'acide sulfurique biogénique, attribuée à leur composition minéralogique et à leur faible porosité.

Au-delà de l'aspect visuel des échantillons tout au long de l'expérience, le pH à la surface, ainsi que les mesures moyennes des masses et dimensions des échantillons ont été mesurés tous les 15 jours pendant la durée totale de l'essai. La FIGURE 3-a illustre un profil de variation similaire du pH pour les trois types de ciment, bien que des différences notables de valeurs soient observées. Les échantillons de CEM I présentent ainsi une diminution significative et progressive du pH, passant de 10 à environ 1 après 180 jours, ce qui reflète une acidification intense liée à l'exposition au H_2S en présence de micro-organismes. En revanche, les échantillons de CEM V et CAC

montrent une baisse plus modérée du pH, ce dernier se stabilisant respectivement entre 4 et 6, indiquant une meilleure résistance à l'acidification. Contrairement aux observations *in situ* issues de la littérature (Herisson et al., 2017b; Grengg et al., 2020; Ayoub et al., 2024a, 2024b), aucune perte de masse n'a été constatée, probablement en raison des dimensions réduites des échantillons (2x2x2 cm^3) et qu'ils ne sont pas soumis à des contraintes mécaniques (FIGURE 3-b). Enfin, la FIGURE 3-c révèle des variations dimensionnelles qui suivent une tendance similaire à celle de la masse (FIGURE 3-b). Les échantillons de CEM I montrent des changements significatifs, avec un gonflement et des fissurations apparaissant après 120 jours, comme corroboré par la FIGURE 2. Les échantillons de CEM V présentent des modifications plus modérées. En revanche, les échantillons de CAC restent quasiment inchangés sur le plan dimensionnel (~0,1 % sur 180 jours), soulignant leur meilleure résistance à l'attaque biogène par l'acide sulfurique.

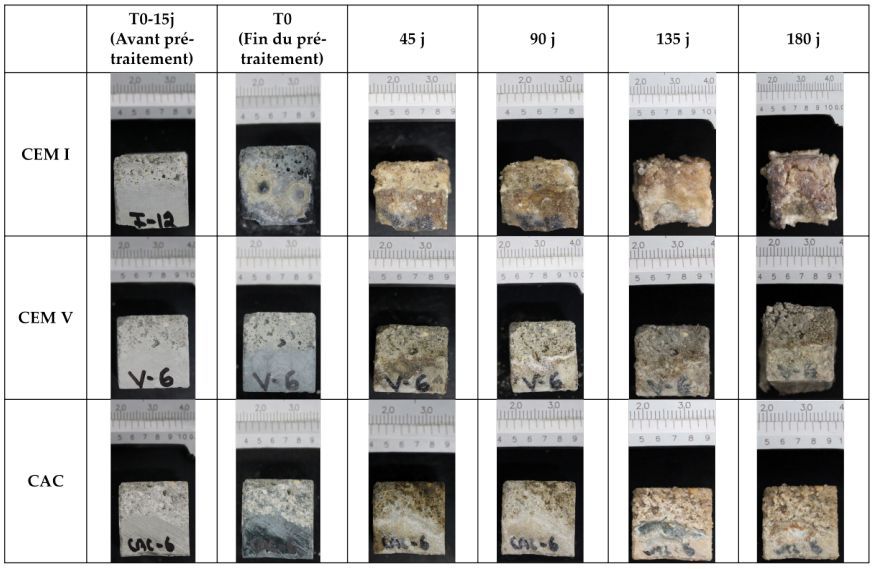


FIGURE 2: Aspects visuels des échantillons exposés dans l'enceinte H_2S à chaque étape de l'essai, du prétraitement jusqu'à la fin de l'essai.

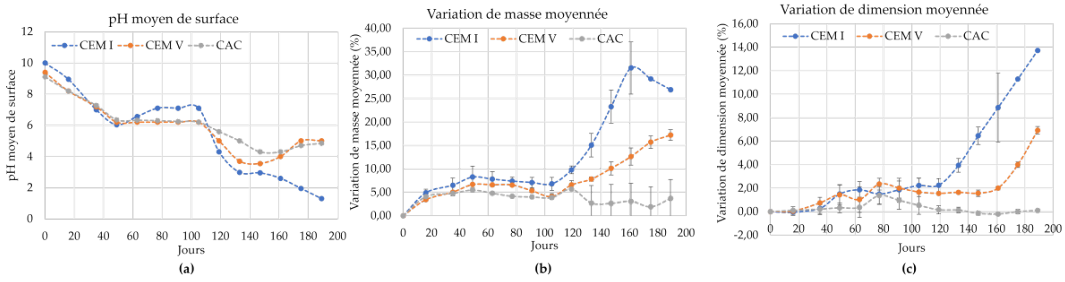


FIGURE 3: Mesures moyennes des échantillons sur 180 jours : (a) variation du pH de surface, (b) variation de la masse (%) et (c) variation des dimensions (%).

B. Caractérisations Chimiques et Minéralogiques

Les profils de porosité et de dégradation ont été déterminés grâce à des observations chimiques par MEB-EDS, en cartographiant l'intégralité des sections transversales des échantillons. Cette approche a permis d'analyser les distributions élémentaires en profondeur. La FIGURE 4 montre la distribution élémentaire du soufre après la phase de prétraitement, durant laquelle les

échantillons ont été exposés à une atmosphère enrichie en H_2S (100 ppm) pendant 15 jours, sans activité bactérienne. Les résultats révèlent une pénétration significative du soufre (en bleu plus clair) dans les échantillons dès cette phase initiale. Cette pénétration est directement liée à la porosité des matériaux et est plus élevée dans les ciments Portland (CEM I et CEM V) que dans le ciment d'aluminate de calcium (CAC). La profondeur moyenne de pénétration du soufre a été estimée à partir des cartographies élémentaires obtenues par MEB-EDS, en réalisant une analyse d'image avec le logiciel ImageJ. Des droites perpendiculaires à la surface ont été tracés sur les cartographies, et la distance entre la surface et la limite de détection du soufre a été mesurée puis moyennée. L'analyse visuelle des images met en évidence une pénétration plus importante et plus profonde pour le CEM I (FIGURE 4-a), avec une profondeur moyenne de 2,77 mm, reflétant une faible résistance chimique et une porosité marquée, favorisant les mécanismes de biodétérioration. Le CEM V (FIGURE 4-b) montre une pénétration visuellement comparable, avec une profondeur moyenne de 2,24 mm, bien que légèrement moins marquée que celle du CEM I, limitant ainsi la diffusion du soufre et offrant une résistance légèrement supérieure. Enfin, le CAC (FIGURE 4-c) met en évidence sa meilleure résistance parmi les ciments étudiés, en présentant une pénétration beaucoup plus limitée (profondeur moyenne de 0,76 mm). De plus, il est remarquable que cette pénétration du soufre soit visiblement plus avancée dans les parties mortier des échantillons (parties hautes) que dans les parties pâte de ciment (parties basses). Par exemple, pour le CEM V, la profondeur moyenne de pénétration est de 2,24 mm pour le mortier, contre 1,05 mm pour la pâte de ciment. Cette pénétration plus importante dans la partie mortier peut s'expliquer d'abord par une quantité moindre de matrice cimentaire par rapport aux parties des échantillons constitués uniquement de pâte de ciment. Lors de la phase abiotique de l'attaque biogénique, dominée par l'acidification du milieu, les espèces soufrées diffusent préférentiellement à travers la pâte de ciment, en contournant les granulats siliceux. Elle s'explique également par une porosité plus élevée et une connectivité accrue des pores, notamment au niveau des zones de transition pâte-granulats, ainsi que par une hétérogénéité structurelle et la présence éventuelle de microfissures favorisant la diffusion des sulfures. Ces résultats soulignent l'impact de la porosité sur la diffusion du soufre dès les premières étapes d'exposition.

En complément, la spectroscopie et l'imagerie Raman, en rupture avec ces approches précédentes plus conventionnelles, se sont avérés des outils incontournables pour l'analyse des phases à l'échelle microscopique dans les ciments anhydres, hydratés et carbonatés (Ibáñez et al., 2007; Torres-Carrasco et al., 2017; Marchetti et al., 2021; Zhang et al., 2022; Marchetti et al., 2023). Dans cette étude, des cartographies micro-Raman ont été réalisées sur des zones spécifiques, comme indiqué par les rectangles rouges de la FIGURE 5, représentant les sections transversales des échantillons observées au microscope optique numérique. Ces zones ont été choisies en fonction de la visualisation des sections transversales, en sélectionnant celles qui semblaient les plus détériorées. L'analyse spectrale (Raman à 514 nm, temps d'intégration de 5 s, moyenne sur 2 spectres, objectif x50) a généré un grand volume de données complexes, dont l'interprétation directe n'est ni immédiate, ni aisée. Pour analyser ces informations, des méthodes chimiométriques, notamment l'Analyse en Composantes Principales (ACP) et la Résolution de Courbes Multivariées par Moindres Carrés Alternés (MCR-ALS), ont été appliquées en environnement MatLab. L'ACP a permis de déterminer le nombre d'espèces initiales, facilitant

ainsi l'analyse ultérieure avec la MCR-ALS. Ces outils ont permis d'identifier les principaux produits d'altération formés au cours de la durée d'exposition, notamment le gypse, l'ettringite, le soufre et les polymorphes de $CaCO_3$ et leurs répartitions spatiales respectives. Ils ont également permis d'examiner l'évolution des phénomènes de biodétérioration en fonction de la profondeur du front altéré et d'évaluer leur relation avec la composition des mortiers étudiés. En outre, ces analyses ont quantifié leur niveau de pénétration dans les échantillons.

La FIGURE 5 montre la complémentarité des deux méthodes d'analyses utilisées (MEB-EDS et spectroscopie micro-Raman). Ces résultats révèlent des différences significatives entre les ciments étudiés. Pour le CEM I, le soufre est réparti uniformément dans l'ensemble de l'échantillon, reflétant une pénétration profonde et homogène de H_2S dans la matrice. La distribution spatiale du gypse indique une altération complète, le gypse étant détecté dans toute la section transversale, sans aucune partie intacte. En revanche, le CEM V montre une altération limitée principalement au bord de l'échantillon, comme le montrent les distributions élémentaires de soufre et de calcium, et une meilleure préservation du cœur. La cartographie MCR-ALS du gypse confirme ces observations, révélant une formation de gypse concentrée à la bordure de l'échantillon, avec une présence plus marquée en profondeur dans la partie mortier que dans la pâte de ciment, probablement en raison de la microstructure hétérogène du matériau. Enfin, le CAC se distingue par sa meilleure résistance globale à l'altération : la pénétration du soufre y est restreinte à la surface, le calcium reste largement préservé, et la distribution spatiale du gypse est similaire à celle du CEM V, limitée à des zones périphériques.

Les résultats obtenus en laboratoire conduisent à esquisser un scénario de dégradation progressif, marqué par la formation de gypse en surface et d'ettringite en zone intermédiaire. Ce scénario est également conforté par nos précédentes études in situ, avec des échantillons exposés pendant quatre ans dans des réseaux d'assainissement réels (Ayoub et al., 2025a, 2025b, 2024a, 2024b).

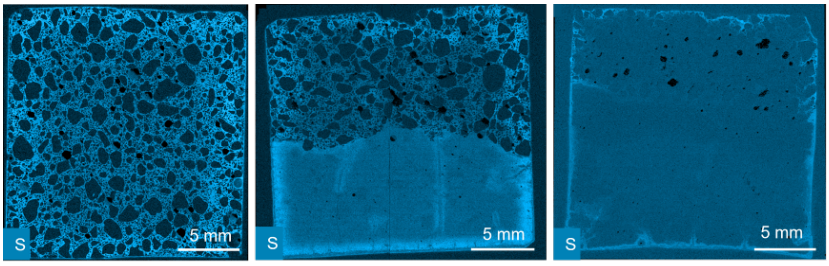


FIGURE 4: Distribution élémentaire du soufre (MEB-EDS) après le prétraitement : analyse des coupes transversales de (a) CEM I, (b) CEM V et (c) CAC. (Le bleu plus clair indique la pénétration du soufre.)

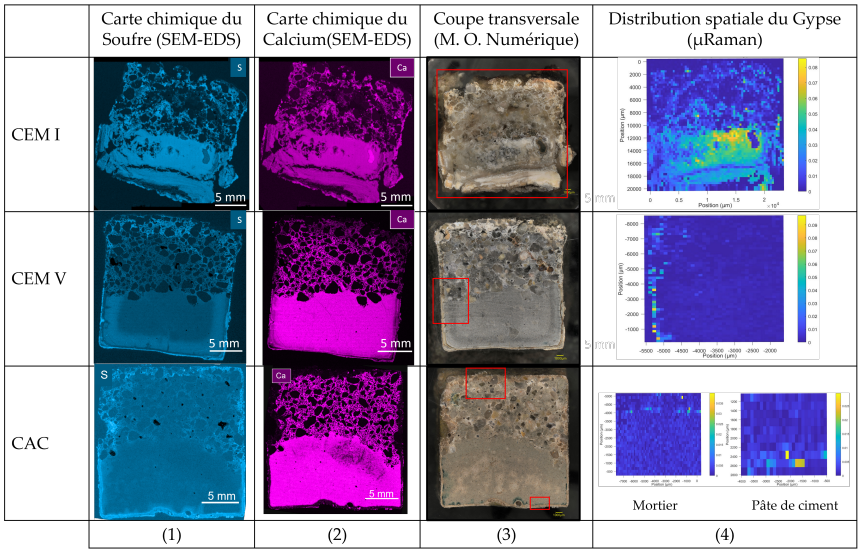


FIGURE 5: Comparaison multi-techniques des échantillons après 6 mois d'exposition pour chaque type de ciment : (1) distribution élémentaire du soufre (MEB-EDS), (2) distribution élémentaire du calcium (MEB-EDS), (3) coupe transversale observée au microscope optique numérique, et (4) distribution spatiale du gypse déduite de l'analyse MCR-ALS des spectres Raman.

IV. CONCLUSION

Les résultats obtenus mettent en évidence des différences significatives et marquées entre les performances des ciments étudiés face aux d'attaque sulfatique d'origine biogénique en conditions représentatives d'un réseau d'assainissement riche en H_2S, tant au niveau macroscopique que microscopique. Les observations visuelles montrent que le CEM I est le plus vulnérable, avec des altérations sévères (100 ppm d'H_2S) traduisant sa faible résistance chimique. À l'inverse, le CEM V présente une résistance modérée, avec des dégradations principalement localisées en périphérie, tandis que le CAC se distingue par sa remarquable stabilité, même après 180 jours d'exposition.

Les analyses chimiques et minéralogiques confirment ces observations : le soufre pénètre profondément et uniformément dans le CEM I, entraînant une transformation chimique complète de la matrice cimentaire en gypse, alors que cette pénétration est limitée au bord des échantillons pour le CEM V et le CAC. Une observation notable est la différence de comportement entre les parties mortier et pâte de ciment dans les échantillons. Dans les CEM I et CEM V, la pénétration du soufre et la formation de gypse sont plus marquées dans la partie mortier, en raison de la porosité plus élevée et de la connectivité accrue des pores, notamment au niveau des zones de transition pâte-granulats, une porosité qui, selon la littérature, pourrait également favoriser l'accès des microorganismes (Bur et al., 2010). En revanche, la pâte de ciment présente une meilleure résistance à la pénétration des produits d'altération, confirmant l'influence cruciale de la microstructure.

La spectroscopie micro-Raman, combinée à l'analyse chimiométrique (MCR-ALS), a joué un rôle déterminant dans l'identification et la cartographie précise des produits d'altération, notamment le gypse, l'ettringite et les polymorphes de $CaCO_3$. Cette technique a permis de localiser avec une

résolution microscopique les zones altérées et de quantifier les variations de composition en fonction de la profondeur, tout en distinguant les comportements des différentes parties (mortier et pâte de ciment), et en cohérence avec l'analyse par MEB-EDS.

En conclusion, le CAC démontre la meilleure performance globale grâce à sa faible porosité et sa composition minéralogique (García Calvo et al., 2013) suivi du CEM V, qui offre une résistance intermédiaire grâce à ses ajouts minéraux. Le CEM I, quant à lui, se révèle peu adapté aux environnements agressifs riches en H_2S. Ces résultats montrent également l'importance de prendre en compte les différences entre mortier et pâte de ciment dans l'étude des mécanismes de dégradation, ainsi que l'apport essentiel de la spectroscopie Raman pour caractériser en détail ces phénomènes. Ces connaissances sont cruciales pour guider le choix des matériaux dans les réseaux d'assainissement soumis à des conditions sévères.

REMERCIEMENTS

Ce projet a reçu un financement du programme de recherche et d'innovation Horizon 2020 de l'Union européenne dans le cadre de la convention de subvention Marie Sklodowska-Curie COFUND n° 101034248. Ainsi que, l'appui technique du SIAAP pour l'apport des boues activées.

REFERENCES

Alexander, M.G., Fourie, C., 2011. Performance of sewer pipe concrete mixtures with portland and calcium aluminate cements subject to mineral and biogenic acid attack. Mater Struct 44, 313–330. https://doi.org/10.1617/s11527-010-9629-1

Ayoub, J., Guéguen-Minerbe, M., Pons, T., Oliveira, M., Guérin-Rechdaoui, S., Marchetti, M., 2024a. Assessment of the durability of various cementitious materials subjected to low levels of H2S in wastewater networks. Mater Struct 57, 71. https://doi.org/10.1617/s11527-024-02346-6

Ayoub, J., Minerbe, M.G., Pons, T., Oliveira, M., Guérin, S., Kang, J.W., Marchetti, M., 2024b. Evaluation of long-term aging of low-carbon cementitious materials under severe H2S impact in sewerage systems. Construction and Building Materials 447, 138125. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.138125

Ayoub, J., Pons, T., Guéguen-Minerbe, M., Gouadec, G., Simon, G., Offroy, M., Guérin-Rechdaoui, S., Rocher, V., Marchetti, M., 2025a. Spectroscopic mapping of biodeterioration products on cementitious materials in sewer networks exposed to low H2S levels. Construction and Building Materials 460, 139827. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.139827

Ayoub, J., Pons, T., Minerbe, M., Oliveira, M., Marchetti, M., 2023. Mineralogical Characterization of the Biodegradation of Sewage Cementitious Materials in the Presence of H2S, in: Durability of Building Materials and Components for Sustainability. https://doi.org/10.23967/c.dbmc.2023.019

Ayoub, J., Pons, T., Minerbe, M.G., Simon, G., Gouadec, G., Guérin, S., Rocher, V., Offroy, M., Marchetti, M., 2025b. Advanced spectroscopic and microscopic insights into cement biodeterioration in sulfur-rich sewer systems. Cement and Concrete Composites 157, 105955. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2025.105955

Bur, N., Roux, S., Delmas, L., Géraud, Y., Feugeas, F., 2010. Porosité des mortiers et bioréceptivité. Matériaux & Techniques 98, 31–40. https://doi.org/10.1051/mattech/2009047

García Calvo, J.L., Alonso, M.C., Hidalgo, A., Fernández Luco, L., Flor-Laguna, V., 2013. Development of low-pH cementitious materials based on CAC for HLW repositories: Long-term hydration and resistance against groundwater aggression. Cement and Concrete Research 51, 67–77. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.04.008

Grengg, C., Mittermayr, F., Baldermann, A., Böttcher, M.E., Leis, A., Koraimann, G., Grunert, P., Dietzel, M., 2015. Microbiologically induced concrete corrosion: A case study from a combined sewer network. Cement and Concrete Research 77, 16–25. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.06.011

Grengg, C., Mittermayr, F., Ukrainczyk, N., Koraimann, G., Kienesberger, S., Dietzel, M., 2018. Advances in concrete materials for sewer systems affected by microbial induced concrete corrosion: A review. Water Research 134, 341–352. https://doi.org/10.1016/j.watres.2018.01.043

Grengg, C., Ukrainczyk, N., Koraimann, G., Mueller, B., Dietzel, M., Mittermayr, F., 2020. Long-term in situ performance of geopolymer, calcium aluminate and Portland cement-based materials exposed to microbially induced acid corrosion. Cement and Concrete Research 131, 106034. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106034

Gutiérrez-Padilla, Ma.G.D., Bielefeldt, A., Ovtchinnikov, S., Hernandez, M., Silverstein, J., 2010. Biogenic sulfuric acid attack on different types of commercially produced concrete sewer pipes. Cement and Concrete Research 40, 293–301. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.10.002

Herisson, J., Guéguen-Minerbe, M., van Hullebusch, E.D., Chaussadent, T., 2017a. Influence of the binder on the behaviour of mortars exposed to H2S in sewer networks: a long-term durability study. Mater Struct 50, 8. https://doi.org/10.1617/s11527-016-0919-0

Herisson, J., Guéguen-Minerbe, M., Van Hullebusch, E.D., Chaussadent, T., 2017b. Influence of the binder on the behaviour of mortars exposed to H2S in sewer networks: a long-term durability study. Mater Struct 50, 8. https://doi.org/10.1617/s11527-016-0919-0

Ibáñez, J., Artús, L., Cuscó, R., López, Á., Menéndez, E., Andrade, M.C., 2007. Hydration and carbonation of monoclinic C_2S and C_3S studied by Raman spectroscopy. J Raman Spectroscopy 38, 61–67. https://doi.org/10.1002/jrs.1599

IREX, 2023. Approche performantielle de la durabilité des ouvrages en béton (de la qualification en laboratoire au suivi d'exécution). IREX.

Li, X., O'Moore, L., Song, Y., Bond, P.L., Yuan, Z., Wilkie, S., Hanzic, L., Jiang, G., 2019. The rapid chemically induced corrosion of concrete sewers at high H2S concentration. Water Research 162, 95–104. https://doi.org/10.1016/j.watres.2019.06.062

Marchetti, M., Mechling, J.-M., Diliberto, C., Brahim, M.-N., Trauchessec, R., Lecomte, A., Bourson, P., 2021. Portable quantitative confocal Raman spectroscopy: Non-destructive approach of the carbonation chemistry and kinetics. Cement and Concrete Research 139, 106280. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106280

Marchetti, M., Mechling, J.-M., Janvier-Badosa, S., Offroy, M., 2023. Benefits of Chemometric and Raman Spectroscopy Applied to the Kinetics of Setting and Early Age Hydration of Cement Paste. Appl Spectrosc 77, 37–52. https://doi.org/10.1177/00037028221135065

Melchers, R.E., Bond, P., 2009. Factors involved in the long term corrosion of concrete sewers.

O'Connell, M., McNally, C., Richardson, M.G., 2010. Biochemical attack on concrete in wastewater applications: A state of the art review. Cement and Concrete Composites 32, 479–485. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.05.001

Torres-Carrasco, M., Del Campo, A., De La Rubia, M.A., Reyes, E., Moragues, A., Fernández, J.F., 2017. New insights in weathering analysis of anhydrous cements by using high spectral and spatial resolution Confocal Raman Microscopy. Cement and Concrete Research 100, 119–128. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.06.003

Wu, L., Huang, G., Liu, W.V., 2021. Methods to evaluate resistance of cement-based materials against microbially induced corrosion: A state-of-the-art review. Cement and Concrete Composites 123, 104208. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104208

Zhang, K., Yio, M., Wong, H., Buenfeld, N., 2022. Real-time monitoring of carbonation of hardened cement pastes using Raman microscopy. Journal of Microscopy 286, 126–133. https://doi.org/10.1111/jmi.13084

Un benchmark expérimental pour évaluer les performances des algorithmes d'inversion des données de tomographie de résistivité électrique dans le domaine des Essais Non Destructifs (END)

Wael Karam

Nantes Université, Ecole Centrale Nantes, CNRS, GeM, UMR 6183, F-44000 Nantes, France

RESUME La Tomographie de Résistivité Électrique (TRE) est une méthode non-destructive utilisée en génie civil pour caractériser les matériaux et évaluer l'état de santé des structures. Au cours des dernières décennies, de multiples stratégies de paramétrage et d'inversion ont été développées, permettant d'obtenir la distribution spatiale de la résistivité dans le milieu sondé. Ces algorithmes sont souvent validés sur des cas tests numériques, car il n'existe pas d'expérience de référence permettant d'évaluer leurs performances sur des données réelles. Cette étude vise à fournir un protocole expérimental de création de modèles physiques composés de blocs de gélatine et d'eau, où leur géométrie, ainsi que les conditions aux limites et les résistivités de référence, sont parfaitement maîtrisées. Ce protocole, démontré comme reproductible, de coût minimal et d'impact environnemental faible, permet une évaluation objective, sur des données expérimentales, des méthodes et des dispositifs de mesure de TRE. De plus, il permet de préserver les capteurs, qui peuvent être réutilisés une fois l'étape de qualification effectuée. Un algorithme d'inversion existant a été appliqué aux données obtenues pour illustrer la pertinence des données générées.

Mots-clefs Benchmark expérimental, résistivité électrique, tomographie 2D, END

I. INTRODUCTION

La Tomographie de Résistivité Électrique (TRE) est une méthode d'investigation non destructive utilisée depuis plusieurs décennies dans le domaine du génie civil [Jeon et al.,2024]. Elle est principalement appliquée à des éléments en béton ou en béton armé de dimensions finies, afin d'analyser la distribution spatiale de la résistivité et d'évaluer leur état physique. La résistivité constitue un indicateur pertinent des propriétés de durabilité du béton [Smyl, D.,2020], telles que sa teneur en eau [Lopez et al.,1993] sa porosité, sa perméabilité [Eid et al.,2025], sa résistance à la compression [Piro et al.,2023] et la présence de fissures [Lataste et al.,2003]. En outre, il est possible, en calibrant la mesure de résistivité, d'évaluer la concentration des chlorures dans un béton donné [El Achrafi et al.,2024]. Ce résultat a une importance particulière dans le cadre du suivi de l'état de santé des structures en milieu maritime, où la corrosion des armatures en acier constitue la principale cause de détérioration du béton armé. De nombreuses études ont été réalisées sur le béton à l'aide de dispositifs multi-électrodes, intégrés [Lecieux et al., 2015] ou placés en surface [Du Plooy et al.,2013, Fares et al.,2018]. Ces recherches se sont concentrées soit sur la résistivité apparente [Sabbağ et al.,2018], soit sur la résistivité réelle obtenue après inversion des données

[Achrafi et al.,2023]. Pour assurer la fiabilité des résultats d'inversion, plusieurs étapes de validation sont nécessaires :

1) **Validation de l'algorithme sur des données synthétiques :**

Dans cette phase, les contacts des électrodes, le capteur et les conditions aux limites sont supposés parfaits. Cependant, même avec du bruit ajouté, les données synthétiques ne peuvent pas reproduire entièrement la variabilité, les imperfections et le bruit réels présents dans les données expérimentales.

2) **Tests dans le cadre d'expérience contrôlée avec des matériaux peu aléatoires:**

Cette étape consiste à créer des milieux modèles composés de blocs de résistivité différents, où la géométrie, les valeurs de résistivité et les conditions aux limites sont parfaitement connues. Elle est essentielle pour évaluer les performances du capteur, du système d'acquisition de données et de l'algorithme dans des conditions physiques idéalisées, garantissant ainsi la fiabilité des résultats.

3) **Application au milieu cible (ex.: béton):**

La dernière étape consiste à tester l'algorithme sur des matériaux, tels que le béton, dans des conditions réalistes. Cela permet d'identifier les propriétés spécifiques du matériau, la variabilité spatiale et la corrélation des résultats avec les phénomènes physiques. Cette étape n'est réalisée qu'après validation des deux premières phases.

Cette étude se concentre sur la deuxième étape du processus de validation. Malgré les nombreuses applications de la tomographie de résistivité électrique, il existe un manque de données expérimentales en libre accès permettant d'évaluer les performances des algorithmes d'inversion, sur la base d'une expérience entièrement contrôlée. Afin de remédier à ce manque de données, cette étude présente un protocole expérimental pour la création de milieux modèles de test, utilisant un matériau gélatineux plus homogène et plus facile à reproduire que le béton, tout en maintenant les valeurs de résistivité dans une gamme similaire. Un capteur multi-électrodes est utilisé dans un milieu de dimensions comparables à celles du béton d'enrobage des structures marines [Priou et al.,2019]. De plus, le protocole expérimental proposé sert d'expérience préliminaire, permettant aux chercheurs de vérifier tous les composants de leur système d'acquisition et d'assurer la fiabilité des données avant de réaliser des expériences plus complexes et nécessitant davantage de ressources. Cela est particulièrement utile dans les études portant sur des matériaux tels que le béton, où les capteurs peuvent être perdus au cours du processus. En suivant ce protocole, les chercheurs peuvent tester et affiner leurs installations, garantissant ainsi des résultats précis et fiables avant de procéder à leurs expériences finales.

Avant de présenter en détail le dispositif expérimental, la section II résume brièvement les principes fondamentaux de mesure de la résistivité électrique, ainsi que l'algorithme d'inversion dit « smooth », appliqué aux données générées, afin d'illustrer la pertinence des données et du protocole. La section III constitue le cœur de l'étude: elle présente les différents cas tests créés et détaille les étapes nécessaires à leur conception. Une explication détaillée de la manière de déterminer expérimentalement les valeurs de résistivité de référence des différents cas tests créés est également fournie. Enfin, dans la section des résultats, une démonstration de la reproductibilité des résultats et les résultats d'inversion sont présentés.

II. PRINCIPE DE LA TOMOGRAPHIE DE RESISTIVITE ELECTRIQUE

A. Tomographie électrique, capteur et séquence de mesure

La mesure de résistivité électrique (ρ) ($\Omega.m$) consiste à faire circuler un courant électrique dans le milieu sondé à l'aide de deux électrodes d'injection, notées A et B, et à mesurer une différence de potentiel (ΔV) (Volts) entre deux autres électrodes, notées M et N. En connaissant l'intensité du courant électrique injecté I (A) et la différence de potentiel mesurée (ΔV) (Volts) , la résistivité apparente du milieu sondé peut être déterminée ($\rho_a = K\frac{\Delta V}{I}$ où Kest le facteur géométrique [Marescot et al.,2006]). Les dispositifs multi-électrodes, couramment utilisés dans le domaine de l'inspection des matériaux [Lecieux et al., 2015], permettent d'explorer le milieu sondé selon une séquence donnée en utilisant des quadripôles de longueurs croissantes et de positions variées. Cela permet de cartographier la distribution de résistivité dans le volume sondé (Fig.1). Ce principe constitue la base de la Tomographie de Résistivité Électrique (TRE). Dans cette étude, la configuration Wenner est utilisée (AM = MN = NB) (Voir Fig.1) [Loke et al.,2013]. Cette configuration a été choisie pour son rapport signal/bruit élevé et sa forte sensibilité aux variations de résistivité en profondeur [Dahlin et al.,2004].

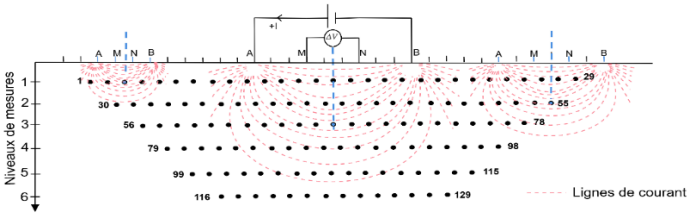


FIGURE 1. Illustration de la tomographie de résistivité électrique et de la séquence de mesures en utilisant le capteur multi-électrodes et la configuration Wenner

La diffusion d'un champ électrique dans un milieu fini est régie par l'équation de Poisson [Priou et al.,2019], donnée par l'équation (1) :

$$\vec{\nabla}.\left(-\frac{1}{\rho}\vec{\nabla}V\right) + \delta_A I - \delta_B I = 0 \quad (1)$$

où $\delta_A I$ et $\delta_B I$ sont des sources de courant ponctuelles d'intensité I imposées avec des électrodes placées respectivement aux points A et B. La solution de cette équation prend en compte une condition limite qui impose que le courant électrique ne traverse pas les surfaces extérieures. Par conséquent, ces surfaces peuvent être considérées comme des parois isolantes. Pour garantir l'unicité de la solution, une condition supplémentaire fixe le potentiel électrique V à zéro en un point spécifique du système. Le problème direct consiste à résoudre ce système d'équations en utilisant la méthode des éléments finis (FEM) afin de calculer la résistivité apparente du milieu. Dans cette étude le problème direct est résolu dans Matlab.

B. Problème inverse et cartographie de résistivité vraie

Cartographier la résistivité « vraie » d'un milieu revient à établir une relation entre les données mesurées, représentées par la résistivité apparente, et une distribution spatiale de la résistivité. L'obtention de cette distribution spatiale, constituant un modèle paramétré du milieu sondé, nécessite un ajustement itératif des paramètres de résistivité. Ce processus se poursuit jusqu'à ce que la résistivité apparente calculée (par résolution du problème direct) corresponde à la résistivité apparente mesurée ou de référence. Ce problème peut être formulé comme une minimisation de l'écart entre les données calculées et mesurées, avec l'ajout d'un terme de régularisation pour

stabiliser les résultats. Plusieurs algorithmes d'inversion existent dans la littérature pour traiter ce type de problème [Smyl, D., 2020, Alhajj et al.,2021]. Parmi eux, l'algorithme « smooth » est utilisé dans cet étude [Loke et al.,2003]. Cet algorithme vise à minimiser les variations spatiales locales de la résistivité, en partant de l'hypothèse que les zones voisines dans un environnement sondé présentent des valeurs de résistivité proches. La solution itérative de ce problème est donnée par l'équation (2):

$$\boldsymbol{\delta P} = (\boldsymbol{J^T J} + \boldsymbol{\lambda W^T W})^{-1}(\boldsymbol{J^T r^k} - \boldsymbol{\lambda W^T W P^k}) \quad (2)$$

avec $\boldsymbol{\delta P} = \boldsymbol{P^{k+1}} - \boldsymbol{P^k}$ est le changement des paramètres de résistivité entre l'itération k et $k+1$, $\boldsymbol{r^k} = \widetilde{\boldsymbol{\rho_a}} - \boldsymbol{\rho_a}^{\boldsymbol{k}}$ est le vecteur résidu l'itération k qui est la différence entre la résistivité apparente de référence $\widetilde{\boldsymbol{\rho_a}}$ et la résistivité apparente calculée par le problème direct $\boldsymbol{\rho_a}$. $\boldsymbol{\lambda}$ est un paramètre de régularisation qui change à chaque itération ($\boldsymbol{\lambda}$ est divisé par 10 si $\boldsymbol{r^{k+1}} < \boldsymbol{r^k}$ et multiplié par 10 sinon). $\boldsymbol{W}$ est la matrice de lissage et $\boldsymbol{J} = \frac{\partial \boldsymbol{\rho_a}^{\boldsymbol{k}}}{\partial \boldsymbol{P^k}}$ est la matrice jacobienne .

III. MATERIEL ET METHODES

A. Cas expérimentaux testés

Dans le but de la création d'un benchmark expérimental destiné à évaluer les performances des algorithmes d'inversion et des systèmes d'acquisition, quatre cas tests de complexité croissante ont été développés (Fig. 2), centrés sur la détection des chlorures dans les structures marines:

- **Cas 1:** deux couches superposées de résistivités différentes, simulant une zone contaminée par les chlorures et une zone saine (par exemple, un pont ou un quai s'étendant au-dessus de la mer où la diffusion des chlorures s'effectue dans la direction verticale de la Fig.2).
- **Cas 2:** trois zones adjacentes de résistivités différentes, représentant une contamination latérale (par exemple, dans des structures partiellement immergées où la contamination se produit dans la direction horizontale de la Fig. 2).
- **Cas 3:** inclusion de taille variable dans un milieu de résistivité différente, illustrant une zone de béton mal vibrée sensible à la contamination par les chlorures.
- **Cas 4:** scénario général combinant deux zones adjacentes de résistivités différentes, une des deux contenant une inclusion.

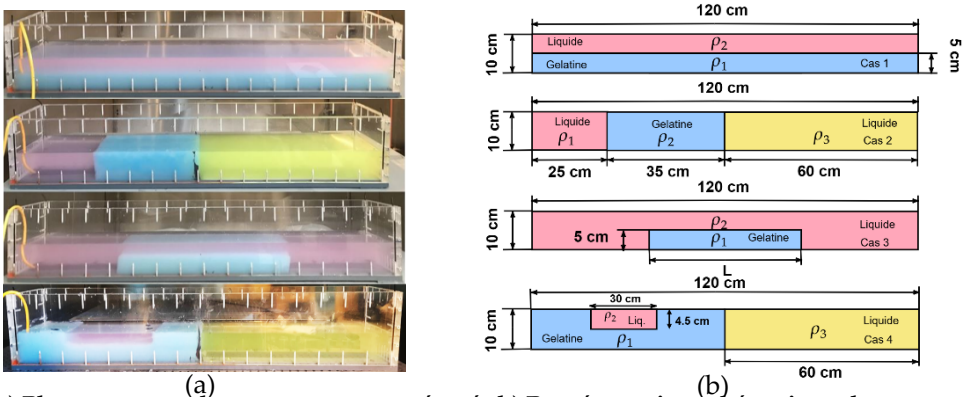


FIGURE 2. a) Photo montrant les quatre cas test préparés b) Représentation schématique des quatre cas test préparés, détaillant leurs dimensions correspondantes et les distributions de résistivité.

Ces cas tests permettent d'évaluer des aspects spécifiques des algorithmes: les discontinuités verticales (Cas 1), les discontinuités latérales (Cas 2), l'effet des inclusions (Cas 3), et les combinaisons complexes de plusieurs cas simples (Cas 4). Le Tableau 1 présente un résumé de tous les scénarios testés ainsi que les valeurs de résistivité de référence correspondantes, avec les erreurs de mesures associées. Des explications détaillées sur leur évaluation sont fournies à l'étape 4 de la section III.C. Les expériences ont été réalisées en utilisant deux matériaux. Le premier matériau est un liquide composé d'un mélange d'eau de résistivité variable (eau du robinet et eau déminéralisée) et d'un colorant. L'utilisation combinée de l'eau du robinet et de l'eau déminéralisée permet d'ajuster facilement la résistivité du mélange, offrant ainsi les valeurs et les contrastes de résistivité souhaités. Le second matériau est un solide obtenu à partir d'un mélange d'eau déminéralisée, de colorant et d'une substance gélatineuse: l'agar-agar. Cette substance trouve des applications dans divers domaines, notamment dans la préparation des aliments, les produits pharmaceutiques, ainsi que les domaines biotechnologiques et bactériologiques [Pandya et al.,2022]. Dans nos expériences, l'objectif de l'utilisation de cette substance gélatineuse est de créer des milieux adjacents non miscibles tout en garantissant un bon contact électrique entre eux. Le protocole expérimental et le matériel nécessaire sont détaillés dans les sous-sections suivantes.

TABLEAU 1. Résumé des cas test et des valeurs de résistivités de références

	ρ_1		ρ_2		ρ_3		L (m)
Cas	**Moyenne ($\Omega.m$)**	**Erreur de mesure (%)**	**Moyenne ($\Omega.m$)**	**Erreur de mesure (%)**	**Moyenne ($\Omega.m$)**	**Erreur de mesure (%)**	
1	44.8	±4.24%	80	±0.5%*	-	-	-
2	21.6	±0.5%*	43.5	±5.5%	80	±0.5%*	-
3A	48	±3.74%	119	±0.5%*	-	-	0.7
3B	48	±3.74%	119	±0.5%*	-	-	0.56
3C	48	±3.74%	119	±0.5%*	-	-	0.42
3D	48	±3.74%	119	±0.5%*	-	-	0.28
3E	48	±3.74%	119	±0.5%*	-		0.14
4	47.4	±4.86%	121	±0.5%*	84	±0.5%*	-

* Précisions fournies par le fabricant de la sonde de résistivité utilisée pour mesurer les solutions liquides

B. Matériel et équipement

1- Moule en plexiglass: un moule en plexiglas, de dimensions 1200 mm × 200 mm × 200 mm (longueur sur l'axe x, largeur sur l'axe y, hauteur sur l'axe z), est utilisé. De plus, une pièce rectangulaire en plexiglas, comportant une rainure, a été conçue pour diviser le moule en deux zones distinctes. Par ailleurs, le fond du coffrage a été percé et taraudé afin de permettre la fixation du capteur de résistivité à la base, comme illustré dans la Fig. 3.a.

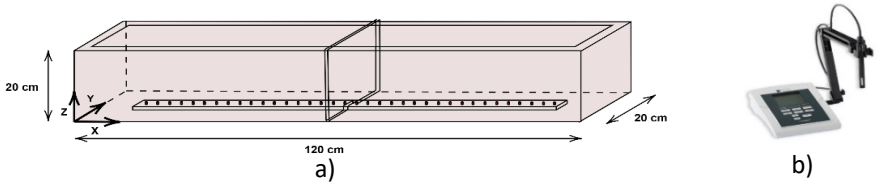


FIGURE 3. a) Moule en plexiglass contenant le capteur et b) la sonde Phenomenal CO 3000 L

2- Capteur de résistivité multiélectrodes et résistivimètre: le capteur multi-électrodes utilisé dans cette étude comprend plusieurs électrodes en acier inoxydable (32 comme illustré dans la Fig. 3.a),

chacune mesurant 5 mm de longueur et espacées à des intervalles de 35 mm. Ces électrodes sont fixées sur une barre en PVC mesurant 1,135 m de longueur, 34 mm de largeur et 15 mm de hauteur [Lecieux et al., 2015]. Ce capteur de résistivité est associé à un résistivimètre (résistivimètre ABEM LS-2), qui gère l'injection du courant électrique et la mesure des différences de potentiel selon une séquence de mesure préprogrammée.

3- Sonde de conductivité: pour évaluer la résistivité électrique des solutions liquides, une sonde de conductivité du type "Phenomenal CO 3000 L" est utilisé (Fig. 3.b). Cette sonde permet également de mesurer la température de la solution.

4- Outils de laboratoire: pour préparer une solution de gélatine, une spatule, des béchers et une balance de précision sont utilisés pour mesurer, mélanger et peser l'agar-agar avec précision. Une marmite en acier inoxydable et une plaque chauffante ont également été utilisées pour préparer les solutions.

5- Ingrédients des solutions préparées:

- eau déminéralisée de conductivité 2,2 $\mu S/cm$
- eau du robinet de conductivité 321 $\mu S/cm$
- poudre d'agar-agar
- colorant gouache, utilisé pour différencier les blocs adjacents.

C. Protocole expérimental

Etape 1: Préparation des solutions gélatineuses

Pour assurer la reproductibilité du processus expérimental, notamment la résistivité du bloc de gélatine, les solutions ont été préparées avec de l'eau déminéralisée ayant une conductivité fixe de 2,2 $\mu S/cm$. De plus, l'expérience a été menée dans une chambre climatisée à une température de 15 ± 1 °C. Dans la marmite, la quantité souhaitée d'eau déminéralisée est remplie après vérification de sa résistivité. À l'aide d'une balance de précision, une quantité de poudre d'agar-agar est pesée de manière à obtenir une solution avec une concentration de 10 g/L. Cette concentration garantit un bloc de gélatine suffisamment rigide qui tient lors du retrait de la plaque séparatrice. Pour distinguer les différentes zones créées, quelques gouttes de colorant sont ajoutées à la solution, qui est ensuite chauffée jusqu'à atteindre son point d'ébullition.

Etape 2: Préparations de deux solutions de différentes valeurs de résistivités

Comme présenté dans la section III.A, l'un des blocs est formé de la gélatine, et les autres zones sont remplies par un mélange d'eau déminéralisée, d'eau du robinet et d'un colorant. Ce mélange permet de préparer une solution de n'importe quelle résistivité souhaitée pour assurer le contraste de résistivité désiré. Dans cette étude, deux solutions différentes ont été préparées, avec une résistivité contrastée deux et trois fois par rapport à la gélatine. La préparation est simple: elle consiste à ajouter à l'eau déminéralisée le colorant, puis à incorporer l'eau du robinet goutte à goutte, en malaxant et en mesurant la résistivité avec la sonde jusqu'à atteindre la résistivité électrique souhaitée. Les solutions préparées sont stockées dans la chambre climatisée à 15 °C.

Etape 3: Coulage des solutions

Une fois que la solution gélatineuse atteint son point d'ébullition, elle est coulée de manière différente selon les cas:

- **Cas 1 - Deux couches superposées:** la solution bouillante de gélatine est coulée directement dans le moule, de façon à obtenir une couche d'une épaisseur de 5 cm. Cette couche est laissée à refroidir pendant 24 heures à 15 °C pour assurer la solidification. Une fois refroidie, la solution d'eau préparée (Étape 2) est coulée au-dessus de la couche gélatineuse pour former deux couches superposées d'une épaisseur totale de 10 cm.
- **Cas 2 - Trois couches adjacentes:** la première étape consiste à fixer une plaque séparatrice dans le moule, à la position souhaitée (par exemple, au milieu). Ensuite, une solution d'une épaisseur de 10 cm est coulée. Une fois cette solution refroidie pendant 24 heures à 15 °C, la plaque séparatrice est retirée, puis une partie du bloc de gélatine est découpée (zone de gauche) et retirée afin d'obtenir un bloc aux dimensions souhaitées. Ce bloc est ensuite entouré de part et d'autre par des solutions de résistivités différentes.
- **Cas 3 - Inclusion:** la même procédure que pour le Cas 1 est utilisée pour couler la gélatine. Une fois la gélatine solidifiée, les parties non désirées sont découpées et retirées afin d'obtenir un bloc de gélatine aux dimensions souhaitées. Ce bloc est ensuite entouré par une solution de résistivité différente.
- **Cas 4 - Milieu à trois zones de résistivités différentes:** la procédure de préparation est identique à celle du Cas 2 dans un premier temps. Ensuite, une fois la gélatine solidifiée, une partie du bloc est découpée pour créer une inclusion. Des solutions de résistivités différentes sont ensuite coulées dans l'inclusion et à côté du bloc de gélatine, obtenant ainsi un milieu comportant trois zones de résistivités différentes.

Etape 4: Détermination des valeurs des résistivités de référence

Comme présenté précédemment, les milieux sont principalement constitués de deux types de zones: des zones liquides et des zones de gélatine. Pour chaque matériau, la valeur de résistivité de référence est déterminée d'une manière différente: pour les solutions liquides, la détermination de la valeur de résistivité de référence se fait directement en immergeant la sonde de résistivité dans la solution. L'erreur de mesure correspondante, indiquée dans le Tableau (1), est la précision de l'appareil fournie par le fabricant du conductimètre. Pour les blocs de gélatine, comme la résistivité apparente est une bonne approximation de la résistivité vraie dans des milieux homogènes, la détermination de la résistivité de référence consiste à effectuer des mesures de résistivité à l'aide du capteur multi-électrodes, après la solidification de la gélatine et avant la mise en place des autres solutions. Par exemple, pour le Cas 1, la résistivité de référence est obtenue en réalisant des mesures selon la même séquence présentée dans la section II.A (Fig.1), sur un bloc de gélatine d'épaisseur 5 cm, avant la mise en place de la deuxième solution. L'erreur de mesure présentée dans le Tableau (1) pour la partie gélatine est une combinaison d'erreurs aléatoires (précision) et systématiques (justesse): L'erreur de précision reflète la dispersion des points de mesure et est calculée comme étant ±1,96 fois l'écart type de la distribution des mesures. L'erreur de justesse rend compte de la déviation de la valeur moyenne, causée par les imprécisions dans la modélisation du milieu à l'aide du modèle d'éléments finis. Cette erreur est quantifiée en considérant l'impact d'une erreur de

mesure de ±1 mm dans la hauteur du milieu sur le facteur géométrique. Ainsi, l'effet combiné de ces deux types d'erreurs est exprimé en pourcentage de la valeur moyenne et présenté dans le Tableau (1).

D. Précautions expérimentales

*A*fin de limiter les effets osmotiques susceptibles d'altérer la résistivité électrique aux interfaces entre le bloc de gélatine et les blocs de liquide adjacents, il est conseillé de réaliser les mesures de résistivité immédiatement après la mise en place des solutions liquides. Dans les expériences présentées, chaque acquisition dure environ 12 minutes, ce qui réduit considérablement le temps d'exposition aux phénomènes de diffusion. Par ailleurs, les liquides ont été colorés afin de détecter d'éventuels transferts entre compartiments ; aucun mélange de couleur n'a été observé durant cette période, ce qui suggère une bonne stabilité des interfaces à court terme.

Une attention particulière doit également être portée à l'utilisation de la gélatine chaude, car le coulage successif de compartiments adjacents peut entraîner la dissolution des interfaces déjà formées. Pour limiter ce risque, il est recommandé de refroidir le premier compartiment, puis d'attendre que la solution suivante atteigne une température légèrement supérieure à celle de gélification (généralement comprise entre 30 °C et 50 °C) avant de remplir le compartiment voisin.

IV. RESULTATS

A. Vérification de la reproductibilité de l'expérience et de l'homogénéité des blocs de gélatine

Pour évaluer la reproductibilité des expériences, des mesures de résistivité électrique ont été réalisées lors de quatre acquisitions indépendantes, effectuées dans des conditions de préparation similaires. Fig. 4.a illustre les valeurs de résistivité apparente obtenues conformément à l'étape 4 de la procédure expérimentale, dans un bloc de gélatine pure à une concentration de 10 g/L, au cours de plusieurs expériences indépendantes répétées (chacune impliquant la fabrication d'un nouveau milieu d'essai).

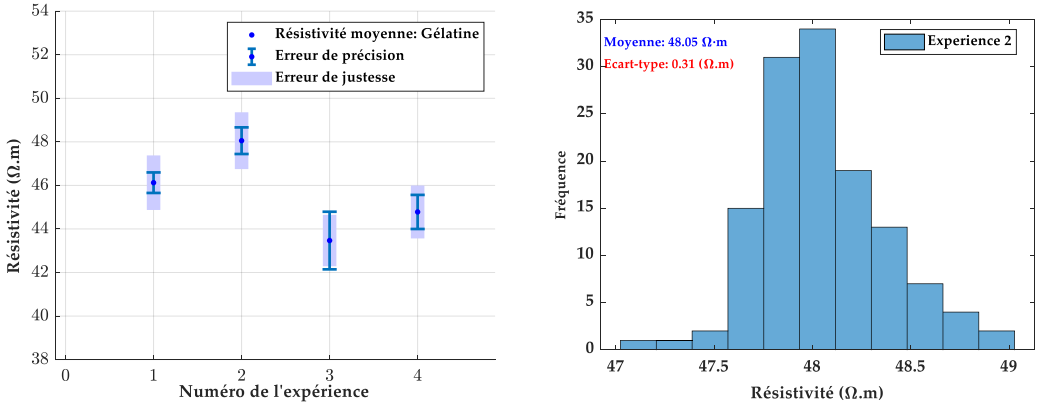


FIGURE 4. a) Graphe montrant la résistivité moyenne du milieu gélatineux avec les marges d'erreur pour différentes expériences indépendantes. b) Histogramme montrant la dispersion des valeurs de résistivité pour l'expérience 2

On observe que les valeurs de résistivité pour toutes les expériences se situent dans la même plage, avec une moyenne de 45,6 $\Omega.m$. Par ailleurs, l'erreur de précision représentée sur la Fig. 4.a reflète la dispersion spatiale de la résistivité dans le moule: pour toutes les expériences, les erreurs de précision sont faibles, ce qui témoigne de l'homogénéité de la couche de gélatine. Enfin, l'histogramme présenté dans la Fig. 4.b, qui illustre les données de résistivité mesurées lors de l'expérience 2, donne un aperçu plus précis de la dispersion. Celle-ci est caractérisée par un écart type de 0,3 $\Omega.m$ et une valeur moyenne de 48 $\Omega.m$, correspondant à un coefficient de variation de 0,8 %.

B. Résultats d'inversion avec l'algorithme « smooth »

Cas 1 - Deux couches superposées:

Le premier cas test (Cas 1) représente un milieu bicouche (Fig. 2): une couche inférieure composée de gélatine, avec une concentration de 10 g/L d'agar-agar et une épaisseur de 5 cm, surmontée d'une couche d'eau colorée d'une épaisseur identique (5 cm). La résistivité de référence de la couche inférieure est donnée dans le Tableau 1 de la section III.A (résistivité moyenne : 44,8 $\Omega.m$). Pour la couche supérieure, de l'eau avec une résistivité de 80 $\Omega.m$ (Cas 1) a été utilisée. Une contrainte de lissage horizontal prédominante a été appliquée, en utilisant un coefficient de pondération de lissage plus élevé dans la direction x que dans la direction z. Le paramètre de régularisation λ a été initialement fixé à 10^{-1}. La Fig. 5.a montre clairement que l'algorithme d'inversion « smooth » permet d'identifier efficacement deux zones contrastées correspondant aux deux couches du milieu. Pour une analyse plus quantitative, la distribution des résistivités identifiées est représentée sous forme d'histogramme (Fig. 5.b). Ces histogrammes mettent en évidence trois zones distinctes: deux zones contrastées éloignées de l'interface (histogrammes bleu et jaune) et une zone de transition proche de l'interface (histogramme vert). Cette classification est obtenue par la méthode de clustering k-means, avec le nombre de clusters fixé à trois. Les valeurs initiales des centroïdes sont définies comme suit : le premier centroïde correspond à la résistivité de référence du domaine liquide, le deuxième à celle du bloc de gélatine, et le troisième est calculé comme la moyenne des deux premiers centroïdes. Après analyse, on constate que la résistivité moyenne identifiée pour la couche supérieure (représentée par la ligne pointillée rouge) dépasse la valeur de référence (80 $\Omega.m$ ± 0.5%) de 2.5%. Pour la couche inférieure, les résistivités identifiées tendent à surestimer la valeur de référence (44,8 $\Omega.m$ ± 4.24%) de 6%.

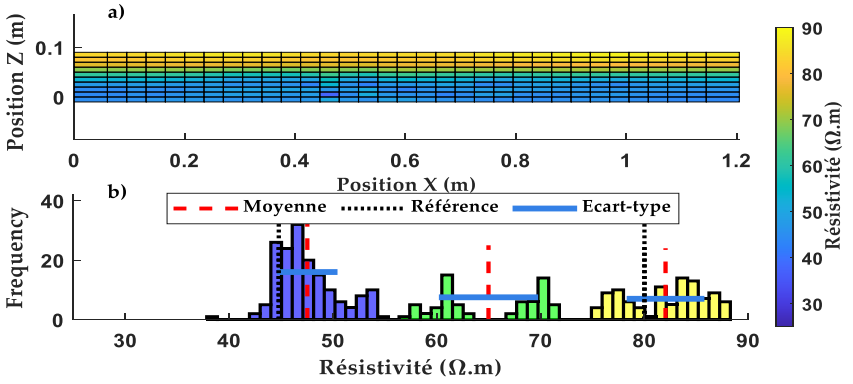


FIGURE 5. a) Cartographie des résistivités vraies obtenue par l'algorithme d'inversion « smooth » pour le cas 1, b) histogrammes montrant la dispersion des résistivités identifiées

Cas 2 – Trois couches adjacentes :

En utilisant le protocole expérimental décrit dans la section III.C, un cas test a été créé, composés de trois zones adjacentes présentant des résistivités différentes (voir cas 2 dans la Fig. 2). Les valeurs de référence des résistivités sont indiquées dans le Tableau 1. La Fig. 6 présente le résultat d'inversion pour le cas 2, obtenu à l'aide de l'algorithme "smooth".

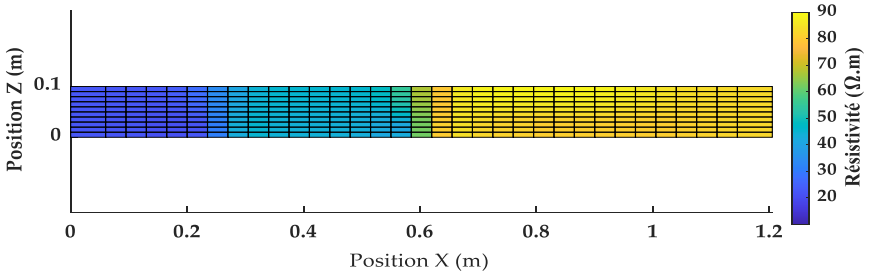


FIGURE 6. Cartographie des résistivités vraies obtenue par l'algorithme d'inversion « smooth » pour le cas 2

Une contrainte de lissage horizontal prédominante a été appliquée, en utilisant un coefficient de pondération de lissage plus élevé dans la direction x que dans la direction z. Le paramètre de régularisation λ a été initialement fixé à 10^{-1}. Il est remarquable que les différentes zones sont correctement identifiées et que les moyennes des valeurs obtenues dans les différentes zones correspondent bien aux valeurs de référence (erreur max = 0.2%). Cela peut être attribué au contact direct entre le capteur et les zones à identifier, ce qui permet une initialisation du problème inverse proche des valeurs réelles de résistivité du milieu sondé, facilitant ainsi la convergence vers la solution correcte.

Cas 3 – Inclusion de taille variable

Le cas test proposé (cas 3) comprend un prisme de gélatine entouré d'une solution d'eau de résistivité différente, comme illustré dans la Fig. 2. Des mesures successives ont été réalisées sur des prismes positionnés au centre du moule, avec des dimensions décroissantes de L le long de l'axe des x (voir Fig.2), tout en maintenant une hauteur constante (Lz = 5cm) le long de l'axe des z, comme détaillé dans le Tableau 1 de la section III.A. Ce cas test permet d'évaluer l'efficacité des algorithmes d'inversion pour discerner des inclusions de différentes tailles et d'analyser comment les dimensions du prisme affectent les résultats d'inversion. Dans la Fig. 7, les résultats de l'inversion «smooth» pour le cas 3 sont représentés. Un lissage égal dans les deux directions a été appliqué. En ce qui concerne le paramètre de régularisation λ, la valeur initiale est fixée à 0,2. Il est à noter que l'algorithme «smooth» a pu déterminer avec précision, pour le contraste de résistivité donné, l'emplacement du prisme de gélatine pour toutes les dimensions de prisme. Une observation générale est que la valeur moyenne des résistivités identifiées de la zone d'eau sous-estime les valeurs de référence dans tous les cas, tandis que, pour le bloc de gélatine, les valeurs identifiées dépassent les valeurs de références.

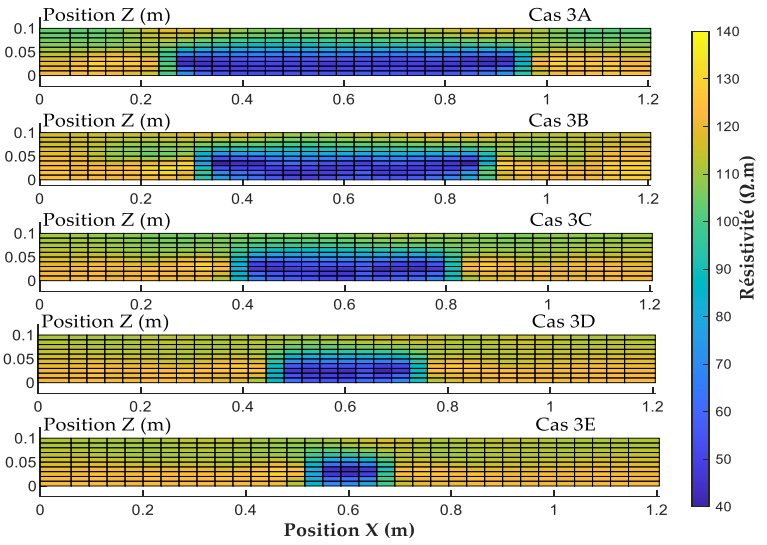


FIGURE 7. Cartographies des résistivités vraies obtenues par l'algorithme d'inversion « smooth » pour les cas 3A, 3B, 3C, 3D et 3E

Cas 4 – Cas général présentant différents types de discontinuités de résistivité

Les cas précédents représentent diverses distributions de résistivité, chacune conçue pour évaluer les performances de l'algorithme d'inversion en fonction de critères spécifiques. Pour tester les capacités de l'algorithme avec une distribution de résistivité plus complexe, le cas 4 a été introduit. Ce cas se compose de trois zones distinctes: (1) un bloc de gélatine avec une résistivité de 47,4 $\Omega.m$ ± 4,86%, (2) une inclusion dans la gélatine avec une résistivité de 121 $\Omega.m$ ± 0,5%, et (3) un bloc d'eau adjacent avec une résistivité de 84 $\Omega.m$ ± 0,5% (Fig. 2). Contrairement aux cas 2 et 3, l'inclusion du cas 4 est intégrée dans la gélatine et n'est pas en contact direct avec le capteur. Cette configuration présente plus de difficultés pour l'algorithme d'inversion pour distinguer les différentes zones. Elle démontre également la flexibilité et l'adaptabilité du protocole expérimental proposé pour créer des géométries complexes.

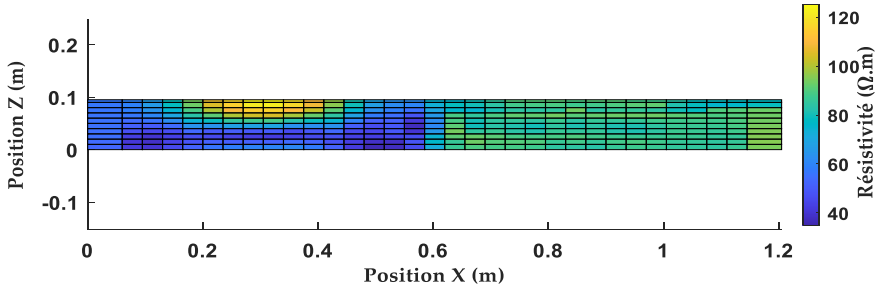


FIGURE 8. Cartographie des résistivités vraies obtenue par l'algorithme d'inversion « smooth » pour le cas 4

L'algorithme d'inversion "smooth" a identifié avec succès la zone située sur le côté droit du milieu (Fig. 8), là où la discontinuité latérale de résistivité est en contact direct avec le capteur. Il a également correctement estimé la position en profondeur de l'inclusion dans la gélatine.

Cependant, la limite latérale de l'inclusion n'a pas été déterminée avec la même précision que dans le cas 3. La zone de transition dans le cas 4 est plus étendue que dans le cas 3. Il est possible que le choix de la configuration d'électrodes (Wenner) ne soit pas optimal pour cette étude. De futurs travaux pourraient explorer les performances d'autres configurations d'électrodes (ex. Dipole-Dipole) sur des données expérimentales. Pour fournir des résultats plus quantitatifs, les valeurs moyennes de résistivité identifiées ont été résumées comme suit : 51.5 $\Omega.m$ pour la gélatine (8,6 % plus élevé que la valeur de référence), 109.31 $\Omega.m$ pour l'inclusion (9,6 % plus faible) et 86.5 $\Omega.m$ pour le bloc d'eau (2,9 % plus élevé).

Commentaire général sur les résultats d'inversion des quatre cas testés :

L'analyse des résultats d'inversion obtenus pour les quatre cas testés met en évidence plusieurs écarts notables entre les résistivités reconstruites et les valeurs réelles, en particulier au niveau des interfaces. Ces écarts peuvent être attribués à plusieurs facteurs. L'algorithme d'inversion utilisé, basé sur un filtre de lissage, a tendance à atténuer les contrastes aux interfaces nettes, ce qui peut affecter la précision des résultats. En outre, la configuration des électrodes (ici Wenner) pourrait ne pas être optimale pour toutes les géométries. D'autres configurations, telles que le dipôle-dipôle ou le Wenner-Schlumberger, pourraient offrir des résultats complémentaires grâce à leur sensibilité différente aux structures verticales ou horizontales [Reichling et al.2015]. Cette question constitue une piste pour de futurs travaux comparatifs. Par ailleurs, le paramétrage isogéométrique utilisé dans la modélisation ne coïncide pas toujours précisément avec les interfaces physiques, ce qui peut générer des imprécisions dans les résultats inversés. Enfin, certaines aléas expérimentaux — notamment celles liées au moule, au positionnement ou à la géométrie des capteurs — peuvent introduire un bruit de mesure non négligeable. Ces incertitudes, difficiles à quantifier *a priori*, rendent leur prise en compte complexe dans les simulations numériques. Cela renforce l'intérêt du benchmark expérimental proposé, qui permet d'évaluer les algorithmes d'inversion et les systèmes d'acquisition dans des conditions réalistes, en complément des données synthétiques idéalisées.

IV. Conclusion

L'objectif de cet article est d'introduire un dispositif expérimental et une méthodologie pour établir des domaines de référence permettant d'évaluer les performances du système d'acquisition de résistivité et du traitement des données (inversion). Le principal matériau utilisé est la poudre d'agar-agar mélangée à de l'eau déminéralisée, donnant une substance gélatineuse aux propriétés électriques représentatives de celles du béton. Ce matériau gélatineux est facile à préparer, permettant la création de plusieurs blocs avec différents niveaux de résistivité. De plus, l'utilisation de ce matériau évite l'endommagement du capteur et peut être utilisé pour qualifier le capteur avant sa mise en œuvre sur site. Divers cas de test ont été préparés pour simuler différents scénarios d'exposition des structures aux chlorures, en particulier dans les environnements marins. Par la suite, un algorithme d'inversion existant nommé « smooth », a été appliqué aux données mesurées. Cet algorithme a efficacement identifié des zones contrastées avec une localisation spatiale précise. Cependant, dans certains cas, les valeurs de résistivité dépassent les valeurs de référence, tandis que dans d'autres, elles sont inférieures, ce qui s'explique par la contrainte de lissage imposée et l'erreur de modélisation. En conclusion, l'aspect novateur de cette étude réside dans le protocole expérimental reproductible décrit, qui peut être reproduit dans d'autres laboratoires avec un équipement simple, peu coûteux et ayant un impact environnemental minimal.

REFERENCES

Jeon, D. and Yoon, S., 2024. Electrical Resistance Tomography (ERT) for Concrete Structure Applications: A Review. Buildings, 14(9), p.2654.

Lopez, W. and Gonzalez, J.A., 1993. Influence of the degree of pore saturation on the resistivity of concrete and the corrosion rate of steel reinforcement. Cement and concrete research, 23(2), pp.368-376.

Smyl, D., 2020. Electrical tomography for characterizing transport properties in cement-based materials: A review. Construction and Building Materials, 244, p.118299.

Eid, M.A., Reuge, N., Villain, G., Bonnet, S. and Lopes, S.P., 2025. Monitoring of drying and imbibition of concrete using embedded resistivity sensors for the estimation of permeability. Cement and Concrete Composites, 157, p.105900.

Piro, N.S., Mohammed, A.S. and Hamad, S.M., 2023. Electrical resistivity measurement, piezoresistivity behavior and compressive strength of concrete: a comprehensive review. Materials Today Communications, p.106573.

Lataste, J.F., Sirieix, C., Breysse, D. and Frappa, M., 2003. Electrical resistivity measurement applied to cracking assessment on reinforced concrete structures in civil engineering. Ndt & E International, 36(6), pp.383-394.

El Achrafi, M.K., Villain, G. and Bonnet, S., 2024. Surface calibration of electromagnetic properties to simultaneously consider water and chloride contents in concrete both with and without slag. Construction and Building Materials, 417, p.135176.

Lecieux, Y., Schoefs, F., Bonnet, S., Lecieux, T. and Lopes, S.P., 2015. Quantification and uncertainty analysis of a structural monitoring device: detection of chloride in concrete using DC electrical resistivity measurement. *Nondestructive Testing and Evaluation*, *30*(3), pp.216-232.

Du Plooy, R., Lopes, S.P., Villain, G. and Derobert, X., 2013. Development of a multi-ring resistivity cell and multi-electrode resistivity probe for investigation of cover concrete condition. NDT & E International, 54, pp.27-36.

Fares, M., Villain, G., Bonnet, S., Lopes, S.P., Thauvin, B. and Thiery, M., 2018. Determining chloride content profiles in concrete using an electrical resistivity tomography device. Cement and concrete composites, 94, pp.315-326.

Sabbağ, N. and Uyanık, O., 2018. Determination of the reinforced concrete strength by apparent resistivity depending on the curing conditions. Journal of Applied Geophysics, 155, pp.13-25.

Achrafi, M.K.E., Bonnet, S. and Villain, G., 2023. Electrical resistivity tomography results analyzed with two inversion methods to determine chloride profiles on BFS concrete having very high electrical resistivity. Construction and Building Materials, 407, p.133361.

Priou, J., Lecieux, Y., Chevreuil, M., Gaillard, V., Lupi, C., Leduc, D., Rozière, E., Guyard, R. and Schoefs, F., 2019. *In situ* DC electrical resistivity mapping performed in a reinforced concrete wharf using embedded sensors. Construction and Building Materials, 211, pp.244-260.

Marescot, L., Rigobert, S., Lopes, S.P., Lagabrielle, R. and Chapellier, D., 2006. A general approach for DC apparent resistivity evaluation on arbitrarily shaped 3D structures. Journal of applied geophysics, 60(1), pp.55-67.

Pandya, Y.H., Bakshi, M., Sharma, A., Pandya, H. and Pandya, H., 2022. Agar-agar extraction, structural properties and applications: A review. The Pharma Innovation Journal, 6, pp.1151-1157.

Loke, M.H., Chambers, J.E., Rucker, D.F., Kuras, O. and Wilkinson, P.B., 2013. Recent developments in the direct-current geoelectrical imaging method. Journal of applied geophysics, 95, pp.135-156.

Dahlin, T. and Zhou, B., 2004. A numerical comparison of 2D resistivity imaging with 10 electrode arrays. Geophysical prospecting, 52(5), pp.379-398.

Alhajj, M.A., Bourguignon, S., Palma-Lopes, S. and Villain, G., 2021. Joint inversion of electromagnetic measurements for the determination of water saturation profiles in concrete structures. Cement and Concrete Research, 147, p.106500.

Loke, M.H., Acworth, I. and Dahlin, T., 2003. A comparison of smooth and blocky inversion methods in 2D electrical imaging surveys. Exploration geophysics, 34(3), pp.182-187.

Reichling, K., Raupach, M. and Klitzsch, N., 2015. Determination of the distribution of electrical resistivity in reinforced concrete structures using electrical resistivity tomography. Materials and Corrosion, 66(8), pp.763-771.

Development of a 3D hybrid thermo-mechanical modeling approach for masonry structures

Ali BOUKHAM[1]

[1] I2M, UMR 5295, Univ. de Bordeaux, Bordeaux, France

ABSTRACT Although masonry constructions represent a valuable heritage, they are vulnerable to fire hazards, as highlighted by the incident that occurred on April 15 at Notre-Dame Cathedral in Paris. However, due to the lack of knowledge and appropriate tools to assess their structural condition, the study of post-fire stability of these structures remains a critical issue. To address this challenge, a 3D thermo-mechanical modeling approach has been developed and implemented in the discrete element calculation code LMGC90. At ambient temperature, a hybrid block-by-block approach combining finite elements and discrete elements was used to (i) simulate damage within the blocks using a model coupling damage and plasticity and (ii) reproduce elasticity and cracking in the joints through a frictional cohesive zone model developed in this work. In this modeling approach, the thermal expansion of the blocks is described using an irreversible, temperature-dependent thermal expansion coefficient. Additionally, the evolution of the mechanical properties of the blocks as a function of temperature has been integrated. For the joints, the impact of temperature is modeled by introducing an additional thermal damage variable into the frictional cohesive zone model. The calibration of these thermal damage mechanisms was carried out based on an extensive experimental campaign. This campaign enabled, on one hand, the study of the impact of temperature on the mechanical behavior of the masonry assembly and, on the other hand, the calibration of contact laws at high temperatures. The validation of the mechanical hybrid model was conducted by comparing its predictions with experimental results from a masonry wall subjected to a vertical loading and to a cyclic lateral loading. While the thermo-mechanical model was conducted by comparing the numerical and experimental results of a masonry wall subjected to a standardized ISO 834 fire under vertical loading.

Keywords Masonry, Damage, DEM, FEM, Thermo-mechanics

I. INTRODUCTION

Masonry is one of the oldest construction techniques still in use today. This technique encompasses any construction method based on the principle of stacking blocks, resulting in a variety of masonry types. This diversity arises from differences in materials employed (blocks and mortar joints) and in methods of arranging blocks, which vary across regions and historical periods. Over time, masonry construction techniques have evolved to meet specific structural and aesthetic requirements. Consequently, a large portion of cultural heritage buildings are monumental masonry structures, including towers, castles, churches, mosques, temples, and other iconic edifices. In recent years, numerous historical masonry buildings have sustained fire damage, resulting in significant human, cultural, and financial losses. For example, in 2019, the Notre-Dame Cathedral in Paris (NDP Cathedral) was severely affected by fire, which destroyed its timber roof and caused portions of the stone vaults to collapse Parent et al. (2024)Praticò et al. (2020). Preserving and restoring such buildings requires (i) an understanding of the impact of fire on the thermo-mechanical properties of masonry and its constituents, and (ii) the development of a multidisciplinary diagnostic approach,

including structural assessment to evaluate stability. However, the complex thermo-mechanical behaviour of masonry complicates this task, especially for historical monuments with complex geometries and loading histories.

The first reason is that mechanically, masonry is a heterogeneous, anisotropic, quasi-brittle, and highly non-linear material. Its overall mechanical behaviour is influenced by the topology of the structure, as well as by the mechanical properties of the blocks, mortar joints, and block/mortar interfaces. A detailed understanding of the mechanical behaviour of each constituent (block, mortar, and block/mortar interface) is therefore essential. Specifically, characterizing the elastic and fracture properties of these constituents is critical but remains challenging due to their inherent brittleness (as they are primarily geomaterials). the use of servo-controlled mechanical tests is then essential to chracterize this kind of materials and their assemblies. Masonry is also particularly sensitive to high temperatures Guenser et al. (2024)Vigroux (2020), both the blocks and mortar joints undergo various physico-chemical changes when exposed to elevated temperatures, depending on the specific materials used. This makes even homogenous heating of masonry components a complex process. Additional complexities arise when masonry assemblies are heated as a whole, with thermal expansion mismatches between blocks and mortar causing damage at interfaces. In cases where a a non-linear temperature gradient is present, further damage may occur, influenced by multiple factors. This complex thermo-mechanical behavior requires extensive experimental testing to characterize the evolution of the elastic and fracture properties of masonry and its constituents under varying temperatures Pimienta et al. (2023).

Secondly robust thermo-mechanical numerical modelling strategies specifically dedicated for masonry structures are needed to accurately account for high-temperature effects and the non-linear phenomena that develop over a structure's history. Several mechanical modelling strategies exist in the literature, which can be grouped into four main families D'Altri et al. (2019): (i) block-based models with or without joints, (ii) continuous models that treat masonry as a homogeneous material using homogenisation techniques, (iii) macro-models that represent the structure as a system of non-linear response panels, and (iv) geometry-based models that view the structure as a rigid solid, assuming infinite compressive strength, zero tensile strength, and no block sliding (relying solely on the geometry and loading data). However, when masonry is damaged by fire, both the blocks and joints are affected. The most suitable modelling approaches in this context are those that account for the residual behaviour and damage of both blocks and joints, either through a block-based or a continuum approach with a homogenization step. Neglecting these aspects can significantly affect the simulated thermo-mechanical response of the masonry structure. In terms of temperature effects, temperature distributions are typically determined either experimentally or via thermal analysis, with the latter often performed using the finite element method under the assumption that masonry behaves as a continuum, thereby often disregarding its discontinuous nature.

To address these challenges, a 3D hybrid block-based thermo-mechanical modelling approach will be developed (using `LMGC90` software Dubois & Jean (2006)), complemented by an extensive experimental campaign investigating the impact of temperature on the block/mortar interface. In the following, the experimental campaign will first be presented, followed by a description of the developed hybrid modeling approach. Finally, the mechanical and thermo-mechanical validation of the hybrid model will be discussed.

II. Experimental campaign

This section aims to present the experimental tests conducted on masonry samples made of materials equivalent to those used in the Notre-Dame de Paris cathedral, as well as the results obtained.

A. Materials and samples used

The selected mortar is a feebly hydraulic lime mortar with a mass density of $1993 kg/m^3$ at its fresh state. This type of mortars is often used in ancient masonry building restoration. For the binder a feebly natural hydraulic lime (NHL2) is used, while for the sand a 0.3,15mm coarse river sand (containing high percentage of Silica and taken from Garonne river) is used. A 1.36 : 1 : 5.09 formulation ("water : binder : sand" expressed in mass ratios) was chosen to optimize the workability of the mortar. In fact, the proportion of water was determined in order to achieve a consistency of 19-20cm which was needed to guarantee a good workability over a sufficient period time (corresponding to the sample's preperation time). The consistency of the mortar was determined via the flow table test according to the **NF EN 1015-3** norm. For the blocks, soft limestones with a mass density of $1713 kg/m^3$ collected from Saint-Maximin quarry (France) were used. They were cut to the desired dimensions using a numerical controlled cutting machine.

Two masonry samples were made:

- For tensile tests, the samples are masonry doublets composed of two limestone blocks with dimensions of $10cm \times 10cm \times 7cm$, joined by a mortar layer of $7mm$. The choice of 7 cm as a height of the blocks was made to reduce the elastic energy stocked in the limestone. In fact, reducing this elastic energy helps to stabilise the mechanical test in the damage initiation phase (up to the stress peak).
- For direct shear tests, the samples are masonry triplets composed of three limestone blocks with dimensions of $10cm \times 10cm \times 10cm$, joined by a mortar layer of $7mm$.

B. Testing protocol

To assess the impact of temperature on the mechanical behavior of mortar joint and block/mortar interface, direct tensile tests (figure 1a) and shear/compressive tests (figure 1b) (for different confinement levels: 0.1/0.2/0.3/0.4/0.6/0.8 MPa) were conducted at ambient temperature with non-heated and 200°C/300°C/400°C/500°C heated samples. The heating protocol applied was chosen to ensure that: (i) temperature gradients developing in the sample are limited, meaning that all resulting thermal damage is due to the differential thermal dilation of the grains and to the activated physico-chemical reactions and not resulting by the nonlinear gradient of thermal strain dilatation along the thickness ; and (ii) all samples are subjected to the same theoretical temperature. To achieve this, the samples were placed at the mid-height of an oven "btf furnaces - OM1000" equipped of a TC507S regulator. A heating rate of 5°C/min, followed by a 10 hour plateau at the target temperature, was selected. It should be noted that the mechanical tests were conducted after the samples were left to cool naturally (meaning that the cooling rate was not controlled).

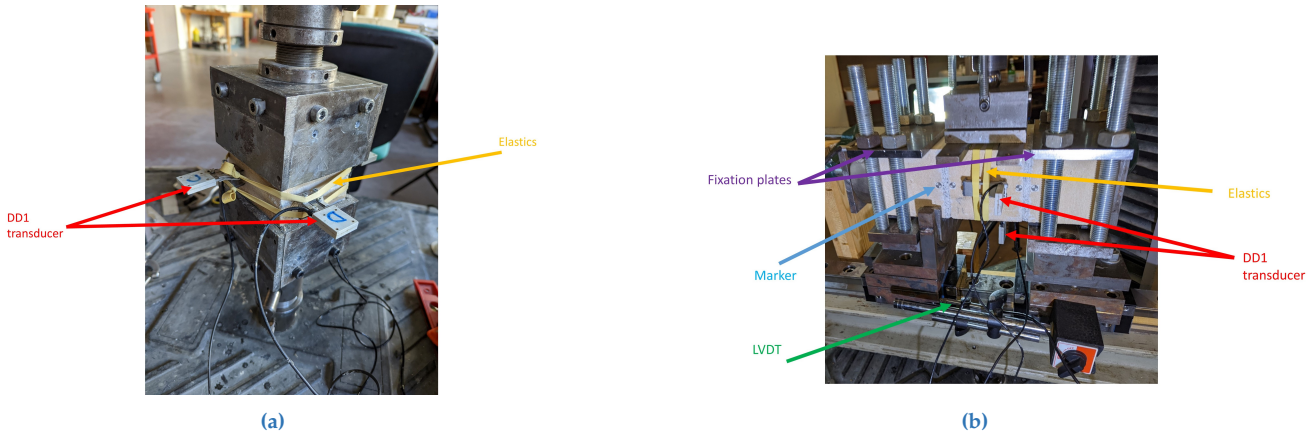
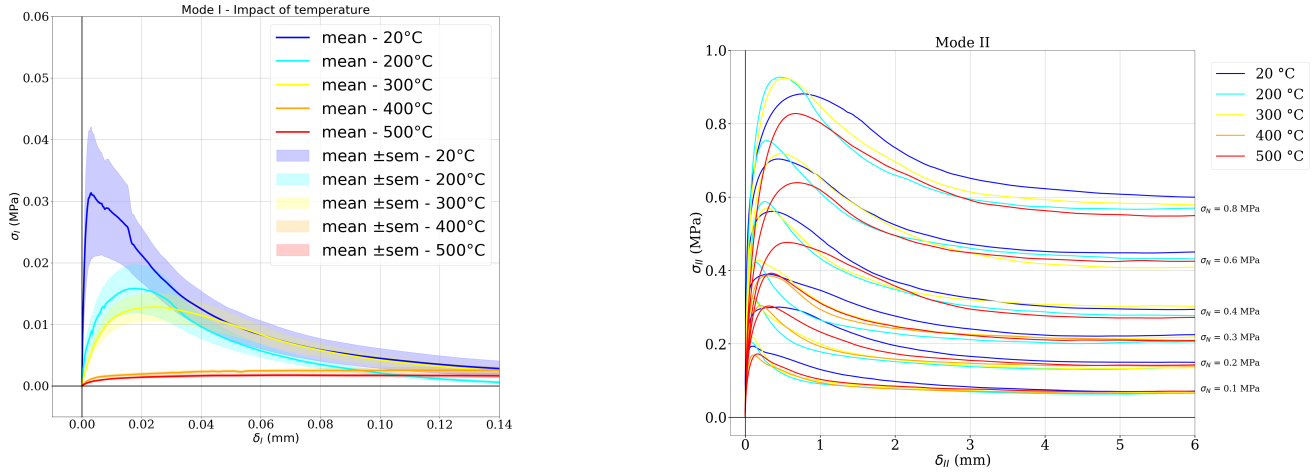


FIGURE 1. Mechanical test set-ups used and the oven used to heat the samples: (a) direct tenstile test set-up (b) shear/compression test set-up.

For the direct tensile test, the set up proposed by Bisoffi-Sauve et al. (2019) is used, the masonry doublets are directly glued using an epoxy resin inside steel boxes fixed on the test machine (an electro-mechanical testing machine "Mechanical Testing System (MTS) - LPS.105 Model" of a force capacity of 100kN). In fact, the sample was glued 12h before the test and compressed (a compressive stress of 0.18MPa is applied) to anticipate the tensile stress that can generated during the cure of glue and that can leads to sample damage. While for the shear/compression test, a novel setup is proposed based on a previous setup used by Venzal et al. (2020). Noting that similarly to the tensile test, an electro-mechanical testing machine "Mechanical Testing System (MTS) - LPS.105 Model" of a force capacity of 100kN is used.

C. Experimental results

The obtained tensile and shear results, corresponding respectively to the tensile stress vs. opening of the mortar joint and the two block/mortar interfaces, as well as the shear stress vs. shear sliding of the mortar joint and the two block/mortar interfaces, are shown in the figures 2. As it can be seen from figure 2a, an increase in temperature leads to a decrease of the tensile cohesive mechanical properties. Also, the samples at 400°C and 500°C can no longer resist to tensile stress as the peak stress and stiffness are null. Another observation is that the non linear pre-peak phase increases with temperature adding some ductility to the initial brittle behaviour. For the shear/compressive response, the impact of temperature on the mean $\sigma_{II} - \delta_{II}$ curves is shown in Figure 2b. For all temperatures the samples exhibit the same behaviour: (i) first an elastic linear phase (ii) a hardening phase where the shear stress increases non linearly till the shear peak stress (iii) a post-peak softening phase (iv) a residual plateau depicting a pure frictional behaviour. Also, the shear mechanical behaviour is less sensitive to high temperatures compared to the tensile behaviour. The shear strength increases at 200°C and 300°C then decreases at 400°C and 500°C. Similarly to the tensile tests 400°C is the critical temperature at which the shear response begins to decrease. However, even at 500°C it still shows a good shear bearing capacity due to friction. Also, the residual shear stress seems insensitive to temperature.



(a) (b)

FIGURE 2. Mechanical response of the mortar joint and the two block/mortar interfaces at different temperatures: (a) tensile response (b) shear response for different confinement levels.

III. Description of the thermo-mechanical modelling approach

In this section, the mechanical hybrid modeling approach will first be described, followed by the inclusion of the impact of temperature and the overall thermo-mechanical modeling approach.

A. The mechanical hybrid modelling approach

The proposed approach is a 3D simplified micro-modelling approach based on the "non-smooth contact dynamics method" or *NSCD* Dubois & Jean (2006). Given the discontinuous nature of masonry, which is formed by stacking blocks, this block-by-block numerical approach offers advantages over other modelling methods, particularly due to its ability to capture local physical phenomena at the block/mortar interfaces, even at large displacements. This capability is attributed to the NSCD method's ability to update contact points at large displacements, allowing it to accurately reproduce the frictional behaviour of fractured joints under significant relative displacements. Noting that the initial modelling approach proposed by Venzal et al. (2020) has several key limitations: (i) coupling of normal and shear stiffness in masonry, due to the use of extended isotropic blocks with embedded joint elastic behaviour, and (ii) assuming linear elastic blocks in scenarios involving fire exposure. These limitations are addressed in the proposed approach, as masonry will be modelled by stacking non-extended and non-homogenized blocks (maintaining their own dimensions and mechanical properties). Furthermore, the mortar joint and block/mortar interface will be modelled by an interface with an initial gap (Figure 3). On this basis, (i) the interactions between blocks (estimated by the *Discrete Element Method* "DEM") will be described by a new frictional cohesive zone model in which plasticity is incorporated and which integrates the normal and tangential stiffness of mortar joints, and (ii) the damage and plasticity of the finite element blocks will be described by a quasi-brittle damage model. The added linear springs in the contact law will allow the model to explicitly take into account the elastic mechanical behaviour of the mortar joint in both modes.

To summarize, this modelling approach will have three main benefits: (i) avoiding complex nonlinear

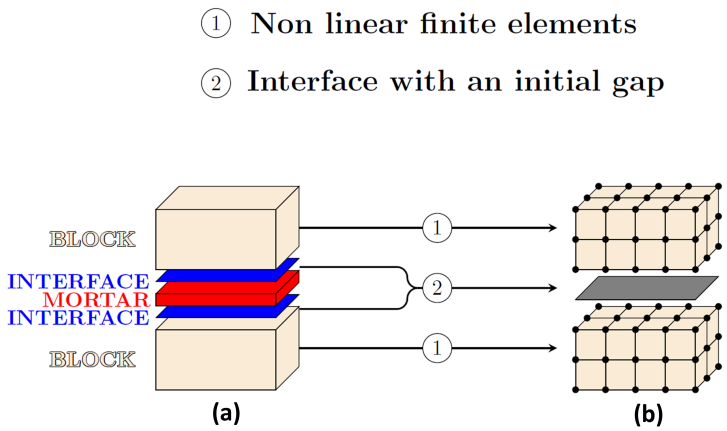


FIGURE 3. Proposed mechanical hybrid modelling approach.

homogenisation of the homogenised material incorporating the mechanical behaviour of the block and the mortar joint, (ii) avoiding the need to model the mortar as a 3D continuum material with finite elements since a micro-detailed approach is more time-consuming than a micro-simplified approach, and (iii) the ability to adjust the normal and tangential stiffness of the mortar joint to accurately model vertical and shear stiffness at the scale of the structure.

B. The thermo-mechanical modelling approach

The proposed 3D thermo-mechanical modeling approach adopts a one-way coupling strategy, where the thermal problem influences the mechanical response, but the mechanical deformations or stresses do not feed back into the thermal field. In this approach, the temperature distribution, determined through a thermal analysis, is applied as an input for the mechanical analysis. As such, the thermal expansion, temperature-dependent material properties, and resulting stresses are captured in the mechanical model. However, the reverse effect where mechanical deformations or stresses alter the thermal properties or heat conduction within the material is neglected. This assumption simplifies the analysis and is valid in cases where mechanical effects have a negligible influence on thermal behaviour.

Figure 4 illustrates the proposed approach, the thermal analysis is based on the finite element method where the masonry structure is considered as a continuum made only of stone material. The mortar phase is neglected since the heat flux studied in this work are unidirectional, and the temperature distribution in the mortar joints are assumed to be similar to the temperature distribution in the stone. The mechanical analysis are performed using the hybrid mechanical modelling approach briefly presented before, considering the impact of the temperature determined from a thermal analysis. In fact, the impact of temperature will be considered through:

- Thermal expansion of the blocks (to generate the self-balancing stress), that will be taken temperature dependant and irreversible.
- Evolution of mechanical properties with respect to the temperature to model the thermal damage of the blocks (caused by the differential thermal expansion and the various physico-chemical reactions) Guenser (2024).

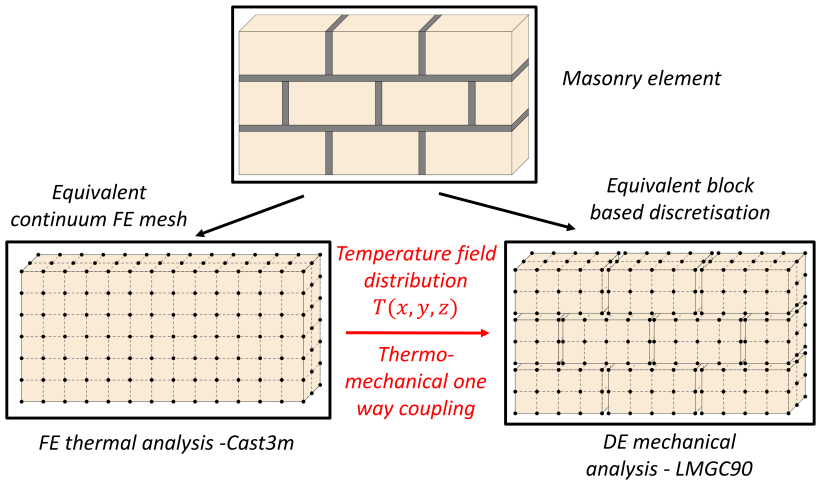


FIGURE 4. 3D thermo-mechanical modelling approach.

- Damage of the blocks caused by the stress generated vie the constrained thermal expansion.
- Evolution of thermal damage $\{d_{th}^{spring}, d_{th}^{coh}\}$ incorporated in the contact law to model respectively the thermal damage of mortar joints and the block/mortar.

It is worth noting that in this approach, the thermal expansion of the joints is not considered and its impact is assumed minimal. The damage of the joints and the block/mortar interface will be mainly driven by d_{th}^{coh} and d_{th}^{spring} determined experimentally. The impact of the stress that may be generated in the mortar joints are neglected. Also, unlike the approach followed for the joints, the thermal degradation of the blocks via the differential thermal expansion and the physico-chemical reactions will be incorporated by evolving the material properties and not through damage tensors.

IV. Validation of the modelling approach

The aim of this section is to briefly present two test cases used to validate the modeling approach. First, a mechanical validation based on experimental results of a masonry wall subjected to a vertical load and cyclic lateral loading will be presented Boukham et al. (2024). Second, a thermo-mechanical validation based on a masonry wall subjected to a vertical load and a standard fire (ISO 834-1 fire curve) will be discussed Pimienta et al. (2023).

A. Mechanical validation

In this section, the hybrid model presented above will be validated on the basis of experimental results of a masonry wall subjected to a compressive and cyclic shear loads. The experimental results includes the lateral force-imposed displacement curves. Noting that the experimental results were taken from Venzal (2020) and were published in Boukham et al. (2024). The validation will be undergone using the experimental results of only one tested wall. In fact due to the dispersion in the experimental results, the cyclic imposed lateral displacement differs from one wall to another, making it difficult to validate the numerical results. For that reason, the choice was made to consider only one tested wall having the typical shear diagonal crack, since this failure configuration is the one observed numerically. And since the ruin kinematics has an impact on the response, it is more convenient to consider the experimental results of a wall that has

the same ruin kinematics. The chosen wall is a wall tested under a normal compressive stress of $0.5MPa$. Specific procedures were developed to reproduce numerically the specific imposed cyclic loading.

In `LMGC90` software, the 3D geometry of the masonry wall was created using a simplified modelling technique (figure 5a). Masonry units were meshed using hexahedral elements (2 elements along x,y axes and one element along z axis), while the mortar and block/mortar interface were modelled by a 2D contact elements with an initial gap (4 contact points by face element) (figure 5a). The number of mesh elements and of contact points were determined in order to optimize time calculation while preserving accurate results. Rigid elements were used to model the upper and lower metallic supports due to their high stiffness compared to the wall's stiffness . Figure 5a displays the discrete element model of the masonry wall with the corresponding block's finite element meshes and contact points. Boundary conditions similar to the experimental ones were applied to the numerical model. The first and last courses of blocks are respectively clamped to the lower and upper rigid bodies (metallic supports) through a contact law not allowing relative displacements between elements. All degrees of freedom of the lower rigid body are constrained, while for the upper rigid body, in-plane rotation is permitted, and a vertical load along with a horizontal displacement are applied, as shown in figure 5a. Regarding the load history : (i) gravity, (ii) normal loading and (iii) imposed horizontal displacement were applied successively and gradually using tangent hyperbolic functions to avoid sudden variations that can lead to dynamic effects. The mechanical properties chosen are presented in tables 1 and 2.

TABLE 1. Parameters used for the damage law of the blocks.

Elastic	E (GPa) Bisoffi-Sauve (2016)	11.1
	ν Bisoffi-Sauve (2016)	0.2
Tensile	R_t (MPa)	1.2
	ε_{pic_t}	0.11×10^{-3}
	G_{f_t} (J/m2)	18.8
Compression	R_c (MPa) Bisoffi-Sauve (2016)	9.5
	ε_{pic_c}	0.13×10^{-2}
	δ Parent (2015)	0.4
	β Parent (2015)	0.2
	ε_{kdc}	0.15×10^{-2}

TABLE 2. Contact law parameters used. (Venzal (2020))

FCZM (mode I)	$\sigma_I^{coh,e}$ (MPa)	0.05
	$K_I^{coh,0}$ (Pa/m)	1.21×10^{11}
	$G_{f_I}^{coh}$ (J/m^2)	3
FCZM (mode II)	$\sigma_{II}^{coh,e}$ (MPa)	0.27
	$K_{II}^{coh,0}$ (Pa/m)	2.8×10^{11}
	$G_{f_{II}}^{coh}$ (J/m^2)	206
Plasticity	ψ	1.5
Friction	μ	0.8
	p	12
Linear spring	K_I^{spring} (Pa/m)	4.3×10^{11}
	K_{II}^{spring} (Pa/m)	1.8×10^{11}

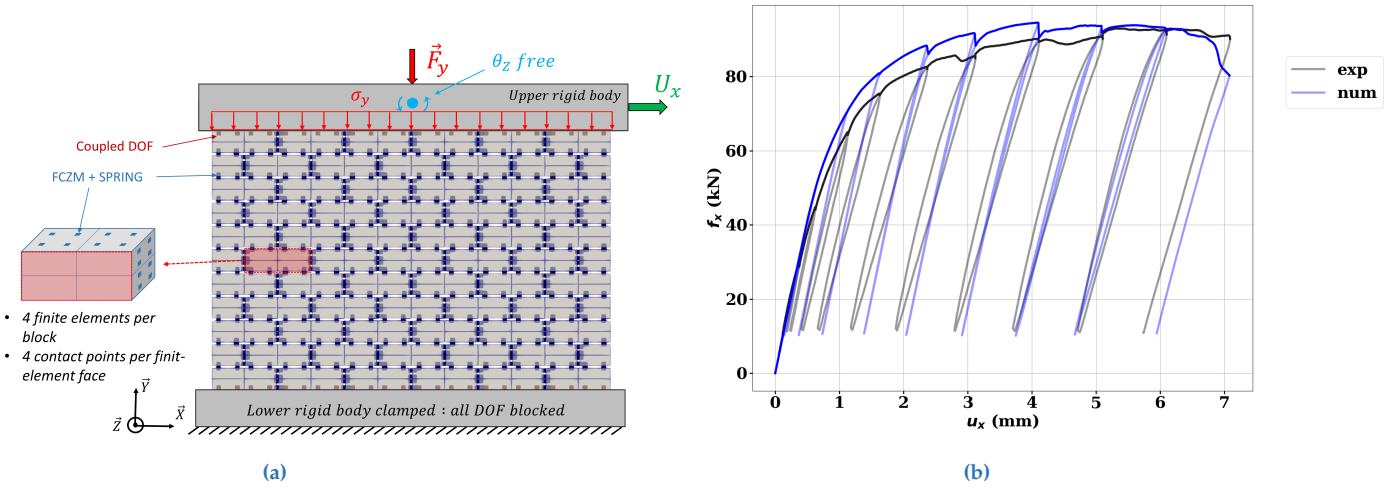


FIGURE 5. Mechanical validation based on a masonry shear wall: (a) numerical model of the masonry wall and (b) comparison of the numerical and experimental cyclic response.

The numerical response of the model is shown 5b. As it can be seen, in addition to capturing the wall's stiffness and its lateral force capacity the numerical model reproduced as well residual displacements and the proper unloading stiffness. Noting that the residual displacements reproduced numerically are highly driven by the cyclic compressive shear response of the joints. Furthermore, the different obtained failure mechanisms and the different displacement and strain fields corresponds precisely to those obtained experimentally but are not shown in this article for simplicity.

B. Thermo-mechanical validation

In this section, a masonry wall subjected to a vertical loading and to standard fire (iso834-1 fire curve) will be modelled using the modelling approach proposed in this work. The validation will be undergone through confrontation of the numerical and the experimental results (taken from Pimienta et al. (2023)). First, a detailed description of the numerical model, including the boundary conditions, and material properties, are presented. Lastly, the numerical results will be compared to the experimental results to assess the model's accuracy in replicating the experimental observations.

Similarly to the shear wall model, the block based model of the fire wall was done using `LMGC90` (figure 6). Each block was meshed using linear hexahedral elements (5 elements along y, 6 elements along x and 8 elements along z) and in each surface element one contact point was used. The number of elements and the contact points was mainly chosen to get a trade off between accuracy and computational cost. Also, to reproduce the right boundary conditions (that highly affects the wall's thermo-mechanical response) at both upper and lower ends of the wall, both the RC beam and the steel frame were modelled. The RC beam was modelled using an isotropic linear elastic material ($E = 30GPa, \nu = 0.2$) while the steel beam was modelled as a rigid body due to its high rigidity. Noting that both the RC beam and the steel beam were not considered in the the thermal model as they are not impacted by the fire and do not thermally interact with the wall. While the blocks were modelled using a damage law model, the interaction between the blocks and between the blocks and the beam was modelled through the proposed contact law. As it can be seen

in figure 6, an initial gap of 10mm is considered between the blocks while no gap is considered between the beam and the blocks. The thickness of the mortar joints 55mm and 20mm were embedded in the contact law by adjusting the stiffness. A simple signorini-coulomb law was considered between the beam and the steel beam.

Concerning the boundary conditions, the upper rigid body is completely constrained, while all the DOF of the lower body are blocked except the translation along y-axis. Regarding the loading, the normal force is first applied through a tangent hyperbolic function to minimize dynamical effects. Then a time plateau is considered to dissipate any vibration and allow the wall to reach static equilibrium. After this phase, the temperature distributions determined from the thermal model are applied to model the fire (while keeping the normal force applied constant).

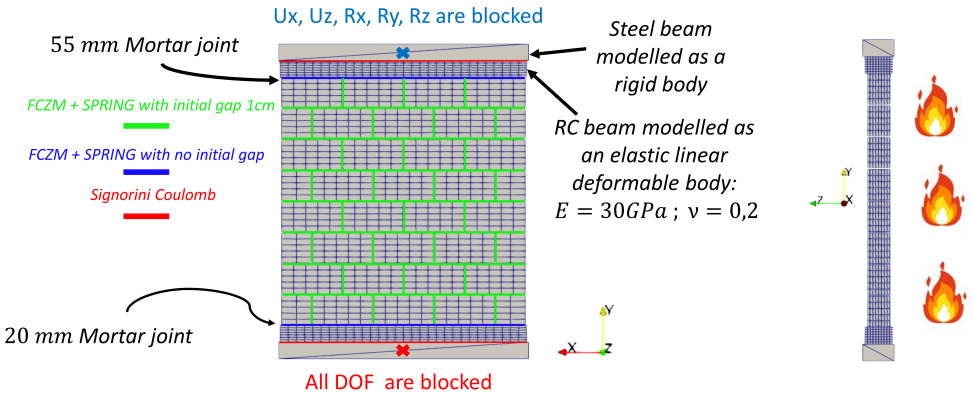


FIGURE 6. Boundary conditions applied to the wall.

The selection of the model parameters governing the thermo-mechanical behaviour of the stone blocks was primarily based on the similarities between the blocks tested in the referenced studies Guenser (2024) and the type of stone used in the fire test Pimienta et al. (2023). Due to the lack of experimental data for the specific materials used in the fire test, these analogous studies provided a basis for estimating the relevant material properties. The used mechanical properties for the non-linear behaviour law of the blocks are shown in table 3.

While the parameters of the contact law developed in this work and used to model the thermo-mechanical behaviour correspond to the fitted parameters based on the experimental results and are presented in table 4. This choice was made since the type of blocks and mortar tested in this work is similar to those used in the fire tested masonry wall.

TABLE 3. ENDO3D parameters used at ambient temperature deduced from the Guenser (2024).

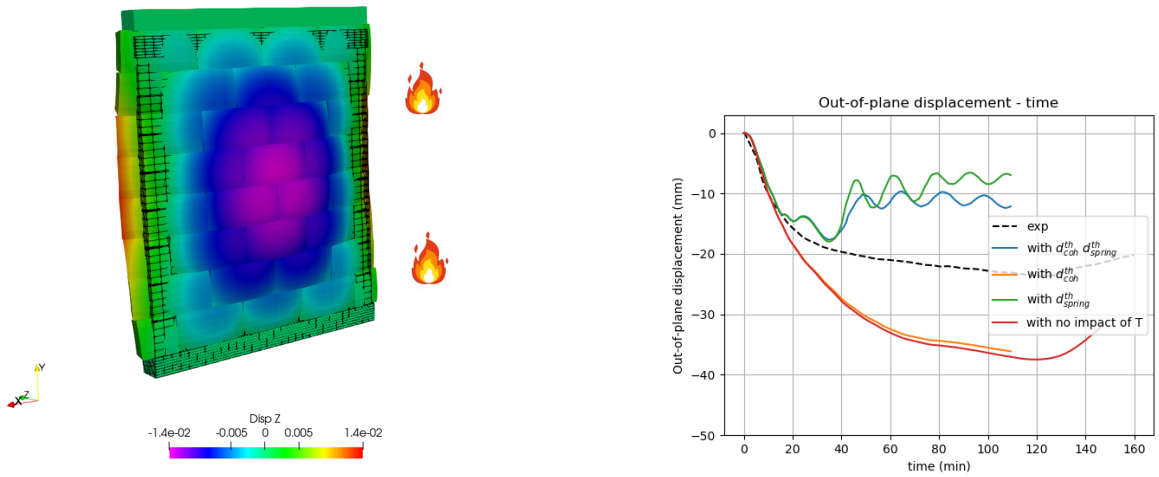
Elastic	E (GPa)	12.2
	ν	0.26
Tensile	R_t (MPa)	1.75
	ε_{pic_t}	2.05×10^{-4}
	G_{f_t} (J/m2)	9.5
Compression	R_c (MPa)	12.5
	ε_{pic_c}	0.13×10^{-2}
	δ	0.7
	β	0.7
	ε_{kdc}	1.27×10^{-3}

TABLE 4. Contact law fitted parameters on the basis of the experimental results of section 2.

FCZM (mode I)	$\sigma_I^{coh,e}$ (MPa)	0.04
	$K_I^{coh,0}$ (Pa/m)	5×10^{12}
	$G_{f_I}^{coh}$ (J/m^2)	2.1
FCZM (mode II)	$\sigma_{II}^{coh,e}$ (MPa)	0.17
	$K_{II}^{coh,0}$ (Pa/m)	5×10^{12}
	$G_{f_{II}}^{coh}$ (J/m^2)	242
Friction	μ	0.76
	p	78
Linear spring	K_I^{spring} (Pa/m)	5.98×10^{11}
	K_{II}^{spring} (Pa/m)	2.53×10^{11}

Numerically the model was able to capture the phenomena of thermal bowing towards the fire source which was observed experimentally. The evolution of the deflection at mid-height with time of the numerical models are depicted in figure 7b. The black dashed curve represents the experimental data from Pimienta et al. (2023), while the colored solid lines correspond to the numerical results for the cases $\{(d_{coh}^{th} = 0, d_{spring}^{th} = 0)\ ;\ (d_{coh}^{th} \neq 0, d_{spring}^{th} = 0)\ ;\ (d_{coh}^{th} = 0, d_{spring}^{th} \neq 0)\ ;\ (d_{coh}^{th} \neq 0, d_{spring}^{th} \neq 0)\}$. As it can be seen, up to $20min$ all models evolves similarly and fit well the experimental curve. After $20min$, all numerical models starts to diverge from the experimental response. In fact, models where thermal damage of the mortar joint is not considered ($d_{th}^{spring} = 0$), the deflection at mid-height-time curve presents a similar shape of the experimental response, but with higher deflections. At $120min$, models with $d_{th}^{spring} = 0$ reach a deflection of $3.7cm$ compared to $2.4cm$ measured experimentally. However, for models with $d_{th}^{spring} \neq 0$, a sign inversion of the rate of change of the deflection at mid-height is observed around $35min$ (the deflection at mid-height is decreasing). This instantaneous decrease triggers some oscillations due to the released stored elastic energy. After the decrease phase, The deflection converges towards a plateau, with lower deflections compared to the experimental ones. At $120min$, models with $d_{th}^{spring} \neq 0$ reach a deflection at mid-height of $\approx 1cm$. The wall's deflection produced numerically seems less sensitive to the thermal damage of the interface (d_{th}^{coh}) compared to the thermal damage of the mortar joints (d_{th}^{spring}). Also, the case where $d_{th}^{spring} = 0$ the numerical response overestimates the experimental response while with $d_{th}^{spring} \neq 0$ the numerical response underestimates the experimental response.

Globally, the obtained results are satisfactory and some improvements might be done by calibrating the thermal damage of the mortar joint d_{spring}^{th} and thus fitting better the experimental curve.



(a) (b)

FIGURE 7. Numerical response of the masonry wall subjected to fire: (a) out-of-plane displacement field at $120min$ **of heating for the case** $(d^{th}_{spring} \neq 0, d^{th}_{coh} \neq 0)$ **and (b) comparison of numerical and experimental (taken from Pimienta et al. (2023)) time evolution curves of maximum out-of-plane displacement .**

V. Conclusion

The experimental results enabled a comprehensive characterisation of the ambient mechanical behaviour of joints in masonry samples made from materials equivalent to those used in Notre-Dame Cathedral (NDP) and provided valuable insights into the impact of temperature on their mechanical behaviour. These findings also facilitated the calibration of the contact law model parameters. Furthermore, the proposed thermo-mechanical modelling approach was successfully validated both mechanically and thermo-mechanically. The results obtained from this 3D thermo-mechanical model were promising. The proposed modelling approach was demonstrated to be a powerful tool for detailed analyses of the thermo-mechanical behaviour of small-scale structures and to examine local phenomena. However, for large-scale structures, its application remained challenging due to the substantial computational resources required. In such cases, continuous homogeneous modelling approaches are advantageous for structural assessment, offering acceptable computation times. Moreover, alternatives based on using joint elements instead of contact methods could preserve both accuracy and computational efficiency.

As a future perspective, the modelling approach will be adapted to integrate joint elements, thereby reducing computational costs. This enhanced approach will then be applied to simulate the fire-induced behaviour of the choir vault of Notre-Dame Cathedral.

References

Bisoffi-Sauve, M. (2016), Etude des ouvrages maçonnés en pierre par la méthode des éléments discrets : caractérisation et modélisation du comportement cohésif des joints, Theses, Université de Bordeaux.
URL: *https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01373072*

Bisoffi-Sauve, M., Morel, S. & Dubois, F. (2019), 'Modelling mixed mode fracture of mortar joints in masonry buildings', *Engineering Structures* **182**, 316–330.

Boukham, A., Venzal, V., Parent, T., Morel, S., Dubois, F. & Solbes, B. (2024), '3d hybrid modeling approach combining the finite and discrete element methods: Validation based on masonry shear wall tests', *International Journal of Solids and Structures* **289**, 112638.

D'Altri, A., Sarhosis, V., Milani, G., Rots, J., Cattari, S., Lagomarsino, S., Sacco, E., Tralli, A., Castellazzi, G. & Miranda, S. (2019), 'Modeling strategies for the computational analysis of unreinforced masonry structures: Review and classification', *Archives of Computational Methods in Engineering* **27**.
URL: *https://link.springer.com/article/10.1007/s11831-019-09351-x*

Dubois, F. & Jean, M. (2006), *The non smooth contact dynamic method: recent LMGC90 software developments and application*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, pp. 375–378.
URL: *https://doi.org/10.1007/3-540-31761-9*$_4$4

Guenser, C. (2024), 'Méthode d'évaluation structurale post-incendie des monuments en pierre', *Academic Journal of Civil Engineering* **42**(1), 727–737.
URL: *https://journal.augc.asso.fr/index.php/ajce/article/view/4579*

Guenser, C., Corn, S., Salgues, M., Morenon, P. & Domede, N. (2024), 'Effect of high temperatures on the mechanical and thermal properties of notre-dame de paris lutetian limestone', *Materials and Structures* **57**(4), 81.

Parent, T. (2015), Méthodologie de Diagnostic de Structures Maçonnées Anciennes, Theses, Université Toulouse 3.
URL: *https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01403780*

Parent, T., Brocato, M., Colas, A.-S., Domede, N., Dubois, F., Garnier, D., Gros, A., Mindeguia, J.-C., Morel, S., Morenon, P., Nougayrede, P. & Taforel, P. (2024), 'A multi-model structural analysis of the vaults of notre-dame de paris cathedral after the 2019 fire and a proposal for a hybrid model merging continuum and discrete approaches', *Journal of Cultural Heritage* **65**, 135–144. Notre-Dame de Paris : a multidisciplinary scientific site.
URL: *https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1296207423000626*

Pimienta, P., Obaie, A., Donval, E., Pham, D. T., Noumowe, A., Eslami, J. & Hoxha, D. (2023), Fire behaviour of limestone masonry during and after fire, *in* 'IFIRESS2023'.

Praticò, Y., Ochsendorf, J., Holzer, S. & Flatt, R. J. (2020), 'Post-fire restoration of historic buildings and implications for notre-dame de paris', *Nature materials* **19**(8), 817–820.

Venzal, V. (2020), Modélisation discrète du comportement mécanique desouvrages maçonnés en pierre. Aspects expérimentaux - Analyse énergétique, Theses, Université de Bordeaux.
URL: *https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-03003557*

Venzal, V., Morel, S., Parent, T. & Dubois, F. (2020), 'Frictional cohesive zone model for quasi-brittle fracture: Mixed-mode and coupling between cohesive and frictional behaviors', *International Journal of Solids and Structures* **198**, 17–30.
URL: *https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020768320301402*

Vigroux, M. (2020), Influence de la microstructure et de la minéralogie sur l'endommagement mécanique des pierres du patrimoine bâti sous l'effet de conditions environnementales sévères, PhD thesis, Université de Cergy-Pontoise.

Mécanismes d'interactions du CO_2 de l'air intérieur dans les matériaux en terre crue

Sofia Arris-Roucan

Université de Pau et des Pays de l'Adour, E2S UPPA, SIAME, Anglet, France

RESUME Les matériaux de construction en terre crue, grâce aux propriétés hygroscopiques des minéraux argileux qu'ils contiennent, interagissent avec l'environnement intérieur en régulant notamment l'humidité relative. Si leur capacité de régulation hygrométrique est bien documentée, peu de données existent sur leur potentiel de régulation du CO_2. L'objectif de ce travail est de comprendre et caractériser les mécanismes d'interaction entre terre crue et CO_2 dans des conditions similaires à l'air intérieur. À l'aide d'un dispositif expérimental, spécialement développé dans le cadre de ce travail, basé sur de la TG-DSC, des expériences ont été menées pour évaluer l'influence des conditions externes sur les mécanismes d'interaction : variation de l'humidité relative (0, 51 et 71% HR), de la concentration en CO_2 (de 0 à 20 000 ppm) et de la température (25°C et 35°C). Les résultats montrent qu'en l'absence d'humidité (0% HR) le CO_2 est physisorbé à la surface des argiles sur des sites d'adsorption plus ou moins énergétiques. La présence d'eau (51% et 71% HR) réduit la sorption du CO_2. Cependant, du CO_2 est toujours retenu en atmosphère humide, suggérant l'existence d'interactions potentielles entre le CO_2 et l'eau adsorbée, de type solubilisation. Une fois l'ensemble des mécanismes de sorption du CO_2 analysé, un changement d'échelle est proposé. Il a pour but d'analyser si ces interactions étudiées à l'échelle microscopique du matériau permettent une régulation passive du CO_2 de l'air intérieur par des enduits en terre.

Mots-clefs Terre crue, Qualité de l'Air Intérieur, Dioxyde de carbone, Adsorption

I. INTRODUCTION

La qualité de l'air intérieur (QAI) est une préoccupation croissante dans le secteur du bâtiment, reconnue par l'ONU dans son Agenda 2030 comme un enjeu de développement durable (Awada et al., 2022). Une mauvaise QAI peut avoir des effets négatifs sur la santé, allant de l'inconfort à des pathologies sévères (Jones, 1999). En effet, l'amélioration de l'efficacité énergétique des bâtiments a conduit à une plus grande étanchéité à l'air, favorisant une accumulation accrue des polluants intérieurs (Kirchner et al., 2007), dont le dioxyde de carbone (CO_2). Ce dernier, bien qu'émis principalement par la respiration humaine, peut affecter la santé même à de faibles concentrations (Jacobson et al., 2019). Or, dans des espaces insuffisamment ventilés, les niveaux de CO_2 dépassent fréquemment la limite recommandée de 1000 ppm (ASHRAE, 2013).

L'adsorption du CO_2 sur des matériaux poreux apparaît comme une stratégie prometteuse pour réguler sa concentration en intérieur (Shayegan et al., 2022). Cependant, les matériaux couramment étudiés, tels que les silices imprégnées d'amines, les charbons activés ou les zéolithes, présentent des limitations en termes de coût, d'impact environnemental, de complexité de fabrication et de stabilité en milieu humide (Wang et al., 2022). À l'inverse, la terre crue, largement utilisée en construction, offre une alternative durable, issue de matériaux naturels et

réutilisables (Morel et al., 2021). Connue pour ses capacités de régulation hygrométrique et thermique, elle pourrait également permettre une adsorption et une désorption passive du CO_2, bien que ce mécanisme reste encore peu étudié.

Ce travail se propose de répondre aux lacunes en matière de connaissance du comportement multi-physique du matériau terre, particulièrement vis-à-vis de l'amélioration de la qualité de l'air intérieur. L'objectif est de comprendre les interactions, à la fois chimiques et physiques, qui se produisent entre le CO_2 et la terre lorsqu'il y a un changement de concentration en CO_2 dans l'air ambiant. La motivation première étant que ces mécanismes à l'échelle microscopique permettront d'expliquer le comportement macroscopique d'un enduit à base de terre crue en condition réelle. Pour cela, une nouvelle méthodologie expérimentale, basée sur la thermogravimétrie (TG) couplée à de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), permettant d'évaluer le potentiel de la terre crue à réguler le CO_2 a été développée. Une étude en deux étapes a été réalisée. La première étape visait à déterminer les interactions entre terre et CO_2 sans eau, c'est à dire en atmosphère sèche, pour comprendre l'affinité du matériau lui-même pour le CO_2. Le défi suivant a consisté à introduire de l'eau dans ce système binaire terre-CO_2. Pour ce faire, de l'humidité relative a été introduite dans la cellule d'essai, ce qui a entraîné l'adsorption de l'eau dans le matériau. L'introduction d'eau dans le système a considérablement compliqué les interactions en jeu. Par conséquent, cette deuxième étape a mis en évidence le rôle critique de l'eau dans la rétention de CO_2 par la terre. La nouveauté, par rapport à la littérature scientifique, est l'identification de ces mécanismes dans des conditions similaires à celles d'un intérieur : faibles concentrations de CO_2 (0-20 000 ppm) et basse température (25°C-35°C) et présence d'humidité relative (0%-71% HR). Un changement d'échelle sera présenté ensuite et permettra d'aborder la méthodologie employée pour vérifier à une plus grande échelle si les mécanismes étudiés ici permettent une régulation passive du CO_2.

II. MATÉRIAUX ET MÉTHODES

A. Terre

Plusieurs terres ont été utilisées dans les travaux de doctorat, mais pour cet article ne relatera que des résultats obtenus sur une d'entre elle. La terre est étudiée, nommée DAG, provient des ruines d'une ancienne ferme en pisé de la région Auvergne Rhône-Alpes dans le village de Dagneux. Cette terre a été choisie car elle a été largement étudiée dans des travaux de recherche précédents (Mauffré et al., 2021; McGregor et al., 2022) et, provenant d'une construction réelle, cette terre est réputée adaptée à une utilisation en tant que matériau de construction. Ses principales propriétés géotechniques ont été évaluées pour la fraction tamisée à 2 mm. La distribution granulométrique de la terre a été déterminée conformément aux normes françaises NF EN ISO 17892-4 (EN ISO 17892-4, 2018). Le résultat, présenté dans le tableau 1, indique que DAG est plutôt fine et riche en limon et qu'elle contient 18% d'argile. La valeur du bleu de méthylène a été utilisée comme indicateur de l'activité de la fraction argileuse, étant donné que le bleu de méthylène est absorbé de préférence par les argiles et les matières organiques. Les essais de bleu de méthylène ont été menés selon la norme française NF P94-068 (NF P94-068, 1998, p. 94). Selon la classification, avec une valeur comprise entre 0,2 et 1,5, DAG correspond à une terre sableuse et limoneuse.

TABLEAU 1. Caractérisation de la terre DAG

	DAG
Sable (0.0063 -2 mm) [%]	22
Limon (0.002 - 0.063 mm) [%]	59
Argile (< 0.002 mm) [%]	19
Valeur au bleu de méthylène [-]	1.32

Dans cette étude, il est supposé que les minéraux argileux sont principalement responsables des interactions entre la terre et le CO_2, comme c'est le cas avec l'eau. Pour maximiser ces phénomènes et aider à leur observation, les interactions ont été caractérisées sur la fraction fine de la terre (< 80 µm) qui présente la plus grande surface spécifique. Pour isoler cette fraction, la terre a été tamisée à 80 µm par voie humide puis séchée à 95 °C jusqu'à masse constante. Les échantillons secs ont ensuite été conservés dans une boîte avec du gel de silice jusqu'aux essais.

B. Dispositif expérimental

Un apport des majeurs de ce travail est le développement d'une méthodologie expérimentale permettant de caractériser et quantifier les interactions entre le CO_2 et les matériaux poreux comme la terre crue. Ce dispositif s'est inspiré des expériences de Dynamic Vapor Sorption (DVS), généralement utilisées pour évaluer les propriétés hygroscopiques des matériaux poreux. Ici, l'approche vise à quantifier la masse de CO_2 retenue en fonction de l'augmentation de sa concentration. Pour cela, un appareil TG-DSC (thermogravimétrie couplée à une calorimétrie différentielle à balayage) a été utilisé. Le TG-DSC fournit deux types de mesures : 1/ la variation de masse (signal TG), qui reflète l'adsorption ou la désorption de CO_2 par le matériau en fonction de la concentration dans la cellule d'essai 2/ le flux thermique (signal Heat Flow, HF), qui renseigne sur l'énergie impliquée dans ces processus d'adsorption/désorption.

Le dispositif final, visible en Figure 1, associe à cet appareil de TG-DSC, un circuit composé d'un mélangeur de gaz et d'un humidificateur qui permettent d'injecter dans la cellule un mélange gazeux dont la concentration en CO_2 et l'humidité relative sont contrôlées. La température, quant à elle, est fixée par l'appareil de TG-DSC. L'installation, comprend une arrivée d'air sec et de CO_2, un mélangeur de gaz, un générateur de gaz humide, l'appareil TG-DSC et un capteur de CO_2. Le mélangeur de gaz, composé de deux régulateurs de débit massique (Burkert), ajuste précisément les débits de CO_2 et d'air sec permettant d'obtenir un mélange avec des concentrations de CO_2 de 0 à 50 000 ppm. Ce système est particulièrement stable pour des concentrations faibles, autour de 1500 ppm, représentatives de l'air intérieur. Le générateur de gaz humide permet d'humidifier ce mélange de gaz à humidité relative souhaité. Le mélange est ensuite acheminé vers l'appareil TG-DSC à un débit de 50 ml/min. L'analyse thermogravimétrique est réalisée avec le Setaram SENSYS Evo TG-DSC. La partie TG est composée d'une microbalance symétrique à laquelle sont accrochée deux nacelles porte-échantillon. La partie calorimétrique utilise un calorimètre Tian-Calvet, basé sur une thermopile, mesurant le flux thermique en toutes directions et éliminant les perturbations thermiques résiduelles. Ce système offre une haute sensibilité adaptée aux mesures microcalorimétriques (énergie ≤ 110 mJ). Un bain thermostatique maintient la température des parois du four entourant

la partie DSC au-dessus du point de rosée pour éviter la condensation de vapeur d'eau. Enfin, un capteur de CO_2 Vaisala placé à la sortie du TG-DSC mesure la concentration en CO_2 du mélange gazeux. En modifiant la concentration en CO_2, l'humidité relative ou la température, cet appareil permet d'analyser la réponse du matériau avec un contrôle précis des paramètres.

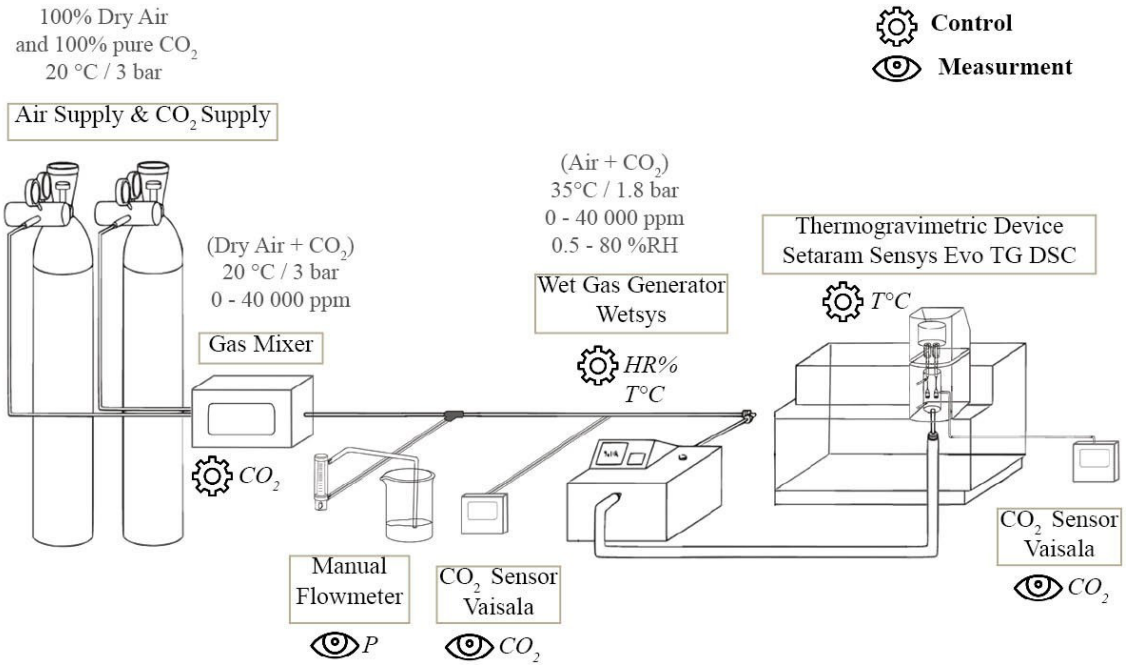


FIGURE 1. Dispositif expérimental permettant d'analyser la sorption de CO_2 dans des conditions de l'air intérieur.

C. Protocol expérimental

Deux protocoles différents ont été utilisés dans ces travaux, un pour l'atmosphère sèche et un pour l'atmosphère humide. Pour les expériences en atmosphère sèche, l'humidité relative a été fixée à 0% HR et la température à 35°C. La concentration de CO_2 a varié entre quatre paliers de concentrations : 1500, 3000, 5000 et 10000 ppm. Pour les expériences en atmosphère humide, deux humidités relatives ont été sélectionnées : 51% et 71%, la température a dû être abaissée à 25°C et un seul palier de concentration a été choisi à 20000 ppm. Ces choix de température et concentration de CO_2 ont été fait pour maximiser les phénomènes d'adsorption, favorisés à basse température et haute concentration, afin d'obtenir des signaux expérimentaux peu bruités.

Au début de chaque expérience, environ 80 mg de poudre de terre DAG tamisée à 80 µm et préalablement séchée ont été introduite dans l'un des porte-échantillon de l'appareil de TG-DSC (l'autre étant laisse vide pour faire office de référence). Pendant 3 jours la cellule de mesure est balayée avec un air sans CO_2 à l'humidité désirée. Une fois la stabilisation atteinte (critère : $dm/dt < 1.10^{-5}$ $g.s^{-1}$) les paliers de concentrations de CO_2 commencent. Pour finir, une phase de stabilisation sous air sans CO_2 a été réalisée.

II. RÉSULTATS ET DISCUSSION

A. Interactions sous atmosphère sèche (0% HR)

Pour le système binaire terre-CO_2 sans humidité, on suppose que les mécanismes de sorption impliquent principalement l'adsorption de CO_2 sur les surfaces argileuses de la terre. Cependant, l'adsorption peut être de différents types (Rouquerol et al., 1999), impliquant des interactions physiques, généralement réversibles et de faible énergie comme les interactions de Van der Waals (physisorption), ou des interactions chimiques, généralement irréversibles et de haute énergie (chimisorption), ou même un mélange des deux. L'objectif principal des expériences en atmosphère sèche est de déterminer si ces interactions, entre CO_2 et la terre, sont physiques ou chimiques.

Les résultats des signaux TG et HF sont présentés en Figure 2. Les prises et pertes de masses sont données sous la forme du ratio entre la masse de CO_2 retenue par le matériau par rapport à la masse sèche de terre mise dans le porte-échantillon, en pourcentages. Les signaux HF sont en mW.

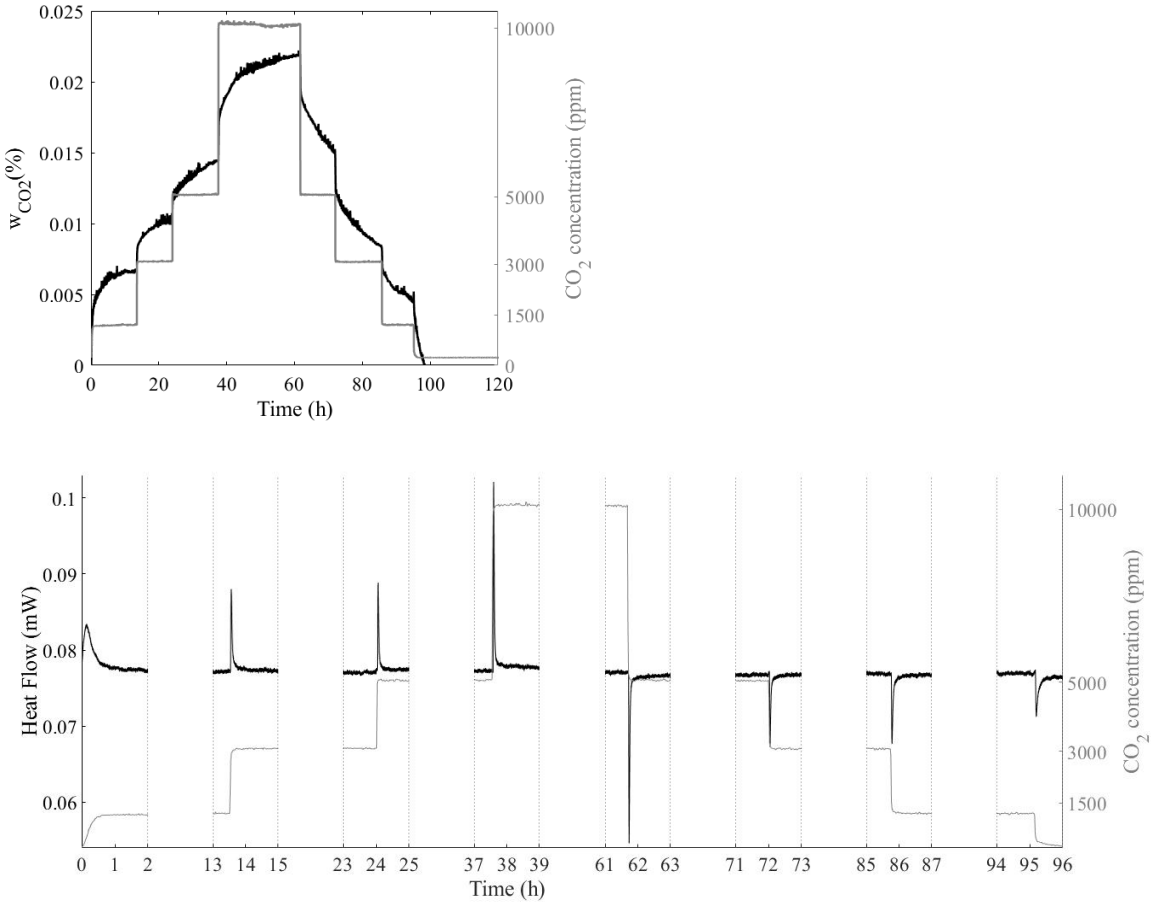


FIGURE 2. Résultats TG et HF des essais de DAG soumis à 1500, 3000, 5000 et 10000 ppm de CO_2, en atmosphère sèche 0% HR et à 35°C.

L'examen des résultats de TG ont montré que le matériau subit une prise de masse à chaque palier croissant de concentration, indiquant que le CO_2 est effectivement retenu par le matériau. De plus, à chaque palier décroissant en concentration le matériau subit une perte de masse ce qui révèle que le CO_2 préalablement retenu est relâché. La réversibilité du processus est caractéristique de la physisorption. À l'inverse, un processus irréversible serait l'indice d'une chimisorption où des réactions chimiques sont impliquées. D'après les résultats de HF, chaque palier de concentration croissante est associé à un flux exothermique, ce qui est cohérent avec la nature exothermique de l'adsorption. À l'inverse pour les paliers de concentration décroissante on enregistre un pic endothermique qui correspond à la désorption.

En combinant les résultats de TG et de HF il est possible de calculer l'enthalpie associée à chaque adsorption de CO_2. L'enthalpie est calculée en intégrant l'air sous la courbe du HF et en divisant le résultat par la prise de masse du matériau correspondante. Elle est calculée pour chaque palier de concentration croissant et le résultat est donné en valeur absolue en Figure 3.

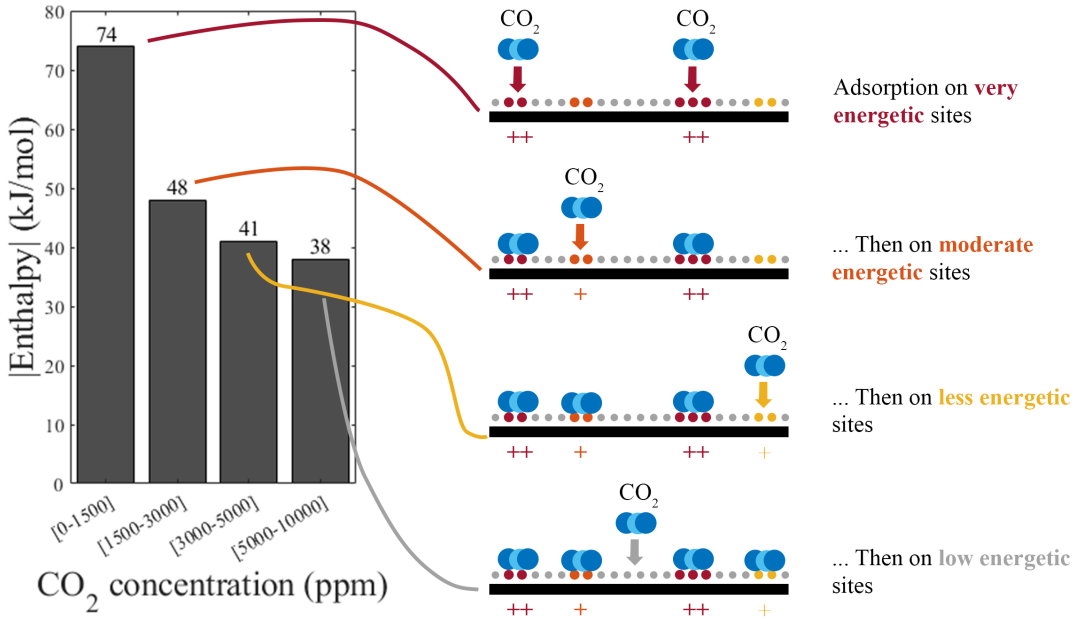


FIGURE 3. Enthalpies (en valeur absolues) d'adsorption calculée pour DAG soumis à 1500, 3000, 5000 et 10000 ppm de CO_2, en atmosphère sèche 0% HR et à 35°C.

Pour le premier palier, de 0 à 1500 ppm, l'enthalpie calculée associée à l'adsorption de CO_2 est de 74 kJ/mol. Pour le second palier, de 1500 à 3000 ppm, l'enthalpie calculée est de 48 kJ/mol. Pour le troisième palier, de 3000 à 5000 ppm, l'enthalpie est de 41 kJ/mol. Enfin pour le dernier palier de 5000 à 10000 ppm, l'enthalpie calculée est de 38 kJ/mol. Ce résultat nous donne deux informations : la première est que l'enthalpie tend vers 40 kJ/mol ce qui correspond bien à l'enthalpie de physisorption du CO_2, généralement entre 20 et 40 kJ/mol. De plus la décroissance de l'enthalpie avec l'augmentation de la concentration en CO_2, et donc du CO_2 adsorbée sur la surface, montre que le matériau possède une hétérogénéité énergétique de surface. En effet, le

CO_2 s'adsorbe en premier sur des zones du matériau très énergétiques (micropores par exemple), ensuite les molécules de CO_2 peuplent des zones moins énergétiques et ainsi de suite. Ce qui conduit à avoir des enthalpies très élevée pour les premiers paliers de CO_2 et qui diminue quand la concentration augmente.

Cette étude en atmosphère sèche a donc permis de préciser la nature des interactions entre le matériau sec et le CO_2, en montrant que les phénomènes de rétention sont de la physisorption (réversible) et que le CO_2 s'adsorbe en premier sur des sites très énergétiques comme des micropores pour progressivement peupler des zones moins favorables énergétiquement. Ce qui est cohérent avec la nature hétérogène du matériau terre crue.

B. Interactions sous atmosphère humide (51% et 71% HR)

Après la caractérisation du phénomène à l'état sec, la deuxième étape de l'étude a consisté à comprendre les mécanismes de sorption dans un environnement humide (c'est-à-dire HR > 0 %). Des mesures sont effectuées sur le matériau à 51% et 71% HR dans le but de comprendre et d'observer l'impact de l'augmentation de l'humidité relative et le rôle de l'eau dans les interactions entre CO_2 et DAG. Le système étudié est alors le système ternaire CO_2-eau-terre.

Les résultats des signaux TG, visibles en Figure 4, montrent qu'à 0% HR un échantillon de DAG est capable de retenir 0.027 % de CO_2, à 51% HR ce même échantillon est capable de retenir 0.008% de CO_2 et enfin à 71% HR ce même échantillon est capable de retenir 0.010% de CO_2.

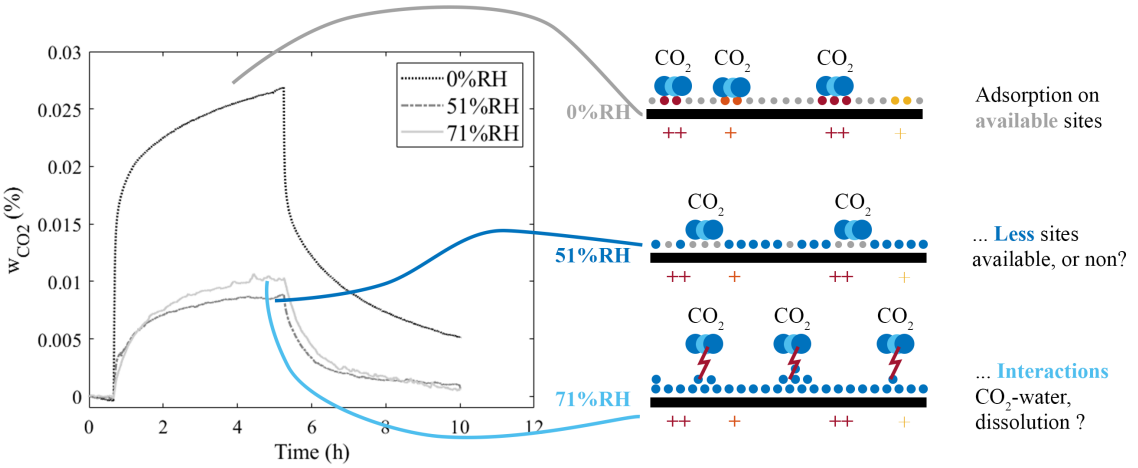


FIGURE 4. Résultats TG des essais de DAG soumis à 20000 ppm de CO_2, à 0%, 51 % et 71% HR à 25°C.

La quantité de CO_2 retenue dans des conditions humides (51% et 71% HR) est nettement inférieure à celle observée en conditions sèches (0% HR). Cette différence peut être expliquée par une affinité plus forte de l'eau pour les minéraux argileux par rapport au CO_2. Par conséquent, en présence d'eau, celle-ci occupe une grande partie des sites d'adsorption disponibles, ne laissant qu'un nombre limité de sites (voire aucun) pour l'adsorption du CO_2. Néanmoins, les quantités de CO_2 retenues à 51% et 71% HR ne sont pas nulles, indiquant que des mécanismes de rétention subsistent dans ces conditions. De plus, il est surprenant de constater qu'à 71% d'humidité

relative, la quantité de CO_2 retenue (0.010%) semble légèrement plus élevée qu'à 51% d'humidité relative (0.008%). Cette observation ne peut pas être expliquée par une plus grande disponibilité des sites d'adsorption à 71% HR, car la quantité d'eau présente dans l'échantillon est plus importante à 71% qu'à 51% HR. Ainsi, cela pourrait indiquer que des interactions entre le CO_2 et l'eau, telles que la dissolution, se produisent lorsque cette quantité d'eau est présente dans le matériau. Si un phénomène de dissolution a lieu, cela permettrait d'expliquer pourquoi la quantité de CO_2 retenue semble légèrement plus élevée à 71% qu'à 51% d'humidité relative : une plus grande quantité d'eau disponible favoriserait la dissolution d'une plus grande quantité de CO_2.

Cette étude en atmosphère humide a donc permis de comprendre comment la présence d'eau dans le matériau et dans l'air modifiait les interactions entre terre et CO_2, : en entrant en compétition avec le CO_2 dans un premier temps et, dans un second temps, en permettant des interactions CO_2-eau à humidité plus élevée.

III. CHANGEMENT D'ÉCHELLE

Une fois les mécanismes de sorption élucidés à l'échelle microscopique, il convient d'opérer un changement d'échelle afin d'évaluer la capacité d'un enduit en terre crue à réguler passivement la concentration de CO_2 dans un volume d'air donné. Cette étude s'appuiera sur une cellule expérimentale en verre hermétique d'un volume de 10 L, dans laquelle il est possible d'introduire différents matériaux, notamment des enduits en terre crue (Figure 5). Une sonde intégrée assurera un suivi en continu des paramètres environnementaux, à savoir la température, l'humidité relative et la concentration en CO_2.

Le protocole expérimental envisagé est structuré comme suit : après fabrication d'échantillons d'enduit à partir de la terre de DAG, ces derniers seront placés dans la cellule expérimentale. Une quantité connue de CO_2 sera ensuite injectée jusqu'à atteindre une concentration initiale de 4000 à 5000 ppm, puis la cellule sera hermétiquement fermée.

Si la concentration de CO_2 dans l'air demeure constante au fil du temps, cela indiquera une absence d'interaction entre le matériau et le CO_2. En revanche, une diminution progressive de la concentration révélerait un phénomène de piégeage du CO_2 au sein de l'enduit. Pour approfondir cette analyse, un renouvellement de l'air par un air sans CO_2 permettra d'évaluer si le matériau relargue progressivement le CO_2 adsorbé lors du palier précédent. Finalement, des modèles numériques sélectionnés pour décrire les mécanismes observés seront utilisés pour mener une simulation de la contribution à l'échelle d'une pièce.

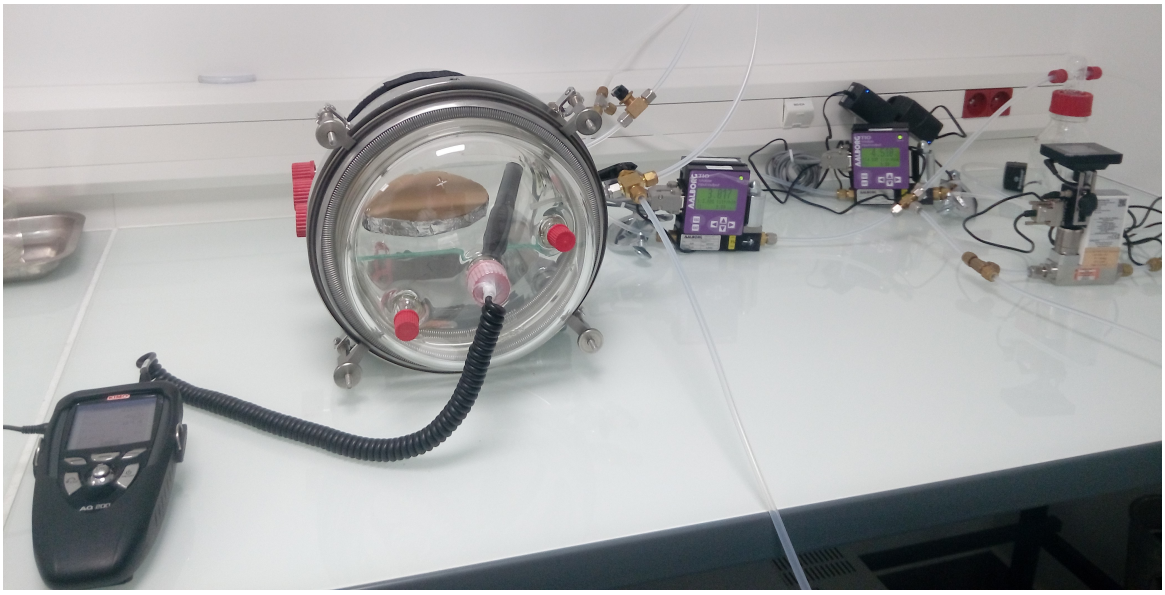


FIGURE 5. Photo du montage expérimental pour le changement d'échelle.

IV. CONCLUSION

L'objectif de cette étude était d'identifier tous les mécanismes d'interaction du CO_2, y compris les interactions entre le CO_2 et l'eau pour une terre donnée, dans des conditions similaires à celles d'un intérieur. Pour ce faire, un dispositif TG-DSC a été développé et utilisée sur de la terre DAG tamisée à 80 µm, afin de maximiser la quantité d'argile dans le matériau et donc les interactions avec le CO_2. Une étude en deux étapes a été menée. La première étape a permis d'étudier la nature des interactions entre la terre sèche et l'air sans humidité, tandis que la seconde étape a permis d'étudier la nature des interactions entre la terre humide et l'air humide.

Pour la première étape, en soumettant la terre à des paliers de concentration en CO_2, une rétention de CO_2 a été observée associée à un flux exothermique. Les enthalpies calculées ont montré que les interactions étaient de type physisorption, en accord avec le caractère réversible des gains de masse mesurés. Pour la deuxième étape, le défi consistait à ajouter de l'eau à ce système binaire terre-CO_2, en augmentant l'humidité relative dans la cellule d'essai, induisant ainsi l'adsorption de l'eau dans le matériau. Il a été démontré que dans des conditions de faible humidité, de 0% à 51 % HR, le phénomène de sorption de CO_2 se produit toujours, mais dans une quantité plus limitée. Cependant, en augmentant l'humidité jusqu'à 71% HR, la quantité de CO_2 retenue augmente, ce qui met en évidence un changement dans le mécanisme de rétention. L'hypothèse avancée est qu'en présence d'eau dans le matériau, le CO_2 n'est plus adsorbé à la surface des argiles, mais dissous dans l'eau des pores, et plus il y a d'eau, plus la quantité de CO_2 retenue est importante.

Enfin un changement d'échelle est décrit. La procédure suivie consiste à fabriquer des enduits et vérifier s'ils sont capables d'abaisser les concentrations de CO_2 dans un volume d'air donné grâce à la sorption du CO_2 dans le matériau. Une attention particulière est portée sur la

vérification de la cohérence des mécanismes de sorption de l'échelle des poudres de terre à l'échelle des enduits.

Ce travail constitue un apport pour la compréhension des mécanismes multi-physiques ayant lieu entre le matériau terre et l'environnement intérieur. Une meilleure compréhension des mécanismes permettra de mieux comprendre les avantages de la terre crue pour l'utiliser dans une stratégie passive d'amélioration de la QAI et peut donc conduire à une utilisation plus large dans les bâtiments à faible impact environnemental

REFERENCES

ASHRAE, 2013. ANSI/ASHRAE Standard 62.1-2013: The standards For Ventilation And Indoor Air Quality. American Society for Heating, Refrigeration and Air Conditioning Engineering, Atlanta.

Awada, M., Becerik-Gerber, B., White, E., Hoque, S., O'Neill, Z., Pedrielli, G., Wen, J., Wu, T., 2022. Occupant health in buildings: Impact of the COVID-19 pandemic on the opinions of building professionals and implications on research. Building and Environment 207, 108440. https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2021.108440

EN ISO 17892-4, 2018. Geotechnical investigation and testing - Laboratory testing of soil - Part 4: Determination of particle size distribution.

Jacobson, T.A., Kler, J.S., Hernke, M.T., Braun, R.K., Meyer, K.C., Funk, W.E., 2019. Direct human health risks of increased atmospheric carbon dioxide. Nat Sustain 2, 691–701. https://doi.org/10.1038/s41893-019-0323-1

Jones, A.P., 1999. Indoor air quality and health. Atmospheric Environment 33, 4535–4564. https://doi.org/10.1016/S1352-2310(99)00272-1

Kirchner, S., Arenes, J.-F., Cochet, C., Derbez, M., Duboudin, C., Elias, P., Gregoire, A., Jédor, B., Lucas, J.-P., Pasquier, N., Pigneret, M., Ramalho, O., 2007. État de la qualité de l'air dans les logements français. Environnement, Risques & Santé 6, 259–269. https://doi.org/10.1684/ers.2007.0096

Mauffré, T., Keita, E., Contraires, E., McGregor, F., Fabbri, A., 2021. Analysis of water droplet penetration in earth plasters using X-ray microtomography. Construction and Building Materials 283, 122651. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122651

McGregor, F., Mauffré, T., Force, M.-S., Contraires, E., Fabbri, A., 2022. Measurement of the water vapour permeability of earth plasters using small-scale wind tunnels under variable air flow regimes. Mater Struct 55, 110. https://doi.org/10.1617/s11527-022-01950-8

Morel, J.-C., Charef, R., Hamard, E., Fabbri, A., Beckett, C., Bui, Q.-B., 2021. Earth as construction material in the circular economy context: practitioner perspectives on barriers to overcome. Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Sciences 376, 20200182. https://doi.org/10.1098/rstb.2020.0182

NF P94-068, 1998. Soils : Investigation and testing - Measuring of the methylene blue adsorption capacity of a rocky soil - Determination of the methylene blue of a soil by means of the stain test. Association Française de Normalisation.

Rouquerol, F., Rouquerol, J., Sing, K.S.W., 1999. Adsorption by powders and porous solids: principles, methodology, and applications. Academic Press, San Diego.

Shayegan, Z., Bahri, M., Haghighat, F., 2022. A review on an emerging solution to improve indoor air quality: Application of passive removal materials. Building and Environment 219, 109228. https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2022.109228

Wang, S., Lee, Y.-R., Won, Y., Kim, Hana, Jeong, S.-E., Wook Hwang, B., Ra Cho, A., Kim, J.-Y., Cheol Park, Y., Nam, H., Lee, D.-H., Kim, Hyunuk, Jo, S.-H., 2022. Development of high-performance adsorbent using KOH-impregnated rice husk-based activated carbon for indoor CO2 adsorption. Chemical Engineering Journal 437, 135378. https://doi.org/10.1016/j.cej.2022.135378

Monitoring de l'imbibition du béton par capteurs noyés de résistivité pour l'estimation de la perméabilité

Marie-Ange EID[1,2]

[1] *Université Gustave Eiffel, MAST-LAMES, Campus de Nantes, F-44344 Bouguenais*

[2] *Nantes Université, Ecole Centrale Nantes, CNRS, GeM, UMR 6183, F-44600 Saint Nazaire*

RESUME L'évaluation de la perméabilité à l'eau du béton est cruciale, parce qu'elle constitue une propriété de transfert essentielle régissant le transport des agents agressifs, notamment les ions chlorure. La perméabilité du béton peut être déterminée « directement » à l'aide de mesures expérimentales, ou « indirectement » en ajustant un modèle de transport à des profils de degré de saturation expérimentaux. Dans ce travail, la perméabilité de deux bétons, formulés sans et avec laitier, est estimée à partir de profils de degré de saturation obtenus par capteurs noyés de résistivité lors d'une campagne d'imbibition. Les profils de résistivité mesurés à différentes échéances de l'imbibition sont convertis en profils de degré de saturation grâce à des courbes de calibration. La perméabilité à l'eau est ensuite estimée en ajustant un modèle de transport hydrique aux profils de degré de saturation expérimentaux. Les résultats obtenus ont montré la capacité du capteur noyé à suivre l'évolution de l'état hydrique des éprouvettes au cours de l'imbibition. De plus, les valeurs de perméabilité estimées pour les deux bétons sont cohérentes avec les valeurs rapportées dans la littérature. Ces résultats sont très prometteurs pour le suivi continu du béton à l'aide de capteurs noyés de résistivité.

Mots-clefs : monitoring, résistivité, laitier, degré de saturation, perméabilité

I. INTRODUCTION

Le travail présenté ici s'est déroulé dans le cadre du projet « ANR-DEMCOM », dont l'objectif principal est d'appliquer des méthodes d'évaluation non-destructives (END) pour l'inspection des ouvrages maritimes, puis d'intégrer directement les données collectées lors de ces inspections dans les modèles de durabilité [Bonnet et al., 2022]. Dans les zones partiellement saturées des ouvrages marins, les ions chlorure sont transportés par l'eau liquide sous l'effet d'un gradient de pression liquide (transport décrit par la loi de Darcy). La perméabilité à l'eau représente donc une propriété de transfert principale régissant le transport des chlorures en milieu non saturé [Al-Rabiah et al., 1990 ; Baroghel-Bouny et al., 2011].

Il existe différentes méthodes pour déterminer la perméabilité du béton : les méthodes « directes » qui reposent sur des mesures expérimentales permettant de remonter à la perméabilité du béton [Torrent, 1992 ; Lafhaj et al., 2007] et les méthodes « indirectes » qui consistent en une analyse inverse de profils de degré de saturation expérimentaux. En d'autres termes, la perméabilité peut être estimée par ajustement de modèles de transport aux profils de degré de saturation obtenus lors d'essais de séchage ou d'imbibition [Thiery et al., 2007 ; Eid et al., 2025]. Les méthodes END sont de plus en plus employées pour la détermination des profils de degré de

saturation, notamment les méthodes résistives fortement sensibles à l'état hydrique du béton [Lataste et al., 2003 ; Torres-Luque et al., 2014 ; Smyl, 2020]. La plupart de ces méthodes reposent sur des mesures surfaciques, qui perdent en résolution avec la profondeur et sont réalisées de manière ponctuelle, ne permettant pas un suivi continu dans le temps. De plus, ces techniques ne sont pas toujours adaptées à certaines zones des ouvrages maritimes, qui peuvent être difficilement accessibles pour l'inspection. C'est pourquoi, plusieurs dispositifs destinés à être noyés dans le béton ont été développés, en particulier le capteur noyé de résistivité développé par [Badr et al., 2019]. Ce capteur est en circuit imprimé (CI) et a une forme d'échelle, contenant plusieurs électrodes réparties de part et d'autre du CI. Le dispositif échelle a montré sa capacité à suivre l'évolution des profils de résistivité en fonction du temps, avec une résolution centimétrique sur toute la profondeur de la structure [Badr et al., 2019 ; Ibro 2020].

Dans ce travail, nous présentons une nouvelle méthode indirecte pour estimer la perméabilité du béton. Notre étude est réalisée sur deux bétons formulés sans et avec laitier de haut fourneau, une addition minérale couramment incorporée dans les ouvrages marins en raison de ses effets positifs sur les propriétés de transfert du béton [Ben Fraj et al., 2012 ; El Achrafi et al., 2023]. Le capteur noyé développé par [Badr et al., 2019] est utilisé pour monitorer des éprouvettes instrumentées soumises à une campagne d'imbibition d'eau douce. Ce choix reflète notre objectif initial, qui est l'estimation de la perméabilité à l'eau dans un cas simplifié, avant d'appliquer notre approche à des environnements plus complexes comme l'eau de mer. Les profils de résistivité sont enregistrés à plusieurs échéances réparties entre 20 minutes et 21 jours d'imbibition, puis convertis en profils de degré de saturation grâce à des courbes de calibration établies pour chaque béton. Enfin, la perméabilité des bétons est estimée par ajustement d'un modèle de transport aux profils de degré de saturation expérimentaux.

Après cette première partie introductive, la deuxième partie est consacrée à la présentation des matériels et méthodes utilisés pour la campagne expérimentale. Dans la troisième partie, nous présentons et analysons les résultats expérimentaux du monitoring. Ensuite, la quatrième partie introduit brièvement le modèle de transport utilisé et présente les résultats de simulation numérique. Enfin, la dernière partie synthétise les principaux résultats obtenus et propose des perspectives pour des travaux futurs.

II. MATERIELS ET METHODES

II.1. Formulation des bétons

Les bétons étudiés dans ce travail ne diffèrent que par leur taux de laitier : le béton C100-0 ne contient pas de laitier, tandis que le béton C50-50 présente un pourcentage de remplacement en masse du clinker par du laitier égal à 50 %. Les deux bétons ont été formulés pour atteindre une classe de consistance S3 (similaire à celle de l'étude de [Badr et al., 2019]), afin de faciliter leur mise en œuvre dans les moules instrumentés. La composition des deux bétons est présentée dans le Tableau 1.

TABLEAU 1. Formulation des bétons

	C100-0	C50-50
Constituants (kg/m3)	**0 % laitier**	**50 % laitier**
Gravillons, 4-12 mm (Boulonnais)	1041,7	1038,8
Sable, 0-4 mm (Boulonnais)	910,3	907,6
CEM I 52,5 N - SR 5 CE PM-CP2 NF HTS (Lafarge)	302,5	151,3
Laitier Ecocem	0	151,3
Superplastifiant MasterGlenium 201 (BASF)	2,94	3,53
Eau efficace	151,7	150,7
Rapport Eau/Liant (Eeff/L)	0,50	0,50

II.2 Instrumentation et principe de mesure

Afin de suivre l'évolution de la résistivité pendant l'imbibition, une éprouvette cylindrique de chaque formulation présentée dans le Tableau 1 a été fabriquée. Les deux éprouvettes, de dimensions ϕ11x18 cm, ont été instrumentées avec un capteur échelle contenant 15 électrodes, comme le montre la Figure 1(a). Ce capteur a été positionné au centre de l'éprouvette, selon l'axe vertical, entre deux grilles métalliques ancrées dans le béton et servant pour l'injection du courant (Figure 1(b)).

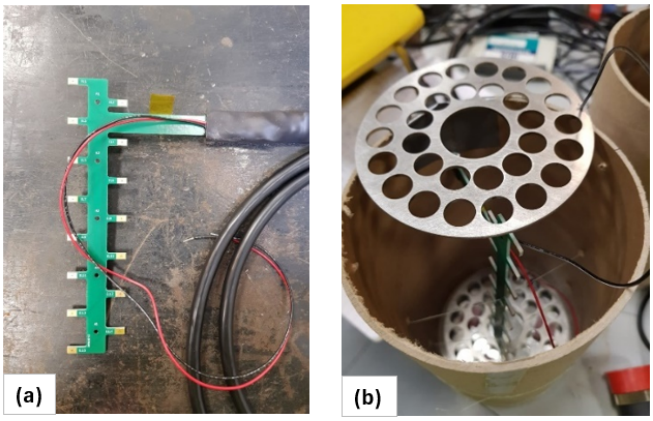


FIGURE 1. Instrumentation des éprouvettes : (a) capteur échelle à 15 électrodes, (b) moule instrumenté avec le capteur et les grilles avant coulage [Eid et al., 2025]

Après la fabrication des éprouvettes, celles-ci ont subi une cure humide pendant 90 jours afin d'assurer une stabilisation quasi complète du degré d'hydratation, en particulier pour le béton C50-50. Cette durée de cure est généralement jugée suffisante pour considérer que l'hydratation est achevée dans le cadre des essais réalisés. La cure humide a consisté à placer les éprouvettes dans un bac fermé contenant une faible quantité d'eau, juste assez pour atteindre le bas des éprouvettes sans les immerger, à une température (T) de 21±0,5 °C et une humidité relative ambiante (HR_{amb}) de 95±2 %.

Pendant la campagne d'imbibition, les éprouvettes instrumentées sont connectées à un résistivimètre (le Syscal Junior Switch 72 de IRIS Instruments) injectant un courant alternatif à basse fréquence, de l'ordre de 2 Hz. Les mesures de résistivité sont réalisées selon la configuration de « Transmission » [Badr et al., 2019] : le courant d'intensité I (mA) (ajusté entre 1 et 10 mA) est injecté entre les deux grilles métalliques et les différences de potentiel ΔV (mV) résultantes sont mesurées

entre les paires d'électrodes de l'échelle. La résistivité électrique est alors calculée à l'aide de l'équation 1, où G (m) représente un facteur géométrique qui ne dépend que des conditions géométriques du problème [Marescot et al., 2006 ; Palma Lopes et al., 2023, Minagawa et al., 2023].

$$\rho_{app} = G\frac{\Delta V}{I} \quad (1)$$

Il est important de noter que la résistivité mesurée est sensible à un certain volume d'investigation, qui dépend fortement de l'espacement et de la géométrie des électrodes interrogées. Dans le cas d'un matériau hétérogène comme le béton (présentant des gradients de degré de saturation), la résistivité mesurée est une résistivité « apparente », représentant une valeur intégrante de la distribution de la résistivité « vraie » du matériau. De manière générale, le passage de la résistivité « apparente » à la résistivité « vraie » nécessite un processus d'inversion, tel que décrit dans [Fargier et al., 2021] et [Alhajj et al., 2021]. En revanche, [Badr et al., 2019] ont montré que les profils de résistivité « apparente » mesurés par le capteur noyé constituent une bonne estimation des profils de résistivité « vraie », sans avoir recours au processus d'inversion. Afin de simplifier notre approche, nous considérons que les profils de résistivité « apparente » obtenus par les capteurs noyés sont représentatifs des profils de résistivité « vraie », et nous ne développons donc pas l'approche de l'inversion dans la suite de l'article.

II.3. Conditions expérimentales de la campagne d'imbibition

Après la période de cure et avant de débuter l'imbibition, les éprouvettes instrumentées ont été soumises à un séchage tridimensionnel dans une étuve, à $T = 45\pm0{,}5$ °C et $HR_{amb} = 75\pm2$ %, pendant une durée d'un mois. Après la phase de séchage, les éprouvettes ont été emballées dans des sacs en plastique et conservées dans une salle climatisée pendant 13 semaines, afin d'homogénéiser leur état hydrique. A l'issue de cette période d'homogénéisation, les éprouvettes C100-0 et C50-50 présentaient des degrés de saturation moyens de 58,2±1 % et 67±1 % respectivement, ces valeurs étant considérées comme les états hydriques initiaux de l'imbibition. Avant le début de l'imbibition, les éprouvettes ont été recouvertes latéralement par une couche de papier aluminium adhésif pour assurer une pénétration unidirectionnelle de l'eau.

Les éprouvettes ont été ensuite soumises à l'imbibition d'eau douce pendant 21 jours, dans une salle climatisée à $T = 21\pm0{,}5$ °C et $HR_{amb} = 66\pm2$ %. La hauteur d'eau dans les bassins a été régulièrement contrôlée tout au long de la période d'imbibition, de manière que les éprouvettes soient plongées dans 1 cm d'eau (hauteur mesurée à partir de la face de pénétration). Afin d'éviter le contact entre l'eau d'imbibition et le papier aluminium (qui est un bon conducteur du courant électrique) pendant la mesure, un ruban adhésif a été collé sur les deux premiers centimètres du côté de la face de pénétration (comme le montre la Figure 2).

FIGURE 2. Eprouvettes instrumentées en imbibition

II.4. Campagne de calibration

Les profils de résistivité enregistrés à différentes échéances de l'imbibition sont convertis en profils de degré de saturation grâce à une campagne de calibration. Celle-ci a été réalisée sur 3 carottes (de dimensions ϕ75x70 mm) de chaque béton, en utilisant la cellule de résistivité développée par [Du Plooy et al., 2013]. Les carottes sont conditionnées à différents degrés de saturation et les mesures de résistivité sont réalisées à chaque état hydrique visé, afin d'établir une courbe de calibration reliant la résistivité électrique (ρ) au degré de saturation (S_l) [Villain et al., 2018].

La Figure 3 montre une superposition des courbes de calibration obtenues pour les bétons C100-0 et C50-50. Nous rappelons que la cellule de résistivité utilisée permet d'obtenir 6 mesures de résistivité à différentes profondeurs de la carotte et que nos mesures sont réalisées en alternant l'orientation des carottes. Ainsi, nous obtenons au total 12 mesures de résistivité pour chaque carotte. Les points expérimentaux présentés dans la Figure 3 représentent la valeur moyenne des 12 mesures de résistivités obtenues pour chaque carotte et les barres d'erreur verticales représentent l'écart-type correspondant. Les courbes de calibration (présentées en lignes pointillées) sont obtenues par ajustement d'une loi de puissance de la forme $\rho = A\ x\ S_l^u$, conforme à la loi d'Archie [Archie, 1942].

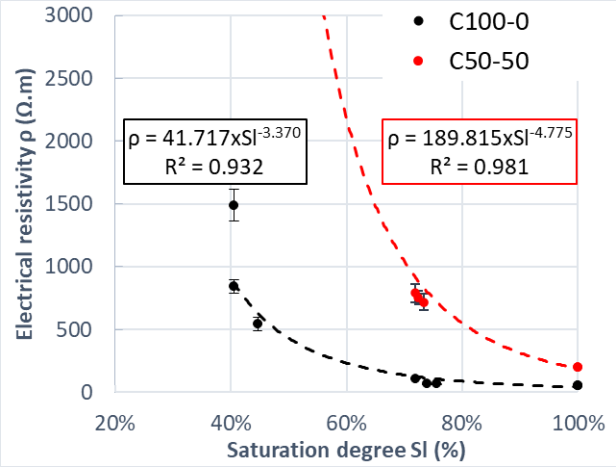


FIGURE 3. Courbes de calibration établies pour les bétons C100-0 et C50-50

Les résultats montrent que, pour les deux bétons, la résistivité électrique diminue avec l'augmentation du degré de saturation. Pour un degré de saturation compris entre 40 % et 100 %, la résistivité du béton C100-0 varie entre 50 Ω.m et 1500 Ω.m, tandis que celle du béton C50-50 varie entre 200 Ω.m et 12000 Ω.m. Cette valeur maximale de 12000 Ω.m, correspondant au degré de saturation minimal atteint expérimentalement (S_l = 40 %), n'apparait pas sur le graphique, parce que l'échelle a été ajustée afin de ne pas écraser la courbe du béton C100-0. Ainsi, nous remarquons qu'à un degré de saturation donné, la résistivité électrique du béton C50-50 est plus élevée que celle du béton C100-0. Cela est attribué au raffinement de la microstructure et à la consommation des ions hydroxydes mobiles présents dans l'espace poral du béton [Polder et al., 2000 ; Teng et al., 2013 ; Cherif et al., 2020]. Il convient également de souligner la dispersion des résultats de résistivité observée à faible degré de saturation, aussi bien pour le béton C100-0 que pour le béton C50-50. Cette variabilité est liée à la résistance de contact élevée entre les électrodes de mesure et le béton sec.

III. RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION

Dans cette partie, nous présentons les profils de résistivité apparente obtenus par capteurs noyés à différentes échéances de l'imbibition, ainsi que les profils de degré de saturation obtenus grâce aux courbes de calibration.

III.1. Profils de résistivité obtenus par capteurs noyés

La Figure 4 présente les profils de résistivité apparente obtenus par capteurs noyés à différentes échéances de l'imbibition pour les bétons C100-0 (a) et C50-50 (b). Il est important de souligner que les profils obtenus pour le béton C100-0 sont décalés par rapport à ceux obtenus pour le béton C50-50. En effet, la première mesure obtenue pour le béton C100-0 se situe à 5,55 cm de la face de pénétration (correspondant à $z = 0$), tandis que celle du béton C50-50 se trouve plutôt à 3,65 cm de la face de pénétration. Ce décalage s'explique par le déplacement du capteur vers le haut dans l'éprouvette C100-0, probablement à cause de la rupture d'un fil de maintien du capteur lors du coulage.

Tout d'abord, les profils de résistivité initiaux (mesurés à $t_0(imb)$) montrent qu'à profondeur comparable, la résistivité du béton C50-50 est environ six fois plus élevée que celle du béton C100-0. Cette différence s'explique par la présence du laitier dans le béton C50-50 qui entraîne un

raffinement de la microstructure et une réduction de la connectivité des pores, augmentant ainsi la résistivité électrique. En outre, pour chacun des deux bétons, les profils de résistivité initiaux présentent de légères fluctuations en profondeur, notamment entre 8 cm et 14 cm. Cette observation pourrait s'expliquer par des hétérogénéités locales du matériau (présence de granulats ou de bulles d'air entraîné), ainsi que par les conditions de pré-conditionnement et le séchage préalable subi par les éprouvettes.

Par ailleurs, les résultats mettent en évidence une diminution progressive de la résistivité électrique au fur et à mesure de la pénétration de l'eau, reflétant un comportement typique du phénomène d'imbibition. Cette diminution est particulièrement marquée aux profondeurs proches de la face de pénétration ($z = 0$ cm). Après 21 jours d'imbibition, la résistivité mesurée à 5,55 cm pour le béton C100-0 passe de 280 Ω·m à 130 Ω·m et celle mesurée à 3,65 cm pour le béton C50-50 diminue de 1600 Ω·m à 600 Ω·m. En revanche, les valeurs de résistivité mesurées aux profondeurs proches de la face supérieure des deux éprouvettes ($z = 18$ cm) restent pratiquement constantes après 21 jours. Cela suggère que l'eau n'a probablement pas atteint la hauteur totale de l'éprouvette même après cette durée d'imbibition.

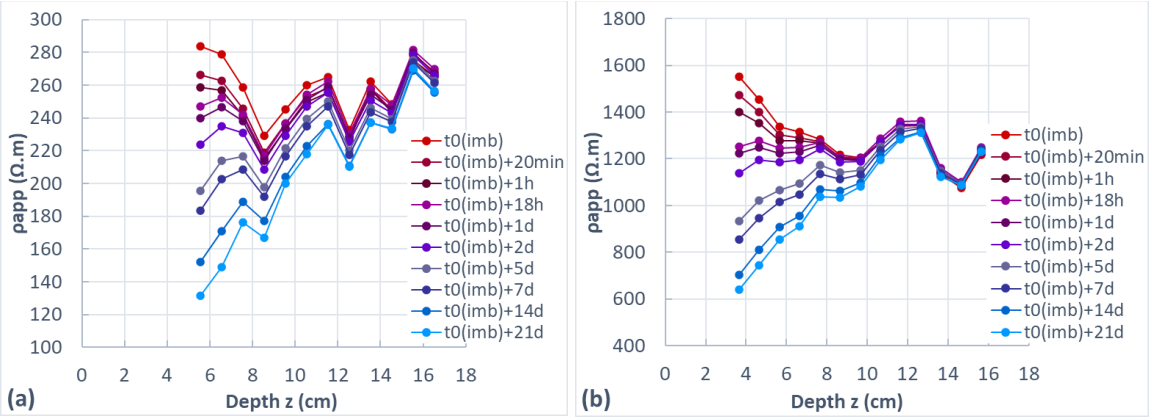


FIGURE 4. Profils de résistivité apparente obtenus par capteurs noyés à différentes échéances de l'imbibition : (a) béton C100-0, (b) béton C50-50

Afin de mieux comparer les deux bétons, la Figure 5 illustre la variation des profils de résistivité (en valeur absolue) par rapport aux profils initiaux pour différentes échéances d'imbibition : $t_0(imb)$, $t_0(imb)$+7 jours et $t_0(imb)$+21 jours. Les résultats du béton C100-0 sont présentés en traits pleins, tandis que ceux du béton C50-50 sont présentés en pointillés.

La Figure 5 met clairement en évidence le décalage entre les profils des deux bétons. En outre, à une profondeur et une échéance de temps données, la variation relative de la résistivité du béton C100-0 est plus élevée que celle du béton C50-50. Par exemple, à une profondeur de 6 cm de la face de pénétration et après 21 jours d'imbibition, la résistivité du béton C100-0 diminue de 50 %, tandis que celle du béton C50-50 diminue de 35 %. Cette différence pourrait être attribuée à la présence du laitier dans le béton C50-50, qui entraine une modification de la distribution de la taille des pores et une réduction du diamètre critique [Fabien et al., 2021 ; El Achrafi et al., 2023]. Ces modifications microstructurales peuvent limiter la propagation du front d'eau dans l'éprouvette. Une observation similaire a d'ailleurs été rapportée par [Ibro et al., 2021], qui ont constaté une remontée capillaire moins profonde pour un béton contenant du laitier.

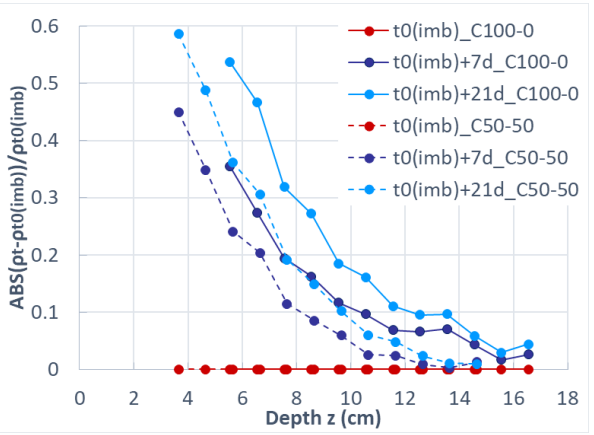


FIGURE 5. Variation relative (en valeur absolue) des profils de résistivité par rapport aux profils initiaux à différentes échéances de l'imbibition pour les bétons C100-0 (en traits pleins) et C50-50 (en pointillés)

III.2. Profils de degré de saturation

Les profils de résistivité présentés dans la partie précédente sont convertis en profils de degré de saturation, grâce aux courbes de calibration montrés dans la Figure 3. La Figure 6 montre les profils de degré de saturation obtenus à différentes échéances de l'imbibition pour les bétons C100-0 (a) et C50-50 (b).

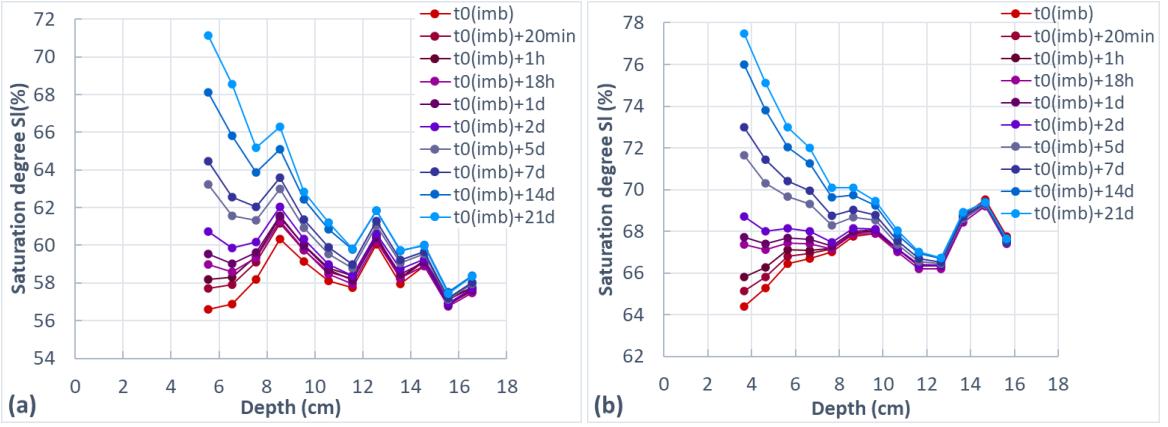


FIGURE 6. Profils de degré de saturation obtenus par conversion des profils de résistivité à différentes échéances de l'imbibition : (a) béton C100-0, (b) béton C50-50

Tout d'abord, il convient de noter que l'allure des profils de degré de saturation correspond parfaitement à celle des profils de résistivité présentés dans la Figure 4. Cela s'explique par la conversion directe des profils de résistivité à l'aide des courbes de calibration.

Au fur et à mesure que l'eau pénètre, le gradient de degré de saturation se développe et devient de plus en plus marqué, notamment du côté de la face de pénétration. Après 21 jours d'imbibition, le degré de saturation obtenu à $z = 5{,}55$ cm de la face de pénétration de l'éprouvette C100-0 passe de 56 % à 72 % et celui obtenu à $z = 3{,}65$ cm de la face de pénétration de l'éprouvette C50-50 passe de 64 % à 78 %. En revanche, nous remarquons que la face supérieure des deux

éprouvettes conserve quasiment le même état hydrique initial. Cela peut être expliqué par le fait que les faces supérieures n'ont pas été protégées pendant l'imbibition, conduisant ainsi à un séchage dans l'air ambiant.

Enfin, les résultats montrent que les éprouvettes ne sont pas complètement saturées après 3 semaines d'imbibition. Il se peut que la durée de la campagne d'imbibition ait été insuffisante pour obtenir une saturation complète des éprouvettes. L'idéal aurait été de peser les éprouvettes à différentes échéances de l'imbibition, afin de comparer la prise de masse avec l'évolution du degré de saturation obtenu à partir des mesures de résistivité. Par ailleurs, nous rappelons que les profils de degré de saturation sont obtenus par conversion des profils de résistivité « apparente », considérés comme étant une bonne estimation de la résistivité « vraie » dans le matériau [Badr et al., 2019]. En revanche, l'hypothèse selon laquelle la résistivité « apparente » correspond à la résistivité « vraie » du matériau pourrait devenir moins fiable en présence d'un gradient hydrique assez prononcé, nécessitant peut-être un processus d'inversion afin de remonter aux profils de résistivité « vraie ».

IV. DES PROFILS HYDRIQUES A LA PERMEABILITE

Dans cette partie, nous allons présenter les résultats de l'estimation de la perméabilité par ajustement d'un modèle de transport hydrique aux profils de degré de saturation expérimentaux. Nous commençons par une brève introduction au modèle de transport retenu, avant d'exposer et d'analyser les résultats de simulation numérique.

IV.1. Présentation du modèle de transport utilisé en milieu non saturé

Le modèle de transport retenu est basé sur l'approche thermodynamique, décrivant le transfert de l'humidité par le mouvement de la phase liquide et de la phase gazeuse dans les milieux poreux [Coussy et al., 2001 ; Mainguy et al., 2001]. Certains travaux de la littérature ont montré que, selon l'état hydrique de l'environnement (c'est-à-dire l'humidité relative ambiante) et la nature du matériau, un modèle simplifié basé uniquement sur le transport de la phase liquide peut être appliqué [Mainguy et al., 1999 ; Thiery et al., 2007]. Ainsi, nous considérons que le transport de la phase gazeuse peut être négligé devant le transport de l'eau par capillarité et que la pression du gaz est constante et égale à la pression atmosphérique.

Ceci étant, la loi de Darcy (équation 2) est utilisée pour décrire la vitesse de la phase liquide $\boldsymbol{v_l}$ (m/s) dans la profondeur x du matériau. Dans l'équation 2, $\boldsymbol{\eta_l}$ (Pa.s) est la viscosité dynamique de la phase liquide, P_l (Pa) est la pression de la phase liquide, K_l (m²) et $k_{r,l}$ (-) sont respectivement les perméabilités intrinsèque et relative de la phase liquide.

$$v_l = -\frac{K_l\, k_{r,l}}{\eta_l}\frac{\partial P_l}{\partial x} \tag{2}$$

Le phénomène de sorption dans le matériau est communément décrit par le modèle de Van Genuchten (VG) [Van Genuchten, 1980] donné par l'équation 3, permettant d'exprimer le degré de saturation en fonction de l'humidité relative. Celle-ci est définie comme étant le rapport entre la pression de la vapeur P_v et la pression de la vapeur saturante $P_{v,sat}$ à une température donnée.

$$S_l(HR) = \left[1 + \left(-\frac{d_l RT}{M_l}\frac{1}{a}\ln(HR)\right)^{\frac{1}{(1-m)}}\right]^{-m} \tag{3}$$

où $S_l(HR)$ est le degré de saturation représentant la fraction volumique de l'eau liquide dans la porosité φ (%) du béton, d_l (kg/m³) et M_l (kg/mol) sont respectivement les masses volumique et molaire de l'eau liquide, et a (Pa) et m (-) sont les paramètres du modèle VG ajustables aux mesures de sorption expérimentales. Certains travaux de la littérature ont montré que les paramètre VG peuvent varier en fonction du type de matériau, en particulier le paramètre a [Ben Fraj et al., 2012 ; Ibro et al., 2021].

Le degré de saturation exprimé par l'équation 3 constitue une variable clé pour l'évaluation de la pression de la phase liquide P_l, à partir de la pression capillaire P_c (Pa) présente dans les pores partiellement saturés et définie comme étant la différence entre les pressions totales du gaz (P_g) et du liquide (P_l) (équation 4). La pression capillaire est exprimée, selon la loi de Kelvin, en fonction du degré de saturation et des paramètres VG ajustables a et m (équation 5).

$$P_c(S_l) = P_g - P_l \tag{4}$$

$$P_c(S_l) = a\left(S_l^{\frac{-1}{m}} - 1\right)^{1-m} \tag{5}$$

Selon [Van Genuchten, 1980], la perméabilité relative de la phase liquide dépend également du degré de saturation et peut être estimée par l'équation 6, où q (-) est un exposant ajustable généralement pris égal à 2.

$$k_{r,l} = S_l^{\frac{1}{2}}\left[1 - \left(1 - S_l^{\frac{1}{m}}\right)^m\right]^q \tag{6}$$

Après avoir défini les différents paramètres à l'aide des relations constitutives présentées ci-dessus, le modèle de transport est formulé par l'équation bilan de conservation de la masse de la phase liquide, donnée par l'équation 7 :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\varphi S_l) - \frac{\partial}{\partial x}\left[\frac{K_l k_{r,l}(S_l)}{\eta_l}\frac{\partial P_l}{\partial x}\right] = 0 \tag{7}$$

Les paramètres d'entrée du modèle sont les propriétés du matériau (la porosité, la perméabilité à l'eau et les paramètres VG ajustables) et le paramètre de sortie est le profil de degré de saturation. La simulation numérique de l'imbibition est réalisée par la méthode des éléments finis, en utilisant le logiciel FlexPDE.

IV.2. Estimation de la perméabilité à l'eau

La perméabilité des bétons est estimée par ajustement du modèle de transport hydrique aux profils de degré de saturation obtenus après 21 jours d'imbibition pour les deux éprouvettes.

Les paramètres d'entrée adoptés pour la simulation de l'imbibition sont récapitulés dans le Tableau 2. Tout d'abord, la porosité des bétons est mesurée à 90 jours selon le mode opératoire décrit dans [AFPC-AFREM, 1997]. L'état initial des éprouvettes (S_{l0} (%)) correspond aux profils de degré de saturation initiaux mesurés en début de l'imbibition (à l'échéance $t_0(imb)$) et les conditions aux limites S_{lext1} (%) et S_{lext2} (%) représentent respectivement les degrés de saturation au niveau des faces inférieures et supérieures des éprouvettes. Bien que la face inférieure des éprouvettes soit en contact direct avec l'eau, la valeur de S_{lext1} est choisie légèrement inférieure à 100 % afin d'éviter les instabilités numériques dans le modèle. Le degré de saturation au niveau de la face supérieure des éprouvettes (S_{lext2}) dépend de l'humidité relative ambiante et est calculée à l'aide de l'équation 3.

Enfin, l'équation 6 est utilisée pour exprimer la perméabilité relative à l'eau, en fixant la valeur de l'exposant q à 2.

Il convient de noter que, dans notre cas, les paramètres VG a et m propres à nos bétons n'ont pas été déterminés. Nous avons donc commencé par attribuer à ces paramètres des valeurs issues de travaux de la littérature [Baroghel-Bouny, 1994 ; Ben Fraj et al., 2012 ; Ibro et al., 2021 ; Reuge et al., 2023], réalisés sur des bétons comparables aux bétons de cette étude. Ensuite, les paramètres a et m, ainsi que la perméabilité à l'eau K_l, ont été ajustés afin d'assurer le meilleur ajustement possible (c'est-à-dire en minimisant l'erreur quadratique moyenne RMSE entre les profils numérique et expérimentaux).

TABLEAU 2. Paramètres d'entrée du modèle adoptés pour la simulation de l'imbibition des éprouvettes

		C100-0	C50-50
Porosité	φ (%)	14,1	12,7
Paramètres d'adsorption	a (MPa)	18	30
	m (-)	0,4	0,46
Perméabilité à l'eau	**K_l (m²)**	**$15x10^{-21}$**	**$5x10^{-21}$**
Etat initial	S_{l0} (%)	Profil mesuré à $t_0(imb)$	Profil mesuré à $t_0(imb)$
Humidité relative ambiante	HR_{amb} (%)	66±2 %	66±2 %
Conditions aux limites	S_{lext1} (%)	100 %	100 %
	S_{lext2} (%)	44 % (équation 3)	52 % (équation 3)

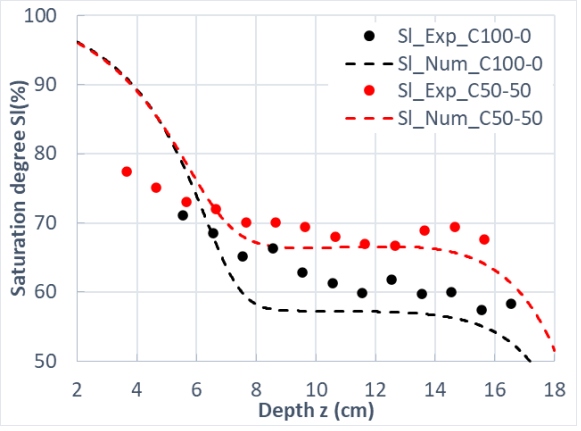


FIGURE 7. Ajustement du modèle de transport hydrique aux profils de degré de saturation obtenus par capteurs noyés après 21 jours d'imbibition pour les deux bétons

La Figure 7 montre une superposition des profils de degré de saturation numériques (représentés en pointillés) et expérimentaux (représentés par des points) à 21 jours d'imbibition. Les résultats montrés dans la Figure 7 correspondent au meilleur ajustement du modèle aux profils hydriques expérimentaux, obtenu pour les paramètres d'entrée figurant dans le Tableau 2 et une RMSE de l'ordre de 5 %. La perméabilité estimée du béton C50-50 est d'environ $5x10^{-21}$ m², inférieure à celle du béton C100-0 estimée à $15x10^{-21}$ m², probablement en raison de la microstructure plus dense du béton C50-50 contenant du laitier. Ces ordres de grandeur de perméabilité sont cohérents avec les valeurs rapportées dans la littérature pour des bétons similaires [Baroghel-Bouny, 1994 ; Thiery et al., 2007 ; Ibro et al., 2021 ; Reuge et al., 2023], ce qui

souligne la pertinence de notre approche consistant à estimer indirectement la perméabilité du béton à partir de mesures expérimentales obtenues par capteurs noyés.

De légères divergences sont observées entre les profils numériques et expérimentaux pour les deux bétons, pouvant s'expliquer par plusieurs facteurs. Tout d'abord, l'absence de mesures expérimentales à proximité des extrémités rend l'ajustement du modèle plus complexe, en particulier près de la face de pénétration où le gradient hydrique est le plus marqué. De plus, les profils de degré de saturation expérimentaux sont obtenus par conversion de profils de résistivité « apparente », considérée comme une bonne estimation de la résistivité « vraie ». En revanche, cette hypothèse peut devenir moins fiable en présence d'un gradient hydrique prononcé.

Par ailleurs, au-delà des incertitudes expérimentales, les divergences pourraient également provenir de la simulation numérique, en particulier du fait que plusieurs paramètres d'entrée inconnus ont dû être ajustés, introduisant ainsi une source d'incertitude supplémentaire. Dans ce contexte, l'ajustement réalisé à 21 jours d'imbibition était le seul à montrer un bon alignement entre le modèle et les mesures expérimentales. Bien qu'il soit pertinent de simuler l'imbibition à d'autres échéances et de tester différentes valeurs des paramètres d'entrée, cela ne constituait pas l'objectif principal de nos travaux. Malgré les sources d'incertitude évoquées, notre approche parvient quand même à estimer la perméabilité des bétons avec une précision raisonnable.

V. CONCLUSION

Dans ce travail, nous avons proposé une nouvelle approche pour la détermination de la perméabilité à l'eau, une propriété de transfert essentielle régissant le transport des agents agressifs dans le béton. La méthodologie adoptée consiste à estimer la perméabilité du béton par ajustement d'un modèle de transport hydrique à des profils de degré de saturation, obtenus par capteurs noyés lors d'une campagne d'imbibition.

L'étude a été réalisée sur deux bétons : le béton de référence C100-0 et le béton C50-50 formulé en remplaçant 50 % du clinker par du laitier, afin d'évaluer l'effet du laitier sur la perméabilité du béton. Une éprouvette instrumentée de chaque béton a été soumise à l'imbibition d'eau douce pendant 21 jours et les profils de résistivité ont été enregistrés à différentes échéances de l'imbibition. Les profils de résistivité ont été ensuite convertis en profils de degré de saturation, grâce aux courbes de calibration correspondantes. Les résultats du monitoring ont illustré l'évolution de l'état hydrique des éprouvettes pendant l'imbibition, traduite par une diminution de la résistivité électrique et donc, une augmentation du degré de saturation. En comparant les deux bétons, nous avons remarqué qu'à une profondeur et une échéance de temps données, la diminution de la résistivité dans le béton C100-0 est supérieure à celle du béton C50-50, probablement en raison de l'influence du laitier sur la microstructure et la composition de la solution porale du béton.

Les profils de degré de saturation mesurés à 21 jours d'imbibition ont été utilisés pour l'ajustement du modèle de transport hydrique et l'estimation de la perméabilité à l'eau. Les résultats de simulation numérique ont souligné l'efficacité de notre approche, montrant des valeurs de perméabilité comparables aux valeurs rapportées dans les travaux antérieurs. De plus, nous avons constaté que le béton C50-50 présente une perméabilité inférieure à celle du béton C100-0, soulignant ainsi l'effet de la présence du laitier sur la perméabilité du béton. Certaines divergences ont été observées entre les profils numériques et expérimentaux et peuvent s'expliquer par des incertitudes liées à notre campagne expérimentale, telles que l'absence de mesures à proximité de la face de pénétration, ou encore l'hypothèse selon laquelle les profils de résistivité "apparente" mesurés par capteurs noyés constituent une estimation fiable des profils de résistivité "vraie", même en présence d'un gradient hydrique prononcé. Par ailleurs, des incertitudes peuvent également

provenir de la simulation numérique, notamment la nécessité d'ajuster plusieurs paramètres d'entrée liés aux propriétés de nos matériaux, qui sont initialement inconnus. Cependant, ces incertitudes n'ont pas empêché d'obtenir de bons ajustements entre le modèle et les mesures expérimentales, permettant ainsi d'estimer correctement la perméabilité de nos bétons.

Dans le cadre de ce projet, la même méthodologie est adoptée afin d'estimer le coefficient de diffusion des chlorures, une autre propriété de transfert essentielle régissant le transport des chlorures. Cette étude est menée sur des éprouvettes instrumentées soumises à la pénétration des chlorures sous conditions saturées (diffusion) et non saturées (imbibition d'eau salée). Cette série d'essais vise à découpler l'eau des chlorures, afin de mieux comprendre les phénomènes mis en jeu lors de la pénétration des chlorures dans le béton sous différentes conditions.

REMERCIEMENTS

Nous remercions l'« Agence Nationale de la Recherche » pour le financement du projet ANR-20-CE22-0008 DEMCOM. De plus, nous remercions toutes les personnes ayant contribué à la réalisation de ce travail, de l'équipe encadrante aux techniciens des laboratoires LAMES de l'Univ Gustave Eiffel et GeM de Nantes Université.

REFERENCES

AFPC-AFREM. (1997). Compte-rendu des Journées Techniques Durabilité des Bétons, « Méthodes Recommandées pour la Mesure des Grandeurs Associées à la Durabilité ». *Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions INSA, Toulouse*, 283.

Archie, G. E. (1942). The Electrical Resistivity Log as an Aid in Determining Some Reservoir Characteristics. *Transactions of the AIME*, 146(01), 54-62. https://doi.org/10.2118/942054-G.

Alhajj, M. A., Bourguignon, S., Palma-Lopes, S., & Villain, G. (2021). Joint inversion of electromagnetic measurements for the determination of water saturation profiles in concrete structures. *Cement and Concrete Research*, *147*, 106500. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106500.

Al-Rabiah, A. R., & Baggott, R. (1990). Durability requirements for reinforced concrete construction in aggressive marine environments. *Marine structures*, *3*(4), 285-300. https://doi.org/10.1016/0951-8339(90)90013-H.

Badr, J., Fargier, Y., Palma-Lopes, S., Deby, F., Balayssac, J. P., Delepine-Lesoille, S., Cottineau, L.M. & Villain, G. (2019). Design and validation of a multi-electrode embedded sensor to monitor resistivity profiles over depth in concrete. *Construction and Building Materials*, *223*, 310-321. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.06.226.

Baroghel-Bouny, V. (1994). Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons-Méthodes, analyse, interprétations, LCPC, Paris, France, 468p.

Baroghel-Bouny, V., Kinomura, K., Thiery, M., & Moscardelli, S. (2011). Easy assessment of durability indicators for service life prediction or quality control of concretes with high volumes of supplementary cementitious materials. *Cement and Concrete Composites*, *33*(8), 832-847. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.04.007.

Ben Fraj, A., Bonnet, S., & Khelidj, A. (2012). New approach for coupled chloride/moisture transport in non-saturated concrete with and without slag. *Construction and Building Materials*, *35*, 761-771. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.04.106.

Bonnet, S., Ventura, A., Villain, G., Cremona, C., Bignonnet, F., Palma Lopes, S. et al., 2022. DEMCOM Project: Durable and Environmental design of Monitored Concrete structures in Marine Environment. French National Conference on Wind turbines, Paris, France.

Cherif, R., Hamami, A. E. A., & Aït-Mokhtar, A. (2020). Global quantitative monitoring of the ion exchange balance in a chloride migration test on cementitious materials with mineral additions. *Cement and Concrete Research*, *138*, 106240. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106240.

Coussy, O., Baroghel-Bouny, V., Dangla, P., & Mainguy, M. (2001). Evaluation de la perméabilité à l'eau liquide des bétons à partir de leur perte de masse durant le séchage. *Revue française de génie civil*, *5*(2-3), 269-284. https://doi.org/10.1080/12795119.2001.9692307.

Du Plooy, R., Lopes, S. P., Villain, G., & Derobert, X. (2013). Development of a multi-ring resistivity cell and multi-electrode resistivity probe for investigation of cover concrete condition. *NDT & E International*, *54*, 27-36. https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2012.11.007.

Eid, M. A., Reuge, N., Villain, G., Bonnet, S., & Lopes, S. P. (2025). Monitoring of drying and imbibition of concrete using embedded resistivity sensors for the estimation of permeability. *Cement and Concrete Composites*, *157*, 105900. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2024.105900.

El Achrafi, M. K., Bonnet, S., & Villain, G. (2023). Electrical resistivity tomography results analyzed with two inversion methods to determine chloride profiles on BFS concrete having very high electrical resistivity. *Construction and Building Materials*, *407*, 133361. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.133361.

Fargier, Y., Villain, G., Lopes, S. P., & Fares, M. (2021). Optimized retrieval of 1D-resistivity profiles in cover concrete by electrical sounding measurements. *Journal of Applied Geophysics*, *193*, 104413. https://doi.org/10.1016/j.jappgeo.2021.104413.

Ibro, M. A. (2020). *Vers la prédiction des cinétiques de rééquilibrage entre 2 milieux initialement en conditions de saturation différentes* (Doctoral dissertation, Université Paul Sabatier-Toulouse III).

Ibro, M. A., Verdier, J., Geoffroy, S., Cagnon, H., & Bourbon, X. (2021). Prediction of moisture transfer in cement-based materials: use of a porous network model to access transfer parameters. *Cement and Concrete Research*, *142*, 106310. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106310.

Lafhaj, Z., Richard, G., Kaczmarek, M., & Skoczylas, F. (2007). Experimental determination of intrinsic permeability of limestone and concrete: Comparison between in situ and laboratory results. *Building and Environment*, *42*(8), 3042-3050. https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2006.07.039.

Lataste, J. F., Sirieix, C., Breysse, D., & Frappa, M. (2003, May). Improvement of electrical resistivity measurement for non-destructive evaluation of concrete structures. In *2nd International RILEM workshop on life prediction and aging management of concrete structures*, pp. 93-102. https://doi.org/10.1617/2912143780.009.

Mainguy, M., Coussy, O., & Eymard, R. (1999). *Modélisation des transferts hydriques isothermes en milieu poreux. Application au séchage des matériaux à base de ciment* (No. OA 32).

Mainguy, M., Coussy, O., & Baroghel-Bouny, V. (2001). Role of air pressure in drying of weakly permeable materials. *Journal of engineering mechanics*, *127*(6), 582-592. https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9399(2001)127:6(582).

Marescot, L., Rigobert, S., Lopes, S. P., Lagabrielle, R., Chapellier, D. (2006). A general approach for DC apparent resistivity evaluation on arbitrarily shaped 3D structures. Journal of Applied Geophysics, 60(1), 55–67. https://doi.org/10.1016/j.jappgeo.2005.12.003.

Minagawa, H., Miyamoto, S., Kurashige, I., & Hisada, M. (2023). Appropriate geometrical factors for four-probe method to evaluate electrical resistivity of concrete specimens. *Construction and Building Materials*, *374*, 130784. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.130784.

Polder, R., Andrade, C., Elsener, B., Vennesland, Ø., Gulikers, J., Weidert, R., Raupach, M. (2000). Test methods for on-site measurement of resistivity of concrete. *Materials and Structures*, 33(10), 603-611. https://doi.org/10.1007/BF02480599.

Reuge, N., Bignonnet, F., & Bonnet, S. (2023). Sensitivity analysis of a physicochemical model of chloride ingress into real concrete structures subjected to long-term exposure to tidal cycles. *Applied Ocean Research*, *138*, 103622. https://doi.org/10.1016/j.apor.2023.103622.

Smyl, D. (2020). Electrical tomography for characterizing transport properties in cement-based materials: A review. *Construction and Building Materials*, *244*, 118299. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118299.

Teng, S., Lim, T. Y. D., & Divsholi, B. S. (2013). Durability and mechanical properties of high strength concrete incorporating ultra-fine Ground Granulated Blast-furnace Slag. Construction and Building Materials, 40, 875-881. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.11.052.

Thiery, M., Baroghel-Bouny, V., Bourneton, N., Villain, G., & Stéfani, C. (2007). Modélisation du séchage des bétons : analyse des différents modes de transfert hydrique. *Revue européenne de génie civil*, *11*(5), 541-577. https://doi.org/10.1080/17747120.2007.9692945.

Torrent, R. J. (1992). A two-chamber vacuum cell for measuring the coefficient of permeability to air of the concrete cover on site. *Materials and structures*, *25*, 358-365. https://doi.org/10.1007/BF02472595.

Torres-Luque, M., Bastidas-Arteaga, E., Schoefs, F., Sánchez-Silva, M., & Osma, J. F. (2014). Non-destructive methods for measuring chloride ingress into concrete: State-of-the-art and future challenges. *Construction and building materials*, *68*, 68-81. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.06.009.

Van Genuchten, M. T. (1980). A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils. *Soil science society of America journal*, *44*(5), 892-898. https://doi.org/10.2136/sssaj1980.03615995004400050002x.

Villain, G., Garnier, V., Sbartaï, Z. M., Derobert, X., & Balayssac, J. P. (2018). Development of a calibration methodology to improve the on-site non-destructive evaluation of concrete durability indicators. *Materials and structures*, *51*, 1-14. https://doi.org/10.1617/s11527-018-1165-4.

Effets des Cycles de Séchage/Humidification et de la Nano-Silice sur la Stabilisation des Sols Argileux Sous-Chaussée

Mohamed Amine ES-SOUFI[1,2,3]

[1] *Univ. Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, I2M, UMR 5295, F-33400, Talence, France*

[2] *Arts et Metiers Institute of Technology, CNRS, Bordeaux INP, Hesam Universite, I2M, UMR 5295, F-33400 Talence, France*

[3] *GEOTEC, Geotechnical Consulting Office, 19 Rue de la Gravette, 33320 Eysines, France*

RESUME Les sols expansifs sont sujets à des variations volumiques importantes sous l'effet des cycles de séchage et d'humidification, posant un risque pour la durabilité des infrastructures. Cette étude évalue l'impact de ces cycles sur le retrait-gonflement de deux sols sous-chaussée (Sarlat et Esnandes) et d'une bentonite calcique industrielle, ainsi que l'efficacité de la stabilisation à la nano-silice. Les résultats montrent que la Bentonite, contenant de la montmorillonite, présente les plus fortes déformations, tandis que Sarlat, majoritairement composé de kaolinite, affiche des variations plus faibles. Esnandes, riche en matière organique, présente un comportement intermédiaire. L'analyse des déformations volumiques révèle une stabilisation progressive dès le troisième cycle, suggérant une adaptation structurelle aux sollicitations hydriques répétées. L'ajout de nano-silice réduit significativement les déformations, avec une efficacité maximale à 20%, permettant une diminution de 45% du retrait et 55% du gonflement dès le premier cycle. Cependant, son impact diminue au fil des cycles en raison d'une stabilisation structurelle naturelle du sol. Ces résultats mettent en évidence l'intérêt de la nano-silice comme stabilisant innovant et soulignent la nécessité d'optimiser son dosage et ses interactions avec d'autres traitements pour améliorer la durabilité des sols soumis à des cycles hydriques.

Mots-clefs : argile, retrait, gonflement, traitement, nano-silice

I. INTRODUCTION

Les sols expansifs, particulièrement sensibles aux variations de teneur en eau, subissent d'importants changements volumiques qui représentent un défi majeur pour la durabilité des infrastructures, notamment dans les régions soumises à des fluctuations saisonnières d'humidité (Estabragh et al., 2015; Goodarzi et al., 2016). Ces cycles répétés de séchage et d'humidification provoquent des retraits et gonflements successifs, entraînant des déformations différentielles susceptibles d'endommager les fondations, les routes et d'autres ouvrages (Tripathy et al., 2002; Wang et al., 2013). Une analyse approfondie des mécanismes associés à ces cycles est donc nécessaire pour mieux comprendre le comportement des sols et proposer des solutions adaptées.

En laboratoire, les cycles de séchage et d'humidification influencent fortement le comportement des sols expansifs, selon des facteurs tels que la minéralogie des argiles, la teneur en eau initiale, la surcharge appliquée et les conditions environnementales (Estabragh et al., 2015; Kherad et al., 2020). (Tripathy et al., 2002) ont montré qu'une bentonite calcique compactée à différentes pressions de surcharge, conservée à température ambiante, présente une réduction progressive du potentiel de gonflement et de retrait au fil des cycles, liée à des réarrangements structuraux et à une diminution de la porosité. De son côté, (Kalkan, 2011) a observé un comportement similaire sur un sol argileux naturel traité à la fumée de silice, soumis à des cycles à 40 °C, en particulier pour les échantillons traités, mettant en évidence l'effet stabilisant du traitement. À l'inverse, (Tawfiq et Nalbantoglu, 2009) ont rapporté une augmentation du potentiel de gonflement sur un sol limono-argileux compacté, soumis à plusieurs cycles à température ambiante, sans surcharge. Ces résultats, parfois divergents, reflètent la complexité des interactions entre cycles hydriques et microstructure, et montrent l'importance des conditions expérimentales et des propriétés du sol dans l'interprétation des mécanismes observés.

Pour limiter les impacts de ces cycles sur les infrastructures, les traitements de stabilisation chimique sont largement utilisés. Ces traitements agissent en modifiant les interactions entre les argiles et l'eau grâce à des mécanismes tels que l'inhibition ionique, le blocage des pores et la formation de liaisons chimiques avec les minéraux argileux (Gholami et al., 2018). Parmi les stabilisants traditionnels, le ciment et la chaux sont fréquemment utilisés pour réduire le potentiel de gonflement et améliorer les propriétés mécaniques des sols (Estabragh et al., 2014). Cependant, ces méthodes présentent des limites en termes de durabilité et d'impact environnemental, notamment en raison des émissions de gaz à effet de serre liées à leur production (Soltani et al., 2018). Ces préoccupations ont conduit à l'émergence de stabilisants innovants tels que les nanomatériaux, notamment la nano-silice, qui offrent des avantages en termes de performance et de durabilité (Taha and Taha, 2012; Bahmani et al., 2014).

La nano-silice, grâce à sa surface spécifique élevée et sa réactivité chimique, modifie significativement les propriétés physico-mécaniques des sols argileux. Elle agit en réduisant l'épaisseur de la double couche électrique des particules d'argile, favorisant ainsi leur floculation et une diminution de la porosité (Shang et Fu, 2018). Par ailleurs, en présence d'électrolytes tels que des cations sodium, la nano-silice peut être activée pour former un gel silicaté (Iler, 1979). Ce processus implique des liaisons entre les groupements silanols des particules de silice via les cations, conduisant à la formation d'un réseau solide cohérent capable de retenir l'eau par capillarité (Noll et al., 1992). Une fois diffusée dans le sol, cette transformation en gel contribue à renforcer les liaisons inter-particulaires et à bloquer la migration de l'eau, réduisant ainsi le potentiel de retrait-gonflement (Changizi and Haddad, 2017; Shahsavani et al., 2020). Toutefois, les effets de la stabilisation à la nano-silice, notamment dans des conditions cycliques de séchage et d'humidification, restent encore peu explorés.

Cette étude vise à approfondir la compréhension des effets des cycles de séchage et d'humidification sur les comportements de retrait-gonflement de deux sols argileux sous-chaussée (Sarlat et Esnandes) ainsi qu'une Bentonite calcique industrielle, tout en évaluant l'efficacité de la stabilisation chimique à la nano-silice. Les mécanismes sous-jacents aux variations volumiques et microstructurales seront analysés à l'aide d'essais expérimentaux combinant des

mesures géotechniques, minéralogiques et chimiques, afin d'apporter des réponses aux défis de durabilité des infrastructures dans des contextes soumis à des cycles hydriques.

II. MATERIAUX

A. Sols d'étude

Dans cette étude, trois types de sols argileux ont été analysés : deux sols sous-chaussée, Sarlat et Esnandes, issus de sites routiers en France, et une bentonite calcique industrielle utilisée comme référence. Le sol de Sarlat provient d'un projet de future route départementale en Dordogne (24), traversant des zones forestières et agricoles peu urbanisées. Le sol d'Esnandes, prélevé sur une route départementale en Charente-Maritime (17), est issu d'un tronçon présentant des fissurations longitudinales principalement au niveau des accotements proches de la végétation. Les deux sols ont été collectés à des profondeurs comprises entre 1 et 6 m et présentent des densités sèches initiales variant de 1,0 à 1,6 g/cm³. Ils se trouvent dans un état quasi-saturé. Enfin, la bentonite calcique industrielle utilisée a été fournie par LAFAURE (France). Cette argile a été intégrée dans cette étude pour comparer ses caractéristiques aux sols naturels étudiés. Le TABLEAU 1 résume les propriétés physico-chimiques des trois sols.

TABLEAU 1. Propriétés physico-chimiques des sols d'étude

Norme	NF P 94-051	NF P 94-056			NF P 94-068	NF P 94-051			XP P 94-047	Classification GTR
	W_{nat} (%)	Sable (%)	Limon (%)	Argile (%)	VBS	W_L (%)	W_P (%)	I_P (%)	MO (%)	
Sarlat	32 ± 7	12 ± 9	54 ± 13	31 ± 7	8,0 ± 1,9	82 ± 10	32 ± 5	50 ± 5	2,4 ± 0,5	A4
Esnandes	50 ± 8	1 ± 1	48 ± 5	51 ± 6	7,8 ± 0,8	69 ± 4	35 ± 3	35 ± 4	6,8 ± 0,4	A3
Bentonite	-	-	-	-	10,2 ± 0,1	84 ± 2	40 ± 1	44 ± 1	-	A4

Les analyses de diffraction des rayons X (DRX), réalisées en collaboration avec l'Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux (ICMCB) sur des échantillons en poudre tamisés à 80 µm et analysés à l'aide du logiciel Profex 5.2.5, montrent que le sol de Sarlat est principalement constitué de quartz et de kaolinite. Le sol d'Esnandes est dominé par le quartz et la montmorillonite, avec des proportions mineures de kaolinite et de graphite. La bentonite est riche en montmorillonite et en quartz, avec des quantités secondaires de calcite et d'illite.

B. Nano-silice utilisée (NS)

La nano-silice utilisée, LEVASIL CS30-324, est une dispersion aqueuse alcaline de silice colloïdale fournie par Nouryon (Pays-Bas). Stabilisée par des ions sodium, elle est composée de particules sphériques amorphes portant une charge de surface négative. Ce liquide clair, légèrement plus visqueux que l'eau, présente une distribution granulométrique semi-large, avec des tailles de particules comprises entre 10 et 20 nm. Les caractéristiques de cette nano-silice sont résumées dans le TABLEAU 2.

TABLEAU 2. Caractéristiques de la nano-silice utilisée

Caractéristiques	Silice (% en poids)	Densité (g/cm^3)	Surface spécifique (m^2/g)	pH	Viscosité (cP)	Na_2O (% en poids)
Nano-silice	30	1,2	300	10	7	0,35

III. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

A. Préparation des échantillons

Dans un premier temps, trois échantillons représentatifs des sols de Sarlat, Esnandes et Bentonite ont été préparés conformément aux conditions définies par l'essai Proctor normal (NF P94-093). Dans un second temps, l'effet de la stabilisation chimique à la nano-silice a été étudié sur la Bentonite calcique. Trois mélanges ont été préparés en incorporant des pourcentages croissants de nano-silice (NS) : 4%, 10% et 20% en poids. Ces dosages correspondent à des teneurs réelles en nano-silice sèche de 1,2%, 3% et 6% respectivement. Après la compaction dans le moule Proctor, les échantillons ont été extraits à l'aide d'une bague œdométrique rigide de 50 mm de diamètre et 20 mm de hauteur. Les sols de Sarlat et Esnandes ont été préalablement concassés et tamisés à 80 µm afin de conserver uniquement la fraction fine. Les teneurs en eau initiales ont été choisies du côté humide de l'optimum. Le TABLEAU 3 présente les valeurs initiales de la teneur en eau ($W_{initiale}$), de la densité sèche ($\gamma_{d,initiale}$) et du degré de saturation (S_r) des mélanges étudiés, avec et sans traitement à la nano-silice.

TABLEAU 3. Conditions initiales des mélanges avec et sans traitement à la nano-silice

Mélanges	Sans traitement à la nano-silice			Avec traitement à la nano-silice		
	Sarlat	Esnandes	Bentonite	Bentonite		
				4% NS	10% NS	20% NS
$W_{initiale}$ (%)	32	33	42	44	39	39
$\gamma_{d,\ initiale}$ (g/cm^3)	1,26	1,37	1,21	1,21	1,28	1,29
$S_{r,\ initial}$ (%)	77	94	93	98	98	98

B. Dispositif expérimental des cycles de séchage-humidification

- Mesure des déformations axiales

Pour mesurer la déformation axiale due au retrait, l'échantillon, placé sur une pierre poreuse lisse, est séché à l'air libre conformément au protocole de l'essai de retrait linéaire (NF P 94-060-2). Le processus de séchage dure 5 jours. Pendant cette phase, un capteur de déplacement Mitutoyo de la série ABSOLUTE Digimatic, avec une précision de 0,01 mm, est positionné sur la surface supérieure de l'échantillon afin de mesurer en continu la variation de hauteur. Grâce à sa faible force de mesure, le palpeur n'exerce qu'une pression minimale sur le matériau, assurant ainsi un contact sans enfoncement et garantissant la fiabilité des mesures. En parallèle, l'échantillon est placé sur une balance de précision 0,01 g pour surveiller la perte de masse, permettant ainsi de déterminer les variations de teneur en eau au cours du séchage.

Après la phase de séchage, l'échantillon est transféré avec la pierre poreuse inférieure directement dans une cellule œdométrique. Une seconde pierre poreuse est ensuite placée sur sa face supérieure afin d'assurer une distribution homogène de l'eau lors de la ré-humidification. L'ensemble est fermé, puis de l'eau distillée est ajoutée dans la cellule. L'humidification se fait progressivement par capillarité à travers la pierre poreuse inférieure, permettant ainsi d'atteindre un état relativement homogène en fin d'essai. La durée du test est fixée à 5 jours, ce qui s'est révélé suffisant pour atteindre une déformation axiale maximale. Un capteur de déplacement, avec une précision de 0,01 mm, est utilisé pour mesurer en continu l'évolution de la hauteur de l'échantillon au cours du gonflement. Le retrait latéral n'est pas suivi en continu, mais est évalué en fin d'essai par comparaison entre la surface initiale et la surface finale de l'échantillon, à l'aide du logiciel Image-J.

Les deux montages, pour les phases de retrait et de gonflement, sont installés dans une salle à une température de 20 ± 2°C et une humidité relative de 50 ± 5%. La **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** illustre ces dispositifs expérimentaux.

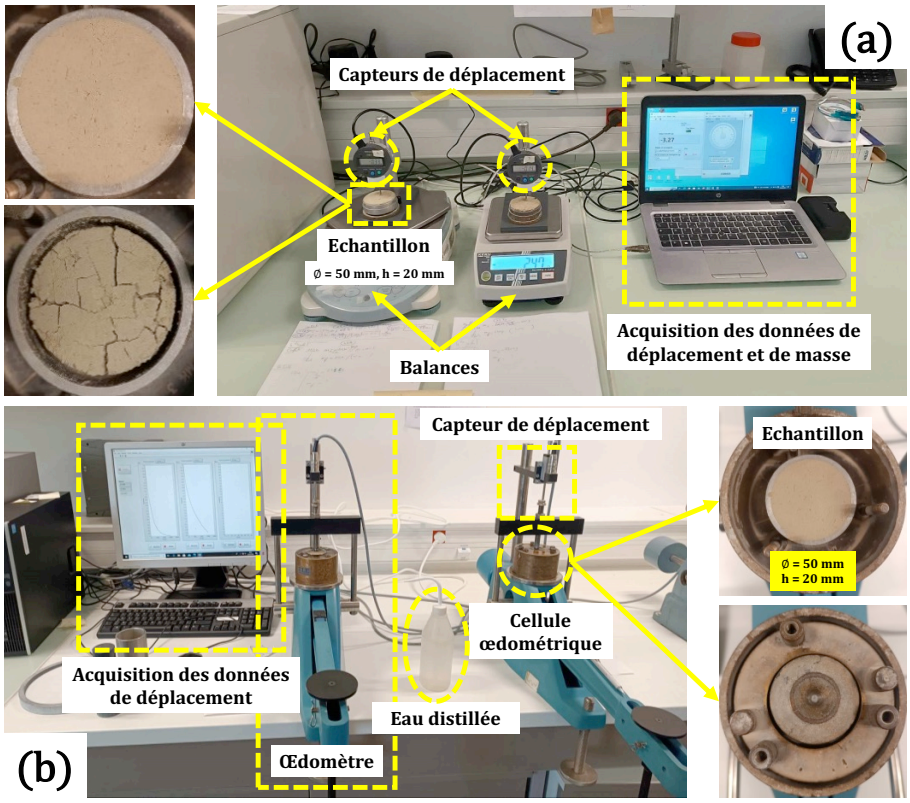


FIGURE 1. Dispositif de mesure des déformations axiales dues au (a) retrait et au (b) gonflement

- Mesure des déformations volumiques

À la fin de chaque phase de séchage, une photographie de la surface supérieure de l'échantillon a été prise. La surface a ensuite été mesurée à l'aide du logiciel Image-J, en ajustant l'échelle de l'image au diamètre connu de la bague (50 mm). Les images ont été converties en format binaire,

ce qui permet de mettre en évidence les zones rétrécies de l'échantillon tout en distinguant les fissures ou les vides. L'incertitude associée à ce processus de binarisation est estimée à 5%. À la fin des phases d'humidification, la surface de l'échantillon est supposée identique à celle de la bague (19.6 cm^2), puisque le sol remplit complètement la bague.

La hauteur de l'échantillon, mesurée en continu tout au long des cycles de séchage et d'humidification, est ensuite combinée avec les mesures de surface, réalisées à l'aide du logiciel Image-J, pour calculer le volume de l'échantillon. Cette méthode repose sur l'hypothèse que la surface rétrécie mesurée en haut de l'échantillon représente uniformément la section transversale sur toute la hauteur. L'incertitude liée à cette hypothèse a été estimée à environ 4 %.

IV. RESULTATS ET DISCUSSION

A. Sans traitement à la nano-silice

La **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** illustre l'état des échantillons après chaque cycle de retrait-gonflement, en incluant les versions binarisées, traitées avec le logiciel Image-J pour la mesure des surfaces en fin de phase de séchage. À partir du deuxième cycle, des fissures visibles ont commencé à se former dans les échantillons, avec une tendance à s'élargir au fil des cycles. Pour quantifier ces évolutions, le TABLEAU 4 présente la surface totale des fissures observées à la fin de la phase de séchage (correspondant aux zones noires sur les images binarisées), ainsi que le pourcentage de fissuration, défini comme le rapport entre la surface fissurée et la surface totale de l'échantillon. La bentonite a présenté la plus grande surface de fissures, suivie par le sol d'Esnandes, tandis que le sol de Sarlat a affiché la surface fissurée la plus faible.

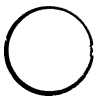
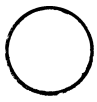
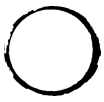
	Retrait						Gonflement		
	Images originales			Images binaires					
	Sarlat	Esnandes	Bentonite	Sarlat	Esnandes	Bentonite	Sarlat	Esnandes	Bentonite
Cycle 1									
Cycle 2									
Cycle 3									
Cycle 4									

FIGURE 2. Etat des sols étudiés au cours des cycles de séchage-humidification

TABLEAU 4. Surface et pourcentage de fissures au cours des cycles de séchage pour les sols étudiés

	Sarlat		Esnandes		Bentonite	
	$S_{fissures}$ (cm²)	% fissuration	$S_{fissures}$ (cm²)	% fissuration	$S_{fissures}$ (cm²)	% fissuration
Cycle 1	3.1	16	3.0	15	3.6	19
Cycle 2	2.9	15	2.5	13	4.5	23
Cycle 3	2.6	14	3.1	16	5.4	28
Cycle 4	2.3	12	3.4	17	5.2	27

La déformation axiale des échantillons est représentée par la variation de hauteur observée lors des phases de retrait ou de gonflement. Elle est calculée en pourcentage comme la variation de hauteur entre le début et la fin de chaque cycle de retrait-gonflement. La FIGURE 3 illustre les l'évolution cumulée des déformations axiales et volumiques au cours des cycles pour les échantillons étudiés. La Bentonite subit les plus fortes déformations en raison de sa grande capacité d'absorption d'eau. Esnandes, avec une teneur élevée en matière organique, présente des variations modérées, tandis que Sarlat, dominé par la kaolinite, affiche les plus faibles déformations, son minéral peu gonflant limitant le retrait et le gonflement. Les déformations axiales ont montré une tendance à la diminution au fil des cycles. Dès le deuxième cycle, une stabilisation des déformations axiales est observée, en accord avec les études sur les sols expansifs soumis à des cycles de séchage-humidification menées par Tripathy et al. (2002); Yigzaw (2009) et Estabragh et al. (2015). L'analyse des déformations volumiques montre que les déformations surfaciques sont systématiquement plus importantes que les déformations axiales.

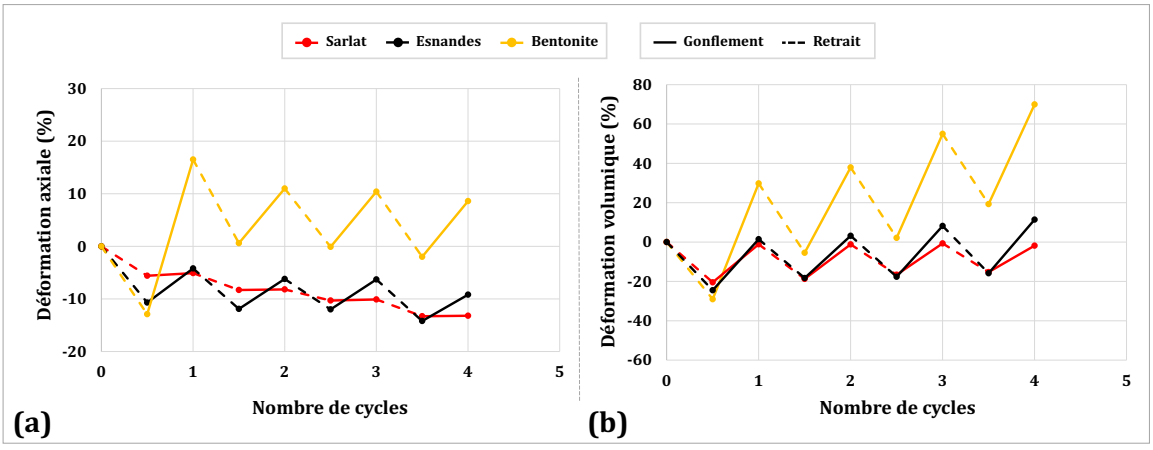


FIGURE 3. Déformations (a) axiales et (b) volumiques cumulées au cours des cycles pour les sols étudiés

La FIGURE 4 présente les courbes de retrait et de gonflement des trois sols étudiés, mettant en évidence des comportements distincts au cours des cycles hydriques. Lors du retrait, deux phases sont observées : une phase initiale de contraction importante due à la perte d'eau, suivie d'une stabilisation une fois la limite de retrait atteinte. Pour Sarlat, une légère réduction de déformation après cette limite pourrait s'expliquer par un réarrangement des particules ou l'apparition de

microfissures. Dans certains cycles (notamment pour Esnandes et Bentonite au cycle 4), les teneurs en eau massiques atteignent des valeurs très faibles, tandis que d'autres conservent une teneur résiduelle plus élevée. Cela s'explique par le protocole expérimental : chaque phase de séchage est limitée à 5 jours, durée à laquelle la déformation tend à se stabiliser, mais la teneur résiduelle varie selon la structure du sol et son évolution au fil des cycles. Concernant le gonflement, deux phases sont également identifiées : un gonflement primaire rapide correspondant à la fermeture des fissures formées lors du séchage, suivi d'un gonflement secondaire plus progressif, lié à la réorganisation interne du sol jusqu'à stabilisation. Les courbes de retrait et de gonflement sont exprimées en pourcentage de déformation, calculé par rapport à l'état initial de chaque cycle, et non par rapport à l'état initial de l'essai.

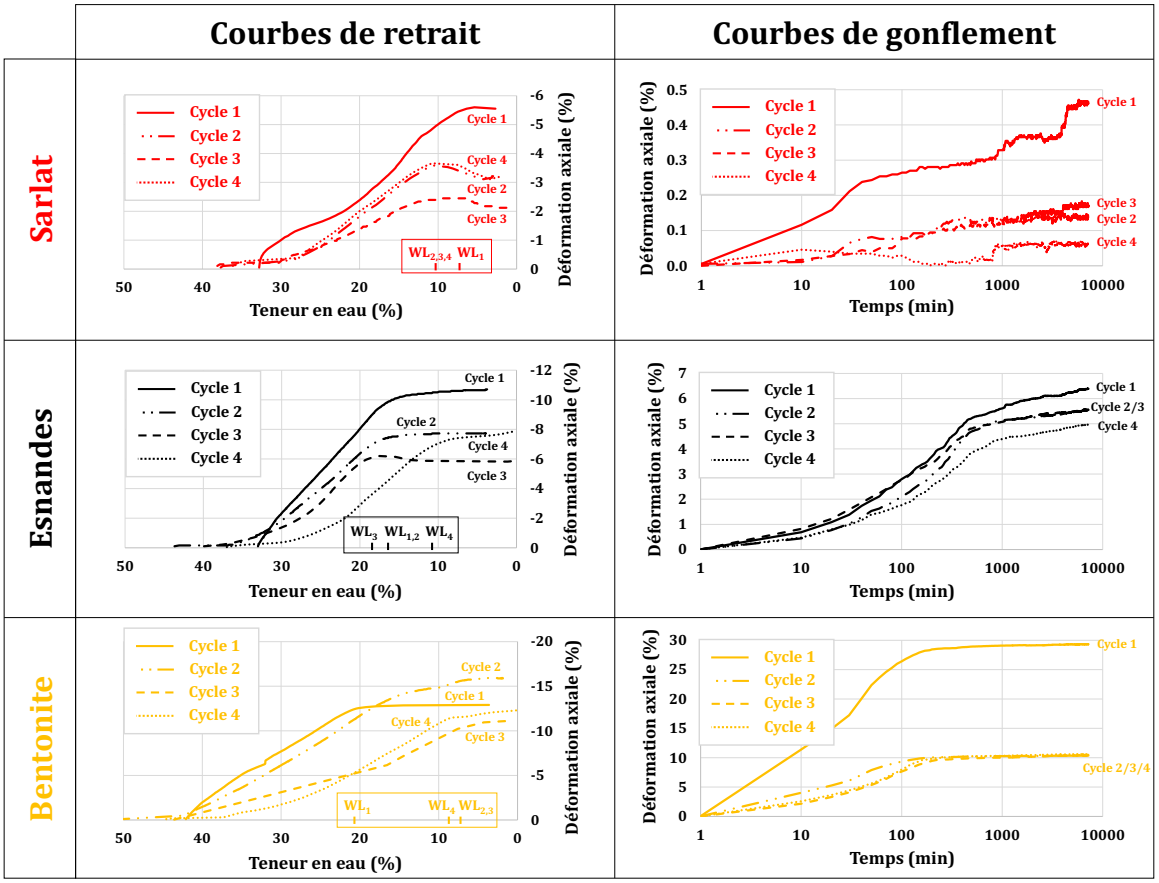


FIGURE 4. Courbes de retrait et de gonflement des sols étudiés au cours des cycles, exprimées en pourcentage de déformation relative à l'état initial de chaque cycle.

B. Avec traitement à la nano-silice : cas de la Bentonite calcique

La FIGURE 55 illustre l'évolution de la déformation volumique en fonction du pourcentage de nano-silice (NS) pour chaque cycle. Les valeurs des déformations volumiques sont calculées par rapport à l'état initial de chaque cycle, et non par rapport à l'état initial de l'essai. Lors du premier cycle, l'ajout de NS entraîne une réduction significative des déformations, particulièrement avec 20% de NS, où le retrait est diminué de 45% et le gonflement de 55%. Lors du deuxième cycle,

l'effet stabilisant se poursuit avec une réduction plus modérée : 23% pour le retrait et 12% pour le gonflement à 20% NS. À partir du troisième cycle, la réduction tend à se stabiliser, et au quatrième cycle, l'effet de la NS atteint une limite avec des réductions plus faibles. L'effet stabilisant semble plus marqué avec 4% de NS qu'avec 10%. Cette tendance peut être due à une dispersion non homogène de la NS dans le sol ou à une saturation partielle des sites d'adsorption à ce dosage intermédiaire, limitant son efficacité. Avec l'augmentation des cycles, l'effet de la nano-silice diminue. Initialement, la NS favorise la floculation et la formation d'un gel silicaté qui comble les vides, limitant le retrait et le gonflement. Toutefois, avec les cycles, la structure du sol se stabilise naturellement, réduisant la mobilité de l'eau et l'impact supplémentaire de la NS (Shahsavani et al., 2020).

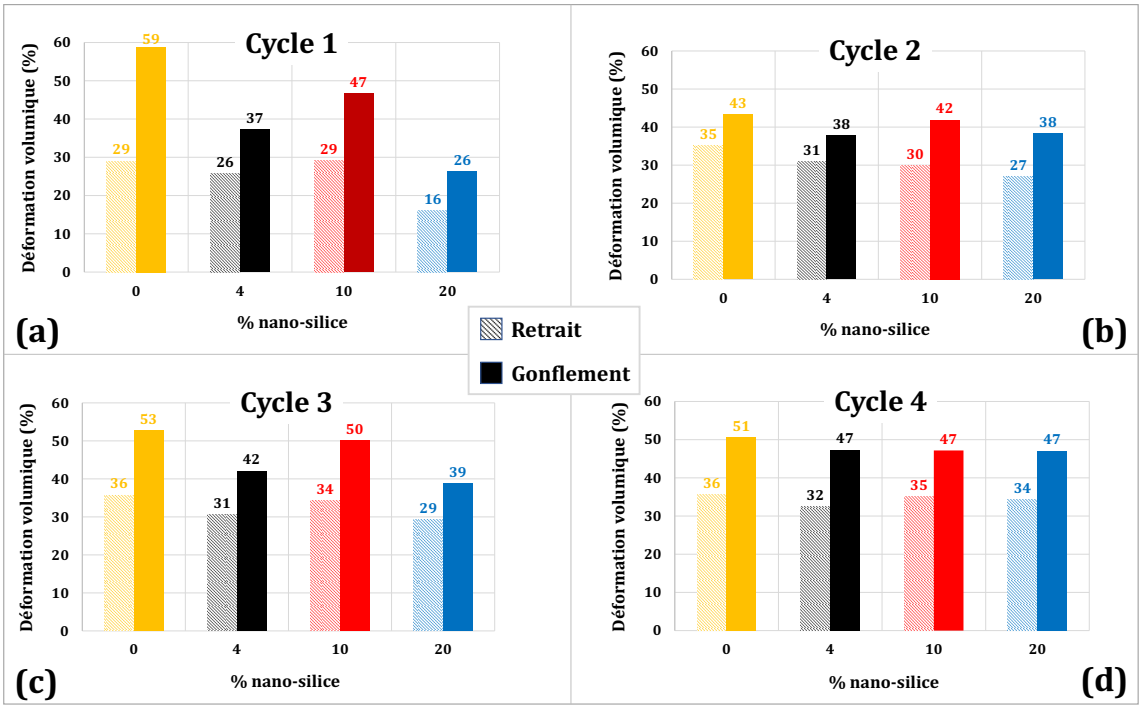


FIGURE 5. Evolution de la déformation volumique en fonction du pourcentage de NS au fil des cycles

La **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** présente les observations au microscope électronique à balayage (MEB) de la Bentonite calcique avant et après traitement avec 10% de nano-silice (NS). Avant traitement, la structure microscopique révèle des vides dispersés, tandis qu'après ajout de NS, ces vides sont partiellement comblés, et une floculation commence à se former, renforçant la cohésion du sol.

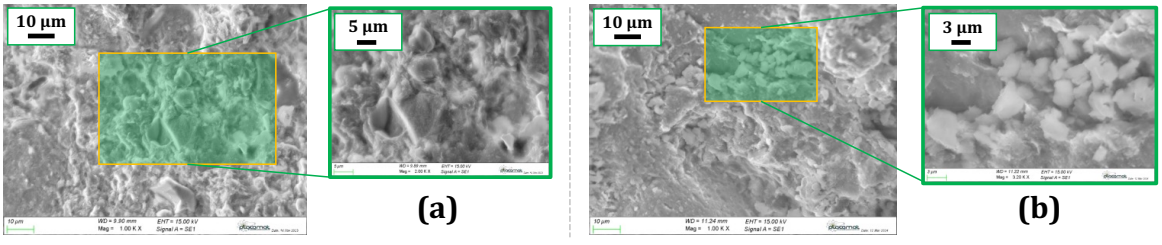


FIGURE 6. Observations au MEB de la Bentonite : (a) sans traitement et (b) après traitement avec 10% NS

V. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Cette étude examine l'effet des cycles de séchage-humidification sur le retrait-gonflement de deux sols sous-chaussée (Sarlat et Esnandes) ainsi que d'une bentonite calcique industrielle, tout en évaluant l'efficacité de la stabilisation chimique à la nano-silice. Les résultats montrent que la Bentonite, contenant de la montmorillonite, présente les plus fortes déformations volumiques en raison de sa capacité de rétention d'eau. Sarlat, majoritairement composé de kaolinite, affiche des variations plus faibles en raison de sa faible aptitude au gonflement. Esnandes, avec une teneur élevée en matière organique et une fraction argileuse incluant de la montmorillonite, présente des déformations intermédiaires, illustrant l'influence combinée de ces facteurs sur son comportement hydrique. L'analyse des déformations volumiques a mis en évidence que les variations de surface jouent un rôle majeur dans l'évolution des sols sous sollicitations hydriques. Tous les sols ont montré une stabilisation progressive dès le troisième cycle, suggérant une adaptation structurelle aux cycles répétés. L'ajout de nano-silice a significativement réduit les déformations, en particulier avec un dosage de 20%, où la réduction du retrait atteint 45% et celle du gonflement 55% dès le premier cycle. Toutefois, l'efficacité de la nano-silice tend à diminuer avec les cycles, indiquant que la stabilisation structurelle du sol limite progressivement son impact.

Ces résultats ouvrent des perspectives pour l'amélioration des traitements stabilisants appliqués aux sols expansifs. Des recherches futures pourraient explorer l'optimisation des dosages de nano-silice et son interaction avec d'autres stabilisants, tout en intégrant des conditions de charge mécanique pour simuler des environnements réels. Le développement de protocoles expérimentaux avancés, notamment via des essais couplés en œdométrie et des analyses microstructurales détaillées, permettrait de mieux comprendre les mécanismes sous-jacents et d'adapter les traitements aux contraintes des infrastructures exposées aux cycles hydriques.

REFERENCES

Bahmani, S.H., Huat, B.B.K., Asadi, A., Farzadnia, N., 2014. Stabilization of residual soil using SiO2 nanoparticles and cement. Construction and Building Materials 64, 350–359. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.04.086

Changizi, F., Haddad, A., 2017. Improving the geotechnical properties of soft clay with nano-silica particles. Proceedings of the Institution of Civil Engineers - Ground Improvement 170, 62–71. https://doi.org/10.1680/jgrim.15.00026

Estabragh, A.R., Parsaei, B., Javadi, A.A., 2015. Laboratory investigation of the effect of cyclic wetting and drying on the behaviour of an expansive soil. Soils and Foundations 55, 304–314. https://doi.org/10.1016/j.sandf.2015.02.007

Estabragh, A.R., Rafatjo, H., Javadi, A.A., 2014. Treatment of an expansive soil by mechanical and chemical techniques. Geosynthetics International 21, 233–243.

Gholami, R., Elochukwu, H., Fakhari, N., Sarmadivaleh, M., 2018. A review on borehole instability in active shale formations: Interactions, mechanisms and inhibitors. Earth-Science Reviews 177, 2–13.

Goodarzi, A.R., Akbari, H.R., Salimi, M., 2016. Enhanced stabilization of highly expansive clays by mixing cement and silica fume. Applied Clay Science 132–133, 675–684. https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.08.023

Iler, R.K., 1979. The chemistry of silica, Solubility, Polymerization. Colloid and Surface Properties, and Biochemistry 866.

Kalkan, E., 2011. Impact of wetting–drying cycles on swelling behavior of clayey soils modified by silica fume. Applied clay science 52, 345–352.
Kherad, M.K., Vakili, A.H., Bin Selamat, M.R., Salimi, M., Farhadi, M.S., Dezh, M., 2020. An experimental evaluation of electroosmosis treatment effect on the mechanical and chemical behavior of expansive soils. Arab J Geosci 13, 260. https://doi.org/10.1007/s12517-020-5266-3
Noll, M.R., Bartlett, C., Dochat, T.M., 1992. In situ permeability reduction and chemical fixation using colloidal silica, in: Proceeding of the Sixth National Outdoor Action Conference on Aquifer Restoration, Ground Water Monitoring, and Geophysical Method, National Ground Water Association. pp. 443–457.
Shahsavani, S., Vakili, A.H., Mokhberi, M., 2020. The effect of wetting and drying cycles on the swelling-shrinkage behavior of the expansive soils improved by nanosilica and industrial waste. Bull Eng Geol Environ 79, 4765–4781. https://doi.org/10.1007/s10064-020-01851-6
Shang, Y., Fu, Y., 2018. Experimental study of the mechanical properties of expansive soil with added nanomaterials. Arab J Geosci 11, 180. https://doi.org/10.1007/s12517-018-3518-2
Soltani, A., Deng, A., Taheri, A., Mirzababaei, M., 2018. Rubber powder–polymer combined stabilization of South Australian expansive soils. Geosynthetics International 25, 304–321. https://doi.org/10.1680/jgein.18.00009
Taha, M.R., Taha, O.M.E., 2012. Influence of nano-material on the expansive and shrinkage soil behavior. J Nanopart Res 14, 1190. https://doi.org/10.1007/s11051-012-1190-0
Tawfiq, S., Nalbantoglu, Z., 2009. Swell-shrink behavior of expansive clays.
Tripathy, S., Rao, K.S., Fredlund, D.G., 2002. Water content - void ratio swell-shrink paths of compacted expansive soils. Can. Geotech. J. 39, 938–959. https://doi.org/10.1139/t02-022
Wang, Q., Tang, A.M., Cui, Y.-J., Delage, P., Barnichon, J.-D., Ye, W.-M., 2013. The effects of technological voids on the hydro-mechanical behaviour of compacted bentonite–sand mixture. Soils and Foundations 53, 232–245.
Yigzaw, Z.G., 2009. Analyse des processus de retrait-gonflement de sols argileux en réponse à des sollicitations hydriques cycliques : rôle de la microstructure (phdthesis). École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

Valorisation des déchets de composite d'éolienne dans les matrices cimentaires

Natalia LORA-ACEVEDO

MAST-CPDM, Univ Gustave Eiffel, F-77454 Marne-La-Vallée, France

Département de Génie Civil, Université de Sherbrooke, Sherbrooke, Québec J1K 2R1, Canada

RESUME La valorisation des pales d'éoliennes en fin de vie, constituées de composites renforcés de fibres de verre, représente un défi à cause de la nature thermodurcissable des résines utilisées dans leur fabrication. Aujourd'hui, l'enfouissement et l'incinération sont les principales options de fin de vie pour ces matériaux. Cette étude propose une nouvelle forme de valorisation peu étudiée dans la littérature : il s'agit de l'intégration du composite en tant que remplacement partiel du ciment, afin de tirer parti du potentiel pouzzolanique du verre broyé. En comparant la résistance à la compression de deux mortiers dans lesquels le ciment est partiellement remplacé par de la poudre de verre (20 % de verre) et par la poudre d'un composite renforcé par des fibres de verre (20 % de verre + 10 % de résine), les résultats montrent que la poudre de composite renforcé par des fibres de verre est moins efficace pour améliorer la résistance à la compression que la poudre de verre. Cependant, nous avons constaté que les deux poudres présentent une activité pouzzolanique quasi similaire. Ainsi, la moindre efficacité de la poudre de composite renforcé par des fibres de verre dans l'amélioration de la résistance mécanique pourrait être attribuée à la présence de résine, qui ne participe pas à la réaction, crée de mauvaises interfaces, se dégrade en milieu alcalin et libère des extractibles organiques affectant négativement l'hydratation du ciment.

Mots-clefs recyclage, poudre de verre, résine thermodurcissable, interface, hydratation

I. INTRODUCTION

Le développement des énergies renouvelables est devenu fondamentale dans la lutte contre le changement climatique. L'énergie éolienne est la deuxième source d'énergie électrique renouvelable et la troisième source de production d'électricité en France (France Energie Eolienne, 2022). Les éoliennes ont une durée de vie fixe de 20 à 25 ans, et au vu du démantèlement des éoliennes de première génération, leur traitement en fin de vie devient un enjeu de plus en plus important. Les pales d'éoliennes sont constituées de composites, dont 60 à 70 % sont des fibres de renforcement (verre/carbone) et 30 à 40 % des résines thermodurcissables (époxy, polyester). (Fonte and Xydis, 2021; Tangler, 2000). La méthode de recyclage des polymères par solubilisation ou fusion n'est pas applicable aux polymères thermodurcissables, ce qui rend difficile le recyclage de ces composites (Ahmed, 2023). Les principales options aujourd'hui sont l'enfouissement ou l'incinération avec ou sans récupération d'énergie (Gennitsaris et al., 2023; Tao et al., 2023). En 2022, le démantèlement des pales d'éoliennes est estimé avoir généré jusqu'à 15 kt de déchets de

matériaux composites. Ce chiffre devrait atteindre 25 kt d'ici la fin de 2025, puis près de 60 kt d'ici 2030 (EuCIA, 2024).

La valorisation des pales d'éoliennes dans le béton a déjà fait l'objet d'études. La valorisation sous forme de granulats permet d'intégrer dans le béton une grande quantité de composite, mais la littérature montre une diminution des performances mécaniques du béton lorsqu'une partie des granulats naturels est remplacée par des granulats composites (Fox, 2016). Ce phénomène s'explique principalement par une mauvaise qualité de l'interface entre la pâte de ciment et les granulats composites, en raison de la faible rugosité de ces derniers, qui limite l'ancrage mécanique (Tao et al., 2023). Les composites déchiquetés peuvent également être valorisés sous forme de fibres de renforcement dans le béton. Plusieurs études montrent une amélioration de la résistance à la flexion pouvant aller jusqu'à 15 % (Baturkin et al., 2021), et jusqu'à 52 % pour la résistance à la traction (Fu et al., 2021). Toutefois, les proportions introduites pour ce type de renforcement vont de 1% à 6% du volume de béton, ce qui pose des problèmes d'ouvrabilité et limite la quantité de composite valorisées (Yazdanbakhsh et al., 2018).

Enfin, l'utilisation de composites renforcés de fibres de verre comme ajout cimentaire dans le béton reste une option peu explorée (Tao et al., 2023). La réaction pouzzolanique du verre broyé, qui constitue 70% de la masse du composite, peut contribuer aux propriétés mécaniques du béton (Zhang et al., 2023). Cette alternative présente un double avantage : elle permet la valorisation des déchets composites en plus grande quantité que lorsqu'ils sont déchiquetés sous forme de fibre, tout en diminuant l'utilisation du ciment dans le béton, réduisant ainsi son empreinte carbone.

Cette étude porte sur la valorisation des déchets de composite provenant des pales d'éoliennes en fin de vie dans les matrices cimentaires. Tout d'abord, l'intégration du composite en tant que remplacement partiel du ciment dans des mortiers est évaluée. Une optimisation du broyage a été réalisée afin d'obtenir une poudre micronisée qui pourrait réagir avec la matrice cimentaire. Ensuite, une étude des propriétés mécaniques des mortiers contenant le composite broyé a été réalisée, en prenant comme référence une série des mortiers formulés avec une poudre de verre couramment employée dans l'industrie comme ajout cimentaire. Afin de mieux comprendre l'origine microscopique du comportement mécanique, une analyse physico-chimique du composite dans la matrice cimentaire est réalisée. L'activité pouzzolanique du composite est évaluée par l'essai Chapelle modifié, et le rôle de la résine dans la matrice cimentaire est analysé à travers l'observation des fractures fraîches des mortiers et à travers ses conséquences sur l'hydratation du ciment.

II. VALORISATION DU COMPOSITE COMME AJOUT CIMENTAIRE

A. Broyage des pales d'éoliennes

La première étape de cette étude a été le broyage du composite provenant des pales d'éoliennes en fin de vie. Plusieurs panneaux de composite mesurant 20 cm x 20 cm ont été découpés en carrés de 10-20 mm de côté, à l'aide d'une scie à l'eau. Ensuite, les carrés ont été mis dans un broyeur à boulets. Le matériau a été broyé pendant deux cycles de 45 minutes, avec une pause de 30 minutes entre chaque cycle, puis la poudre obtenue a été tamisée à 630 µm, et les morceaux

restants ont de nouveau été soumis aux cycles de broyage, jusqu'à ce que l'ensemble du composite soit transformé en une poudre dont la taille des particules est inférieure à 630 µm.

La granulométrie de cette poudre a été ensuite optimisé à l'aide d'un broyeur à jets d'air. Le gaz de broyage est de l'air comprimé à 20°C et à une surpression de 6 bars. Les collisions entre particules dans les jets d'air et dans la zone centrale provoquent le broyage. La vitesse de broyage détermine la finesse de la poudre (Hosokawa Alpine Group, n.d.). Une optimisation de la granulométrie du composite a été faite, en étalonnant la vitesse de broyage. Un granulomètre laser Sync by Microtrac MRB est utilisé à cet effet. Les particules sont dispersées dans l'eau distillée, et l'indice de réfraction utilisé pour tous les échantillons est celui du verre (1,51).

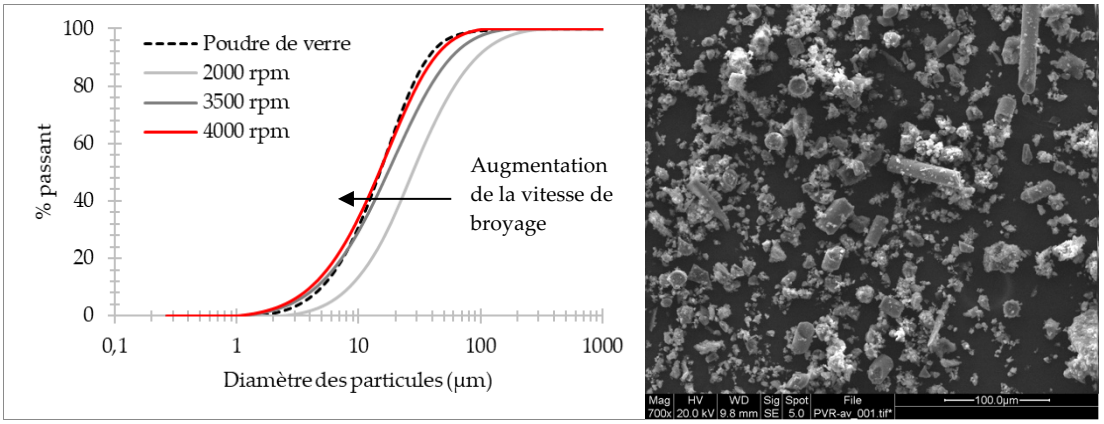


Figure 1. A Gauche : Granulométrie de la poudre composite à différentes vitesses de broyage. La granulométrie de la poudre de verre est mise comme référence. A droite : morphologie de la poudre de composite broyée à 4000 rpm.

Les distributions granulométriques obtenues pour chaque vitesse de broyage sont illustrées dans la Figure 1. La vitesse choisie a été 4000 rpm car elle permet d'obtenir une granulométrie semblable à celle de la poudre de verre utilisée dans l'industrie comme ajout cimentaire.

La Figure 1 montre également les particules du matériau composite après le broyage optimisé. L'image a été prise avec un microscope électronique à balayage FEI/Philips XL-30, sous vide, à 20kV. La poudre a été métallisée au préalable avec une couche fine de carbone. Bien que la taille moyenne des particules obtenues soit d'environ 15 µm, on observe qu'il n'y a pas de séparation entre la résine et la fibre de verre, du fait d'une très bonne qualité de l'interface fibre – résine. Par conséquent, les particules de verre broyées présentent des résidus de résine à leur surface.

B. Caractérisation des poudres

Pour disposer d'un matériau de référence dont l'activité pouzzolanique est connue, une poudre de verre VCASTM de type E produite par Vitrominerals a été choisie. Un ciment Portland à usage général (OPC, type GU conforme à la norme CSA A3000) est utilisé tout au long de l'étude.

Les propriétés physico-chimiques de la poudre de verre, le composite broyé, et le ciment sont résumés dans le Tableau 1. Pour les deux premiers matériaux, leur composition chimique a été analysé avec un spectromètre à fluorescence X Panalytical Axios. La perte au feu a été préalablement déterminée en introduisant les échantillons dans un four à 650°C pendant 4 heures.

La surface spécifique des poudres a été calculée selon la méthode BET et les mesures ont été effectuées avec un analyseur d'adsorption ASAP 2020 Plus.

Tableau 1. Propriétés physico-chimiques des matériaux étudiés.

Analyses chimiques (%)	Poudre de verre (PV)	Composite (CP)	Ciment GU
SiO_2	61,8	39,4	20,3
CaO	21,3	11,2	63,4
Al_2O_3	12,4	10,4	4,8
MgO	2,9	3,7	1,6
Na_2O	1,2	1,2	0,35
Fe_2O_3	0,3	1,6	2,9
Perte au feu (650°C)	0,3	31,8	2,2
Surface spécifique [m^2/kg]	755 ± 26	1310 ± 25	408
Masse volumique [kg/m^3]	2698 ± 8	1970 ± 14	3100
d_{50} [µm]	14,9	14,7	15,2

C. *Evaluation de la résistance à la compression des mortiers*

Un mortier standard a été préparé conformément à la norme ASTM C109 (ASTM, 2024), avec du ciment Portland, du sable de rivière et de l'eau du robinet à température ambiante (23 °C). Deux séries de mortiers ont été préparées : PV20, où un taux de remplacement massique du ciment de 20% par de la poudre de verre a été appliqué, et CP30, où 30% du ciment a été remplacé par la poudre composite (environ 20% correspond au verre broyé et 10% correspond à la résine). Le rapport eau/liant (liant = ciment + ajout cimentaire) a été gardé constant à 0,485, ainsi que le volume de pâte de liant, en tenant compte de la masse volumique des matériaux.

Les quantités de chaque gâchée en kg/m^3 sont résumées dans le Tableau 2. Le processus de fabrication des mortiers et l'évaluation de la résistance à la compression ont été réalisés conformément aux normes ASTM C305 et ASTM C109, respectivement.

Tableau 2. Proportions de mélange des mortiers (en kg/m^3 de mortier).

Gâchée	Taux massique	Eau (Kg/m^3)	Ciment (Kg/m^3)	Sable (Kg/m^3)	Poudre de verre (Kg/m^3)	Composite broyé (Kg/m^3)
Réf	0%	264	545	1498		
PV20	20%	260	430	1498	108	
CP30	30%	247	356	1498		153

La Figure 2 montre l'évolution de la résistance à la compression à 7, 28, et 91 jours pour le mortier de référence, ainsi que pour les mortiers contenant 20% de masse de poudre de verre (PV20) et 30% de masse de poudre composite (CP30), en remplacement du ciment. Il faut garder à l'esprit que dans le mortier avec le composite, la masse de remplacement correspond à environ 20% verre broyé et 10% correspond à la résine.

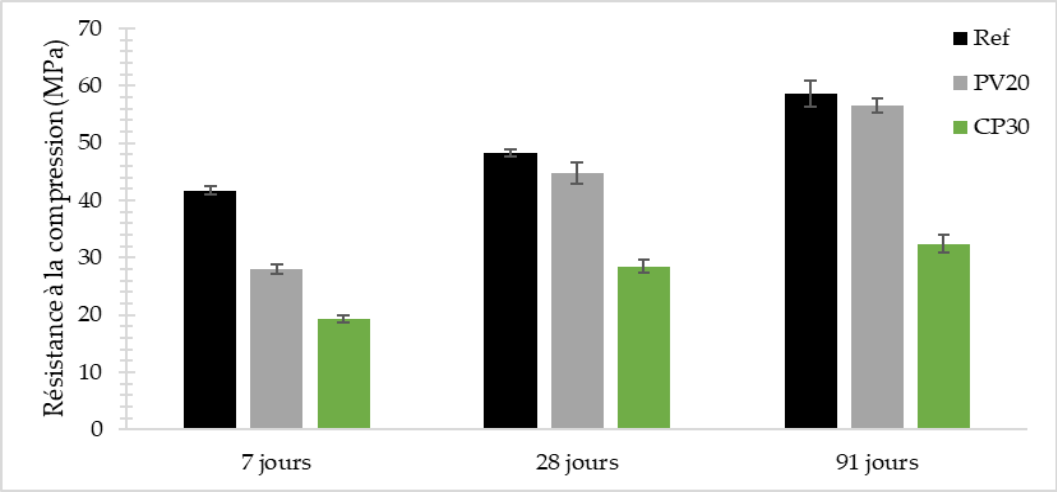


Figure 2. Résistance à la compression des mortiers avec un taux de remplacement du ciment de 20% de poudre de verre (PV20) et 30% de composite broyé (CP30) à 7, 28, et 91 jours.

A jeune âge (7 jours), les deux mortiers fabriqués avec les ajouts cimentaires présentent une performance notablement inférieure à celle de la référence, atteignant 67 % et 46 % de la résistance à la compression du mortier de référence, pour les mortiers avec la poudre de verre et le composite, respectivement. Cependant, à 28 et 91 jours, le mortier avec la poudre de verre atteint plus de 95% de la résistance à la compression de la référence. Pour le mortier avec le composite broyé, cette évolution n'est pas si importante, puisqu'après 28 et 91 jours, la résistance à la compression du mortier représente toujours environ 60 % de celle du mortier de référence.

De nombreuses recherches ont été menées sur l'utilisation de la poudre de verre en tant que pouzzolane. Un mélange de béton contenant 20 % de verre broyé peut avoir une résistance à la compression supérieure à celle d'un béton classique, mais les bénéfices de la réaction pouzzolanique ne sont visibles qu'à partir de 28 jours, car cette réaction prend plus de temps que l'hydratation du ciment Portland (Chen et al., 2006; Soliman and Tagnit-Hamou, 2016; Thomas et al., 2021). Cela explique le rôle de la poudre de verre dans la résistance mécanique des mortiers.

Bien que 70% de la masse du composite broyé soit un verre de la même nature, la poudre composite est moins efficace pour améliorer la résistance à la compression que la poudre de verre. Dans un premier temps, cela peut s'expliquer par le dosage en ciment plus faible des mortiers CP30, mais cela n'explique pas pourquoi leur résistance à la compression ne suit pas la même évolution que celle des autres mortiers. Afin de mieux comprendre les potentielles causes des faibles résistances mécaniques obtenues pour les mortiers contenant les composites, l'impact de celui-ci sur la réactivité du ciment a été étudié.

III. ETUDE PHYSICO-CHIMIQUE DU COMPOSITE DANS LA MATRICE CIMENTAIRE

A. Activité pouzzolanique

Tout d'abord, l'activité pouzzolanique du composite a été évaluée avec l'essai Chapelle modifié. Cet essai est décrit dans la norme française NF P18-513 (annexe A). Il permet de quantifier l'hydroxyde de calcium fixé grâce à la réaction pouzzolanique, en combinant 1 g de l'ajout

cimentaire avec 2 g de CaO dans 250 ml d'eau distillée. La suspension est mise en agitation à 90°C pendant 16 heures. La quantité d'hydroxyde de calcium fixée par la pouzzolane est déterminée par extraction de saccharose et titrage acide (Ferraz, 2015). Cet essai a été réalisé également sur la poudre de verre, pour avoir une valeur d'activité pouzzolanique de référence.

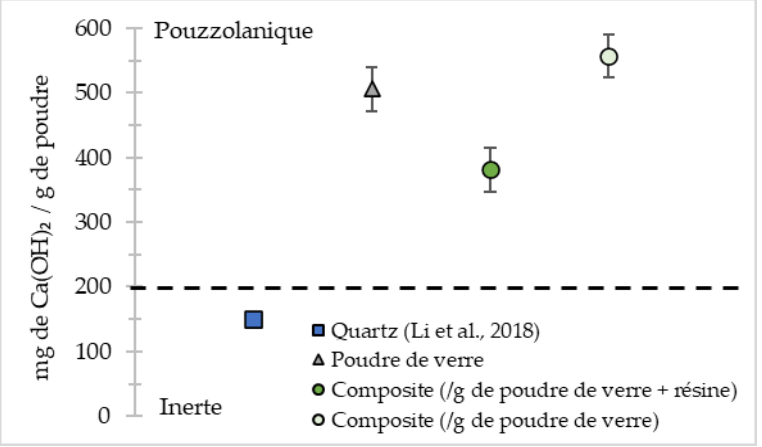


Figure 3. Activité pouzzolanique de la poudre de verre et du composite broyé selon l'essai Chapelle modifié.

La Figure 3 montre l'activité pouzzolanique (exprimée en mg de $Ca(OH)_2$/g de poudre) de la poudre de verre et du composite broyé. L'activité du quartz (Li et al., 2018) est également présentée à titre de référence, afin de situer les matériaux par rapport à un produit inerte.

Il est constaté que l'activité pouzzolanique de la poudre de verre est légèrement supérieure à celle du composite. Néanmoins, il convient de noter que les valeurs sont calculées sur la base de la masse totale de poudre utilisée dans l'essai. Dans le cas du composite broyé, cette masse contient environ 30 % de résine inerte sur le plan pouzzolanique, ce qui diminue la valeur d'activité totale.

Si l'on recalcule l'activité pouzzolanique du composite, mais en ne tenant compte que de la fraction massique correspondant au verre broyé, on constate que l'activité pouzzolanique du verre contenu dans le composite est comparable à celle de la poudre de verre, comme l'illustre la Figure 3.

En revanche, les résultats des essais mécaniques (Figure 2) suggèrent que, dans les mortiers composites, la réaction pouzzolanique du verre est moins développée, ce qui se traduit par une résistance à la compression plus faible. D'une part, cela s'explique par le fait que 10% du ciment est remplacé par la résine, ce qui réduit la quantité de chaux produite par l'hydratation du ciment, et donc la réactivité pouzzolanique potentielle du verre dans le composite. D'autre part, comme le montre la Figure 1, des résidus de résine restent présents à la surface des particules de verre, limitant ainsi leur surface réactive disponible.

B. Effet de la résine dans la matrice cimentaire

La présence de la résine dans la matrice cimentaire peut aussi affecter les propriétés mécaniques des mortiers. Chen et al., (2022) ont constaté qu'un inconvénient de l'utilisation de résines thermodurcissables dans le béton est que la qualité de l'interface entre les thermodurcissables et le ciment est faible. Pour étudier cela, des fractures fraîches du mortier contenant des composites ont été prélevées à 91 jours, puis elles ont été observées à l'aide d'un microscope électronique à

balayage (MEB). Un microscope Phenom XL ThermoFisher a été utilisé, à vide partiel, et à 10 kV pour les observations des échantillons qui n'ont pas été métallisés au préalable.

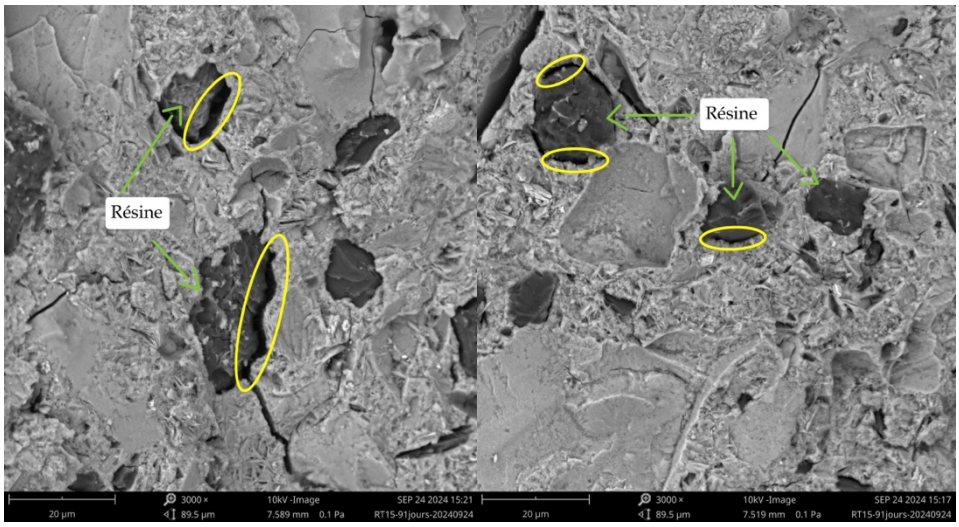


Figure 4. Images au MEB de fractures fraîches de mortiers fabriqués avec de la poudre composite.

La Figure 4 montre les fractures fraîches des mortiers fabriqués avec le composite. Des porosités et des cavités (entourées en jaune) sont observées autour des particules de résine dans la matrice cimentaire. Ces défauts peuvent provenir d'un manque de compatibilité entre la résine et les produits d'hydratation du ciment, entraînant une réduction des résistances mécaniques (Chen et al., 2022).

D'autres études menées sur la durabilité des barres d'armature composites renforcées de fibres de verre en milieu alcalin ont révélé des interfaces semblables à celle de la Figure 4. Les auteurs ont attribué ces défauts à la dégradation chimique de la résine en milieu alcalin (Benmokrane et al., 2017). Pour déterminer si notre composite subit aussi cette dégradation, une mesure de Carbone Organique Total (Shimadzu TOC-V CSH) a été prise dans une solution alcaline avant et après 4 heures d'immersion de la poudre composite, suivant la méthode décrite par Bessaies-Bey et al., (2021). Les résultats sont résumés dans le Tableau 3.

Tableau 3. Carbone Organique Total de la solution alcaline avant et après immersion du composite.

	Carbone organique extrait (g/L)
Avant immersion	0,014
Après 4 h d'immersion	23,962

La forte augmentation de la quantité de carbone extraite en solution indique que l'exposition du composite au milieu alcalin entraîne une dégradation de celui-ci, libérant des extractibles organiques en solution. Ainsi, les porosités observées entre la résine et la pâte cimentaire peuvent être également liées à une hydrolyse partielle de la résine. De plus, pour déterminer si ces extractibles organiques libérés lors de l'hydrolyse affectent l''hydratation du ciment nous avons évalué par microcalorimétrie l'évolution du flux de chaleur d'une pâte de ciment en présence de ces extractibles.

C. Suivi de l'hydratation du ciment par microcalorimétrie

Afin d'analyser uniquement l'effet des produits de dégradation relargués en solution, la poudre composite n'a pas été mélangée avec le ciment dans cette partie de l'étude. En revanche, nous utilisons la solution d'extractibles obtenue après l'exposition du composite en milieu alcalin.

Pour le suivi de l'hydratation du ciment, deux pâtes de ciment avec un rapport eau/ciment de 0,5 ont été préparées. Une pâte de référence a été préparée avec la solution alcaline, et une deuxième pâte de ciment a été fabriquée en mélangeant le ciment avec la solution d'extractibles. La concentration de ces extractibles représente un taux de remplacement de 30 % des déchets composites. Un calorimètre isotherme de TA Instruments est utilisé pour déterminer l'évolution du flux de chaleur pendant 24 heures à 23 °C, en introduisant des flacons scellés avec 4 ± 0,5 g de pâte de ciment.

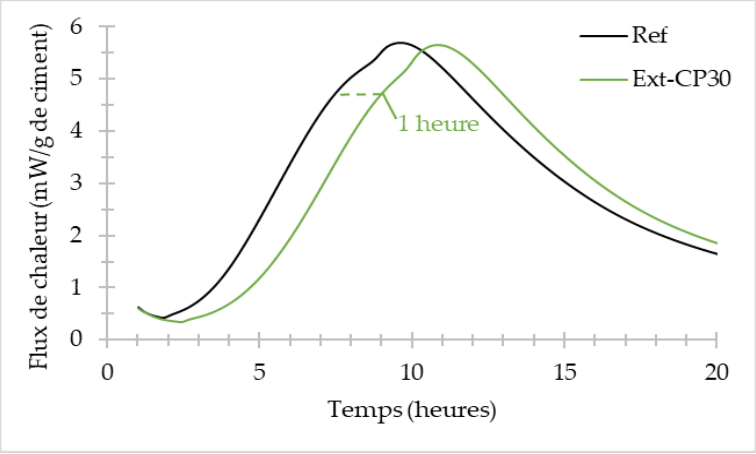


Figure 5. Evolution de l'hydratation des pâtes de ciment.

La Figure 5 montre l'évolution de l'hydratation de la pâte de ciment de référence, et de la pâte de ciment fabriquée avec la solution d'extractibles du composite broyé (CP30). Il est constaté que, malgré que le flux total de chaleur reste inchangé, les extractibles du composite broyé entraînent un retard significatif dans le temps de prise du ciment. Cela montre que la résine contenue dans le composite broyé peut affecter l'hydratation du ciment à court terme. Cependant, les conséquences de ces extractibles sur les performances mécaniques à long terme doivent être explorées davantage.

Des phénomènes similaires ont été observés dans la littérature des bétons biosourcés (Delannoy et al., 2020; Diquélou et al., 2016; Nalet and Nonat, 2016; Xu et al., 2024). Les lixiviats organiques tels que les polysaccharides, les dérivés de saccharides ou les composés phénoliques ont un impact sur l'hydratation du ciment, retardant surtout le temps de prise. Delannoy et al., (2019); Diquélou et al., (2016, 2015) démontrent que les effets négatifs sur l'hydratation du ciment affectent considérablement les propriétés mécaniques des bétons.

IV. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Ce projet a étudié la valorisation des composites renforcés de fibres de verre en tant que remplacement partiel du ciment. Les valeurs de résistance à la compression à 7, 28 et 91 jours des deux séries de mortiers dans lesquels le ciment est partiellement remplacé par de la poudre de

verre (20 % de verre) et par la poudre composite (20 % de verre + 10 % de résine) montrent que la poudre de composite de fibres de verre est moins efficace pour améliorer la résistance à la compression que la poudre de verre.

L'essai Chapelle nous a permis de constater que les deux poudres présentent une activité pouzzolanique quasi similaire. Ainsi, la moindre efficacité de la poudre de composite renforcés par des fibres de verre dans l'amélioration de la résistance mécanique peut être attribuée à la présence de résine.

Les fractures fraîches des mortiers contenant le composite montrent que la résine crée des mauvaises interfaces, dû à la dégradation chimique de celle-ci en milieu alcalin. De plus, ce phénomène libère des extractibles organiques en solution, qui affectent l'hydratation du ciment, ce qui se manifeste dans les premières heures d'hydratation par un retard dans le temps de prise.

Ce projet développe une nouvelle voie de valorisation des déchets de composites renforcés de fibres de verre issus de différentes industries telles que le transport, l'éolien et le sport. Il permet également de réduire la quantité de ciment utilisée, réduisant ainsi l'empreinte carbone de l'industrie du ciment.

REFERENCES

Ahmed, N., 2023. Utilizing plastic waste in the building and construction industry: A pathway towards the circular economy. Construction and Building Materials 383, 131311. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.131311

ASTM, 2024. ASTM C109/C109M-23 Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 50 mm [2 in.] Cube Specimens).

Baturkin, D., Hisseine, O.A., Masmoudi, R., Tagnit-Hamou, A., Massicotte, L., 2021. Valorization of recycled FRP materials from wind turbine blades in concrete. Resources, Conservation and Recycling 174, 105807. https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2021.105807

Benmokrane, B., Ali, A.H., Mohamed, H.M., ElSafty, A., Manalo, A., 2017. Laboratory assessment and durability performance of vinyl-ester, polyester, and epoxy glass-FRP bars for concrete structures. Composites Part B: Engineering 114, 163–174. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.02.002

Bessaies-Bey, H., Massoussi, N., Mulik, S., Baumann, R., Schmitz, M., Radler, M., Gelardi, G., Flatt, R.J., Roussel, N., 2021. Polycarboxylate ester adsorption on cement grains: Influence of polydispersity. Cement and Concrete Research 143, 106383. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106383

Chen, C.H., Huang, R., Wu, J.K., Yang, C.C., 2006. Waste E-glass particles used in cementitious mixtures. Cement and Concrete Research 36, 449–456. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.12.010

Chen, H., Qin, R., Chow, C.L., Lau, D., 2022. Recycling thermoset plastic waste for manufacturing green cement mortar. Cement and Concrete Composites 104922. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2022.104922

Delannoy, G., Marceau, S., Glé, P., Gourlay, E., Guéguen-Minerbe, M., Diafi, D., Amziane, S., Farcas, F., 2020. Impact of hemp shiv extractives on hydration of Portland cement. Construction and Building Materials 244, 118300. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118300

Delannoy, G., Marceau, S., Glé, P., Gourlay, E., Guéguen-Minerbe, M., Diafi, D., Nour, I., Amziane, S., Farcas, F., 2019. Influence of binder on the multiscale properties of hemp concretes. European Journal of Environmental and Civil Engineering 23, 609–625. https://doi.org/10.1080/19648189.2018.1457571

Diquélou, Y., Gourlay, E., Arnaud, L., Kurek, B., 2016. Influence of binder characteristics on the setting and hardening of hemp lightweight concrete. Construction and Building Materials 112, 506–517. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.138

Diquélou, Y., Gourlay, E., Arnaud, L., Kurek, B., 2015. Impact of hemp shiv on cement setting and hardening: Influence of the extracted components from the aggregates and study of the interfaces with the inorganic matrix. Cement and Concrete Composites 55, 112–121. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2014.09.004

EuCIA, 2024. Enabling circular composites starts with waste codes [WWW Document]. URL https://eucia.eu/knowledge-hub/position-papers/ (accessed 3.14.25).

Fonte, R., Xydis, G., 2021. Wind turbine blade recycling: An evaluation of the European market potential for recycled composite materials. Journal of Environmental Management 287, 112269. https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2021.112269

Fox, T.R., 2016. Recycling wind turbine blade composite material as aggregate in concrete (Master of Science). Iowa State University, Digital Repository, Ames. https://doi.org/10.31274/etd-180810-4761

France Energie Eolienne, 2022. Observatoire de l'éolien 2022.

Fu, B., Liu, K.C., Chen, J.F., Teng, J.G., 2021. Concrete reinforced with macro fibres recycled from waste GFRP. Construction and Building Materials 310, 125063. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125063

Gennitsaris, S., Sagani, A., Sofianopoulou, S., Dedoussis, V., 2023. Integrated LCA and DEA approach for circular economy-driven performance evaluation of wind turbine end-of-life treatment options. Applied Energy 339, 120951. https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2023.120951

Hosokawa Alpine Group, n.d. AFG [WWW Document]. Hosokawa Alpine. URL https://www.hosokawa-alpine.com/powder-particle-processing/machines/jet-mills/afg/ (accessed 3.25.24).

Li, X., Snellings, R., Antoni, M., Alderete, N.M., Ben Haha, M., Bishnoi, S., Cizer, Ö., Cyr, M., De Weerdt, K., Dhandapani, Y., Duchesne, J., Haufe, J., Hooton, D., Juenger, M., Kamali-Bernard, S., Kramar, S., Marroccoli, M., Joseph, A.M., Parashar, A., Patapy, C., Provis, J.L., Sabio, S., Santhanam, M., Steger, L., Sui, T., Telesca, A., Vollpracht, A., Vargas, F., Walkley, B., Winnefeld, F., Ye, G., Zajac, M., Zhang, S., Scrivener, K.L., 2018. Reactivity tests for supplementary cementitious materials: RILEM TC 267-TRM phase 1. Mater Struct 51, 151. https://doi.org/10.1617/s11527-018-1269-x

Nalet, C., Nonat, A., 2016. Retarding effectiveness of hexitols on the hydration of the silicate phases of cement: Interaction with the aluminate and sulfate phases. Cement and Concrete Research 90, 137–143. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.09.018

Soliman, N.A., Tagnit-Hamou, A., 2016. Development of ultra-high-performance concrete using glass powder – Towards ecofriendly concrete. Construction and Building Materials 125, 600–612. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.08.073

Tangler, J., 2000. The Evolution of Rotor and Blade Design.

Tao, Y., Hadigheh, S.A., Wei, Y., 2023. Recycling of glass fibre reinforced polymer (GFRP) composite wastes in concrete: A critical review and cost benefit analysis. Structures 53, 1540–1556. https://doi.org/10.1016/j.istruc.2023.05.018

Thomas, M.D.A, Smith, D, Moffatt, E.G, Kasaniya, M, 2021. The Use of Ground Glass as a Pozzolan. SP 349, 752–761. https://doi.org/10.14359/51732786

Xu, W., Mance, D., d'Espinose de Lacaillerie, J.-B., Flatt, R.J., 2024. A sweet answer to how sucrose delays tricalcium silicate hydration. Cement and Concrete Research 181, 107531. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2024.107531

Yazdanbakhsh, A., Bank, L.C., Rieder, K.-A., Tian, Y., Chen, C., 2018. Concrete with discrete slender elements from mechanically recycled wind turbine blades. Resources, Conservation and Recycling 128, 11–21. https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2017.08.005

Zhang, W., Yu, H., Yin, B., Akbar, A., Liew, K.M., 2023. Sustainable transformation of end-of-life wind turbine blades: Advancing clean energy solutions in civil engineering through recycling and upcycling. Journal of Cleaner Production 426, 139184. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.139184

Optimisation de la formulation d'un béton autoplaçant destiné à la préfabrication des Produits Sur Mesure à base des granulats de sols excavés

Lara SAAD

Icam site de Nantes, 35 av. du Champ de Manœuvres, 44470 Carquefou, France

UMR 6183, GeM—Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique, Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS), École Centrale de Nantes, Nantes Université, 44600 Saint-Nazaire, France

RESUME La substitution des granulats naturels dans le béton par des matériaux alternatifs issus de déchets de construction est une approche prometteuse pour réduire l'impact environnemental de la construction. Les granulats issus des sols excavés restent encore peu explorés, contrairement aux granulats recyclés de béton, qui ont fait l'objet de nombreuses études. Cette étude explore l'incorporation des sables issus des déchets de sols excavés inertes dans un béton autoplaçant destiné à la préfabrication, tout en préservant ses propriétés rhéologiques et mécaniques, ainsi que sa durabilité. La méthodologie globale repose sur une approche mutli-échelle intégrant les différents niveaux : sable, pâte, mortier et béton. Une première étape consiste à caractériser la variabilité de plusieurs gisements de sables excavés et à évaluer leur impact sur les performances des mortiers de béton équivalent, en faisant varier les pourcentages de remplacement de sable. Ces résultats sont validés à l'échelle du béton. Une étude à l'échelle de la pâte a été réalisée pour étudier l'effet des fines de ces sables inférieur à 80 µm. Des corrélations sont établies entre les propriétés des sables, leur état de saturation, ainsi que les propriétés du mortier et celles du béton. Cette approche a permis de fixer des limites d'incorporation garantissant des performances robustes et conformes aux exigences de l'industrie de préfabrication.

Mots-clefs béton autoplaçant, sable de sol excavé, mortier de béton équivalent, préfabrication

I. INTRODUCTION

Le secteur du bâtiment et des travaux publics produit chaque année 224 Mt de déchets, constituant la principale source de déchets en France et faisant du pays le premier producteur de déchets de construction en Europe (Chiffres-clés déchets Édition 2023). L'excavation des sols génère une quantité considérable de déchets inertes, estimée à environ 150 Mt/an, tandis que la démolition de structures en béton représente environ 19 millions de tonnes par an.

D'autre part, la demande en granulats pour la production de béton représente 27% de la demande totale en France, estimée à 453 Mt/an, dont seuls 5,5% sont couverts par des granulats recyclés (Etude CERA, 2012). Un écart significatif dépend encore des matériaux vierges. Cet écart souligne l'importance d'intensifier l'utilisation de matériaux alternatifs dans le béton.

Les granulats, allant de 0,063 à 22 mm, représentent entre 60 et 75% du volume total du béton (SachinPrabhu et al., 2019). Il est crucial que les granulats soient propres, aient des propriétés

régulières et soient dépourvus de produits chimiques ou de contaminants qui pourraient affecter les propriétés rhéologiques, mécaniques et de durabilité du béton (A.M. Neville, 2011).

Selon (Oshodi et al., 2020), de nombreuses études de recherche ont été menées sur les granulats de béton recyclé (GBR) pour étudier leur impact d'incorporation dans le béton. Le nombre total de publications sur ce sujet a atteint environ 2500 en 2020 (Oshodi et al., 2020). Néanmoins, l'utilisation de sable recyclé dérivé de déchets de bâtiments démolis dans le béton reste très limitée, en raison de sa porosité intrinsèque, sa tendance à la formation de microfissures et sa teneur élevée en particules fines (Al-Bayati et al., 2016; Tam et al., 2007). Le projet national PN Recybéton (2012-2018) a contribué à l'évolution de la norme NF EN 206/CN publiée en 2022, qui a fixé des nouvelles limites pour l'utilisation de ces GBR. Malgré que l'incorporation des gravillons recyclés est autorisé jusqu'à 40% pour les bétons des classes d'exposition XC1 et XC2, le sable recyclé est limité à 10% (article NA.5.1.3 granulats).

Bien que de nombreuses études aient été menées sur les GBR, les granulats dérivés de sols excavés sont relativement peu explorés dans la littérature. Les recherches existantes se concentrent principalement sur le mortier ou le béton ordinaire et n'ont pas encore abordé leur utilisation dans le contexte du béton autoplaçant (BAP). Les sols excavés présentent une teneur élevée en fines (<80 μm), caractérisée notamment par la présence d'argile, cette présence peut varier largement, par exemple de 7% (Wu and Xiong, 2024) à 64% (Priyadharshini et al., 2017). La présence excessive des fines et de l'argile entraîne une forte absorption d'eau dans les sols, pouvant varier de 10 à 35% (Ghorbel and Nouali, 2022; Guan et al., 2023; Xiong et al., 2023), bien plus élevée que celle des granulats naturels. Xu and Huang ont montré que la séparation des fines par le tamisage améliorait les propriétés des granulats fins issus de sols excavés utilisés dans les mortiers, avec des performances optimales à 30 % de substitution, bien que la porosité et le retrait aient augmenté. Wu and Xiong, 2024 ont noté que le sol résiduel altéré de granite tamisé maintenait la maniabilité et la résistance dans les mortiers jusqu'à 30% de substitution. Guan et al., 2023 ont montré que l'utilisation de sols séchés à l'air et tamisés dans le béton mousse réduisait la maniabilité (15,79%) et la résistance à la compression (80,73%) lorsque la teneur en sol augmentait de 25 à 50%.

L'objectif de cette étude est d'explorer le potentiel de l'incorporation de sable d'excavation dans la formulation du béton autoplaçant destiné à l'industrie de la préfabrication. L'étude prend en considération différentes échelles telles que la pâte, le mortier et le béton. La méthode du mortier de béton équivalent est adoptée pour étudier l'effet de l'incorporation de sable d'excavation avec différents taux de remplacement sur les propriétés du mortier de béton autoplaçant. Ces résultats sont ensuite validés à l'échelle du béton, avec une étude complémentaire sur le comportement de la pâte en présence des fines des sables. Enfin, des essais de validation industrielle seront réalisés pour la production des éléments en préfabrication. Cette méthodologie permet de définir des limites d'incorporation adaptée aux propriétés distinctes des sables.

II. MATERIAUX ET METHODES

A. Matériaux et formulations

Le béton de référence est fabriqué à base d'un ciment Portland CEM I 52.5 R CE CPE NF (Lafarge, France) d'une masse volumique de 3,13 g/cm³ et d'une surface spécifique de 4815 cm²/g, complété

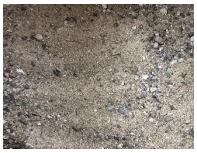
par un filler calcaire (FACO, France) d'une masse volumique de 2,7 g/cm³ et d'une surface spécifique de 4050 cm²/g. Les adjuvants comprennent un superplastifiant (MasterGlenium ACE 550) et un accélérateur de prise (MasterX-SEED 100), fournis par Master Builders Solutions, BASF France, pour répondre aux exigences du béton autoplaçant et de l'industrie de préfabrication. Cette formulation est basée sur des sables alluvionnaires naturels (SN) (0-4 mm) provenant de gisements du Pliocène dans la région des Pays de la Loire et des graviers de carrière SOCMA de classe 11/22 mm. Les rapports des paramètres clés de la formulation sont présentées dans le TABLEAU 1 (Rapport eau efficace sur ciment, eau efficace sur liant et gravillons sur sable).

TABLEAU 1. Formulation du béton de référence

	$E_{efficace}/C$	$E_{efficace}$/Liant	G/S
Paramètres clés	0,56	0,334	1,16

L'étude a porté sur quatre sables obtenus à partir de sols excavés (SSE) sur différents sites : Saint-Prouant, Le Boupère, Saint-Germain et La Tranche-sur-Mer (

(a) SSE-SP



(b) SSE-LT

(c) SSE-SG

(d) SSE-LB

FIGURE **1**). Ces sables ont été récupérés auprès de la société AlainTP, après avoir subi un traitement par immersion, centrifugation et sédimentation, afin de réduire les teneurs en argile et en chaux (Alain TP).

(a) SSE-SP

(b) SSE-LT

(c) SSE-SG

(d) SSE-LB

FIGURE 1. Gisements de sable de sols excavés – AlainTP

B. Plan expérimental

La première phase est consacrée à la détermination des propriétés des sables de sols excavés. Les essais réalisés comprennent plusieurs essais normalisés sur des granulats ou adaptés en fonction de la nature des granulats : granulométrie par tamisage (NF EN 933-1), masse volumique réelle et apparente (NF EN 1097-6 et NF EN 1097-3), absorption d'eau à 24 heures (NF EN 1097-6), qualification et nature des fines (NF EN 933-8 et NF EN 933-9) et teneur en chlorures, sulfates et alcalins solubles (NF EN 1744-1 et NF P18-544).

Considérant que l'étude se focalise sur la partie sable du béton, la méthode de mortier de béton équivalent (MBE) (A. Schwartzentruber et C. Catherine) a été adopté afin d'étudier l'effet de l'incorporation de différents pourcentages de sables sur les propriétés rhéologiques du mortier tel que l'étalement, ainsi que les propriétés mécaniques, comme la résistance à la compression et de flexion. Le calcul des MBE implique le remplacement des gravillons (diamètre supérieur à 4 mm) par du sable ayant une surface spécifique équivalente à celle des gravillons.

21 mélanges granulaires de différentes propriétés sont obtenus en variant les pourcentages de remplacement volumique de sable : 10, 30, 50, 75 et 100% afin d'étudier leur effet sur les propriétés du mortier (M-SSE-Y-X%) où Y est la référence du sable (SP, LT, SG, LB) et X le taux de remplacement. Les sables sont introduits à l'état sec. L'eau totale ajoutée a été ajustée en fonction de l'absorption d'eau des différents sables afin de maintenir un rapport $E_{efficace}/C$ fixe. A la suite de cette étude expérimentale, des modèles statistiques ont été élaborés pour tenir compte de l'impact des propriétés du sable, et de son pourcentage sur l'étalement du mortier à l'état frais, ainsi que sur sa résistance à la flexion et à la compression à l'état durci. Cette étude est réalisée en utilisant le langage R dans le logiciel R Studio (version 4.3.2, 2023), en employant la fonction de modèle de régression linéaire, par la méthode de moindre carrée ordinaire. Ces modèles visent à prédire les propriétés du mortier à partir des propriétés du sable et son état hydrique.

Une validation des résultats obtenus à l'échelle du mortier a été menée à l'échelle du béton. Huit formulations de béton à base de SSE ont été choisies en tenant compte de la variation de l'étalement observée pour le mortier et les quatre gisements de sable, en plus de la formulation de référence. Les propriétés rhéologiques et mécaniques de ces formulations ont été évaluées aussi. Pour établir les corrélations entre l'étalement du BAP et celui de son MBE, des tests de compacité ont été réalisés selon la méthode LCPC N°61 (De Larrard et al., 2004), permettant de calculer le volume et l'épaisseur de la pâte en excès selon méthode proposée par Kabagire et al. (2015) et, en appliquant respectivement les équations suivantes :

$$\gamma = \frac{\rho_{app}}{\rho_{granulats}}, \quad (1)$$

$$V_{CP} = Volume_{granulats>80\ microns} \times (1-\gamma) \quad (2)$$

$$V_{EP} = Volume_{pâte} - V_{CP} \quad (3)$$

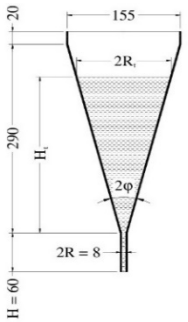
$$T_{EP} = \frac{V_{EP}}{CSSA_{>80\ \mu m}} \quad (4)$$

avec $\rho_{granulats}$ la masse volumique de la totalité des granulats (i.e. sable « S » et gravillons « G ») calculée à partir de la valeur de S/(S + G) les volumes de pâte compacte (V_{CP}) et le volume de pâte en excès (V_{EP}), ensuite l'épaisseur de la pâte en excès (T_{EP}) la surface spécifique calculée des particules solides (Sable + Gravillons) d'un diamètre supérieur à 80 µm ($CSSA_{>80\ \mu m}$).

Les modèles statistiques établis entre les propriétés du mortier et du béton ont permis d'établir des relations directes entre les propriétés différentes des SSE et celle du béton directement. Des limites de pourcentage d'incorporation ont été fixées pour garantir des performances mécaniques robustes et conformes aux exigences de l'industrie de la préfabrication.

Afin d'assurer des propriétés rhéologiques autoplaçantes à l'échelle du béton (étalement, ségrégation statique et dynamique, évaluées respectivement par les essais L-box et stabilité au tamis), une étude a été réalisée à l'échelle de la pâte. Cette démarche tient compte de l'état de saturation naturel des sables ainsi que de l'influence marquée des fines, en particulier celles à caractère argileux, sur la demande en adjuvants. Les particules de sables inférieur à 80 microns ont été intégrées avec la pâte formée du ciment, filler calcaire et superplastifiant. Pour cette phase, la demande en eau de la pâte et les fines des sables a été étudié par l'essai de consistance normalisée suivant la norme NF EN 196-3 (FIGURE 2(a)). Ainsi, le temps d'écoulement au cône de Marsh a été

évalué (De LARRARD et al.), et la teneur en adjuvants a été ajustée afin d'avoir un écoulement similaire de celle de la pâte de référence. Les dimensions du cône de Marsh utilisées sont présentées dans la FIGURE 2**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**(b), (Nguyen, 2007).



(a) Essai de consistance normalisée **(b)** Dimensions en mm du cône de Marsh (Nguyen, 2007)

FIGURE 2. Essais réalisés à l'échelle de la pâte

III. RESULTATS ET DISCUSSION

A. Propriétés des gisements de sable

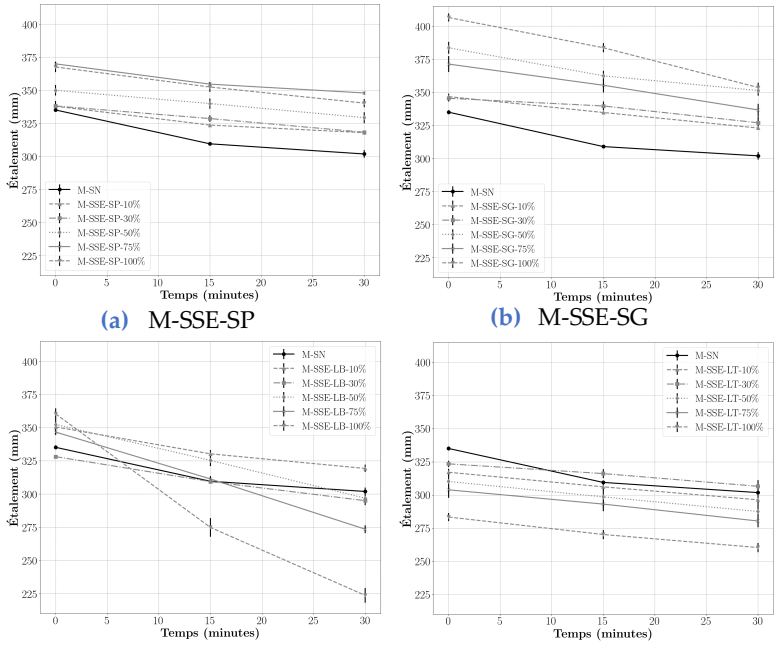
Les résultats de caractérisation des gisements de SSE ont montré une variation sur leurs propriétés (Saad et al., 2025). Le test au bleu de méthylène (NF EN 933-9) a révélé la nature argileuse des sables SSE-LB, SSE-SG et SSE-SP, avec des valeurs respectives de 1,77, 1,12 et 1 mg/g, nettement supérieures à celle du sable naturel (0-4). Le sable SSE-LT a présenté une valeur de 0,52 mg/g proche de celle du sable naturel. Les absorptions d'eau à 24h (NF EN 1097-6) confirment cette tendance : 10,9%, 6,22% et 5,49% pour SSE-LB, SSE-SG et SSE-SP, contre 1,31% pour SSE-LT, également proche du sable naturel (0,4%). Une corrélation a été établie entre la valeur au bleu de méthylène et l'absorption d'eau, avec une précision prédictive atteignant 99%.

B. Comportement des mortiers à base des SSE

La variation de l'étalement des mortiers en fonction du taux de remplacement diffère selon la nature des sables étudiés (FIGURE 3). Avec les sables SSE-SG et SSE-SP, l'augmentation du taux de remplacement entraîne une augmentation de l'étalement. Ces sables, ayant une absorption d'eau de 6,22% et 5,49% respectivement, nécessitent un ajustement significatif de l'eau ajoutée lors du malaxage. Pour le sable SSE-LB, on observe que l'augmentation du taux de remplacement entraîne une diminution de l'étalement avec le temps. Par exemple, à l'issue du malaxage, les mélanges avec des taux de substitution élevés (75% et 100%) présentent un étalement initial supérieur à celui du mortier de référence. Cependant, cette tendance s'inverse rapidement : après 30 minutes, ces mélanges affichent une réduction significative de leur étalement par rapport à leur valeur initiale, avec une diminution d'environ 20% pour un taux de substitution de 75% et jusqu'à 40% pour un taux de 100%. Cette réduction est beaucoup plus marquée que celle observée pour les taux de substitution faibles. Ce phénomène est attribué à la teneur élevée en fines (6,84%) et à leur nature argileuse, caractérisée par une valeur au bleu de 1,77 mg/g, ainsi qu'à leur forte capacité d'absorption d'eau (10,9%). Ces propriétés amplifient la perte d'étalement au fil du temps, en

particulier pour les substitutions élevées, rendant les mélanges progressivement moins fluides. Les M-SSE-LT-X % présentent des étalements plus faibles que le M-SN, et cette diminution s'accentue avec l'augmentation du taux de remplacement. Le sable SSE-LT présente une absorption d'eau de 1,31%, impliquant ainsi un ajustement léger de l'eau totale de mélange.

Il est important de noter que ces résultats ont été obtenus avec des matériaux secs. L'eau d'ajout, censée compenser l'absorption, reste donc partiellement disponible dans la pâte, ce qui peut expliquer l'augmentation initiale de l'étalement. Cet effet pourrait ne pas se reproduire avec des sables à teneur en eau naturelle, car une partie de l'eau serait déjà piégée dans les grains. Ce paramètre sera pris en compte lors de la validation en conditions industrielles.



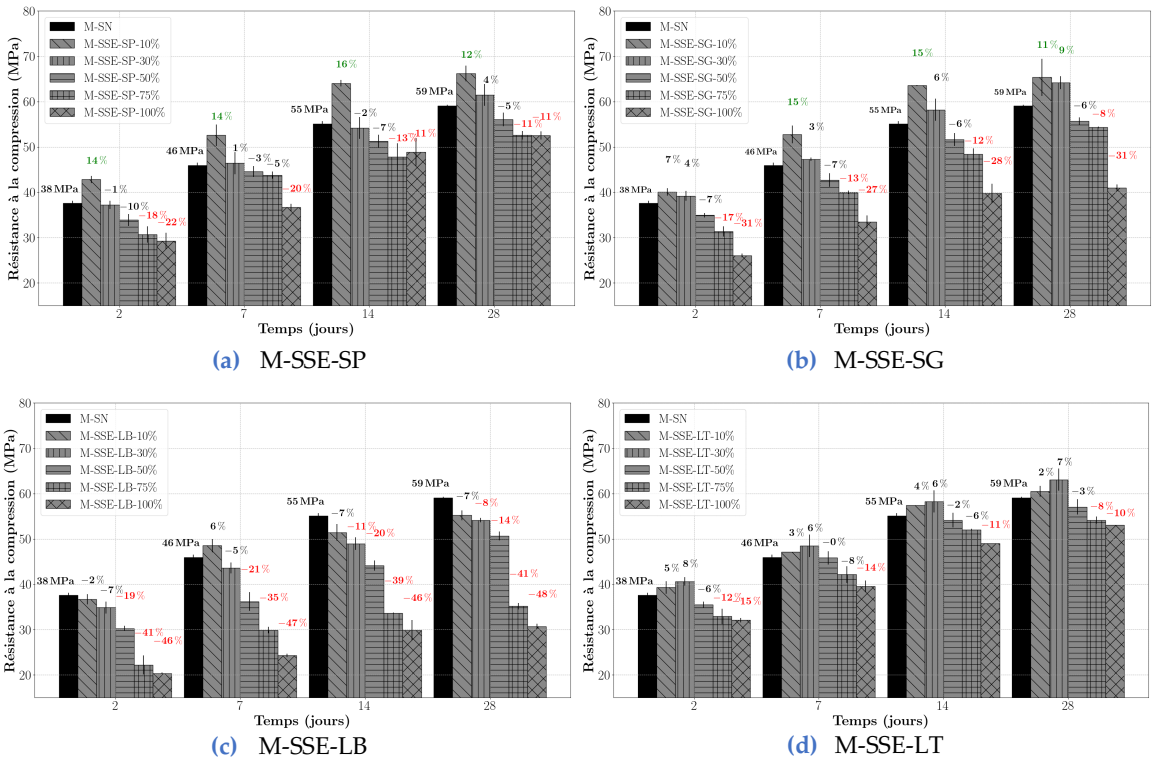
(a) M-SSE-SP **(b)** M-SSE-SG

(c) M-SSE-LB **(d)** M-SSE-LT

FIGURE 3. Variation de l'étalement en fonction du temps pour les 21 mélanges MBE

La FIGURE 4 illustre l'évolution de la résistance à la compression des MBE en fonction des taux de substitution des SSE. Un code couleur met en évidence, en rouge, les variations supérieurs à 4 MPa, seuil considéré comme significatif au regard de la variabilité expérimentale (écarts types observés).

La résistance à la compression du M-SSE-LB-10% reste comparable à celle du mortier de référence. Une tendance similaire est observée pour le M-SSE-LB-30%, avec une diminution légèrement plus marquée à 14 et 28 jours. Au-delà de 30 % de substitution (50, 75 et 100%), la résistance diminue progressivement, avec une perte maximale de 46 ± 2 % pour 100 % de substitution, observée à 2, 7, 14 et 28 jours. À l'inverse, Le M-SSE-SP-10% présente une augmentation de la résistance à la compression dès 48 heures (+14%) par rapport au M-SN et cette amélioration se maintient avec le temps. Les résistances du M-SSE-SP-30% restent équivalentes à celles du M-SN, tandis qu'un remplacement à 50% entraîne une réduction acceptable. En revanche, des taux de 75% et 100% conduisent à une diminution de 20 ± 2% à 2 jours. Les mortiers M-SSE-SG présentent des tendances similaires à celles des M-SSE-SP. Un remplacement jusqu'à 30% de SSE-LT génère une augmentation de la résistance de 7 ± 1% par rapport au M-SN, tandis qu'un remplacement à 50% reste similaire et qu'à 75%, une légère diminution est observée mais reste acceptable.



(a) M-SSE-SP (b) M-SSE-SG

(c) M-SSE-LB (d) M-SSE-LT

FIGURE 4. Variation de l'étalement en fonction du temps pour les 21 mélanges MBE

Pour approfondir notre compréhension des facteurs influençant l'étalement du mortier (SF), une analyse statistique a été réalisée à l'aide du langage R dans l'environnement R Studio. Cette analyse a modélisé l'étalement du mortier en fonction de plusieurs variables par régression linéaire (Eq. 5) : le temps « T » (0, 15 et 30 minutes), le pourcentage des fines « %F » (NF EN 933-1), la porosité intergranulaire « PI » (NF EN 1097-3) et le rapport d'eau totale ajoutée sur l'eau efficace « $\frac{E_{ajoutée}}{E_{effiace}}$ ».

$$SF_{mortier} = 954{,}52 - 1{,}17 \times T - 40{,}77 \times \%F - 1564{,}81 \times PI + 126{,}64 \times \frac{E_{ajoutée}}{E_{effiace}} \quad (5)$$

La diminution de l'étalement avec le temps reflète une perte de fluidité due à l'absorption d'eau par les fines et à la thixotropie, en l'absence de remalaxage au fil du temps. Une porosité intergranulaire plus élevée réduit également l'étalement, car davantage de pâte est mobilisée pour combler les vides, limitant celle disponible pour fluidifier le mortier. Enfin, le coefficient positif du ratio $\frac{E_{ajoutée}}{E_{effiace}}$ confirme que l'ajout d'eau augmente l'étalement.

Le modèle développé à partir de cette analyse (FIGURE 5(a)) a montré une corrélation significative entre ces variables et l'étalement du mortier, avec un coefficient de détermination (R^2) de 82%. Les résultats de l'analyse statistique ont indiqué des valeurs de p très significatives, notamment pour le modèle global, où p = 2,2e-16, bien inférieure au seuil de 0,05. L'erreur standard résiduelle du modèle, de 13 mm, est proche de l'écart-type maximal des valeurs expérimentales (10 mm), ce qui valide l'efficacité et la fiabilité du modèle développé.

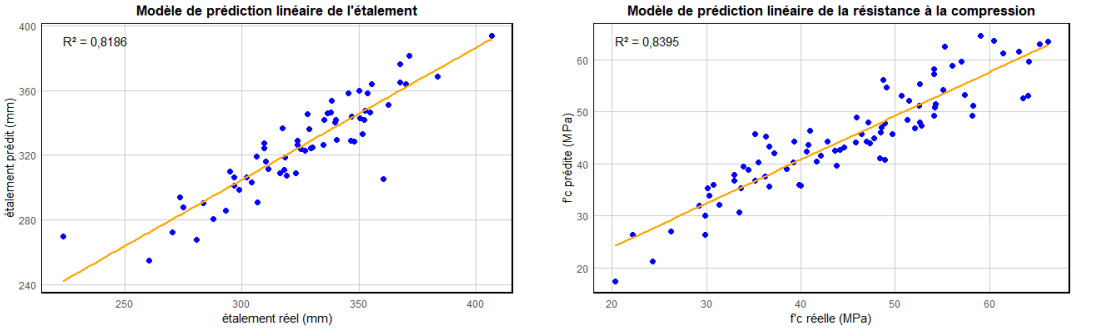
En parallèle, une analyse statistique est menée à l'état durci pour modéliser la résistance à la compression du mortier en fonction de plusieurs variables (Eq. 6) : le temps (2, 7, 14 et 28 jours), la

masse volumique apparente « ρ_{app} » (NF EN 1097-6), la porosité intergranulaire, ainsi que la valeur au bleu de méthylène.

$$f'c_{mortier} = 49{,}4 + 0.74 \times T + 0{,}02 \times \rho_{app} - 109{,}6 \times PI - 22{,}72 \times VB \quad (6)$$

Le modèle présenté dans la FIGURE 5(b) a un R^2 de 84%. La p-value est inférieure à 2,2e-16. L'erreur standard résiduelle entre les valeurs observées et celles prédites par le modèle est de 4,5 MPa. Ces résultats confirment que la porosité intergranulaire et la teneur en argiles sont des facteurs pénalisants pour la résistance mécanique, tandis que la masse volumique et le temps de cure y contribuent positivement.

Ces modèles permettent d'identifier les propriétés des sables impactant les propriétés du mortier à l'état frais et durci. Toutefois, ils restent valides dans les plages de caractéristiques des sables étudiés, et une variabilité plus large des propriétés serait nécessaire pour renforcer leur robustesse.

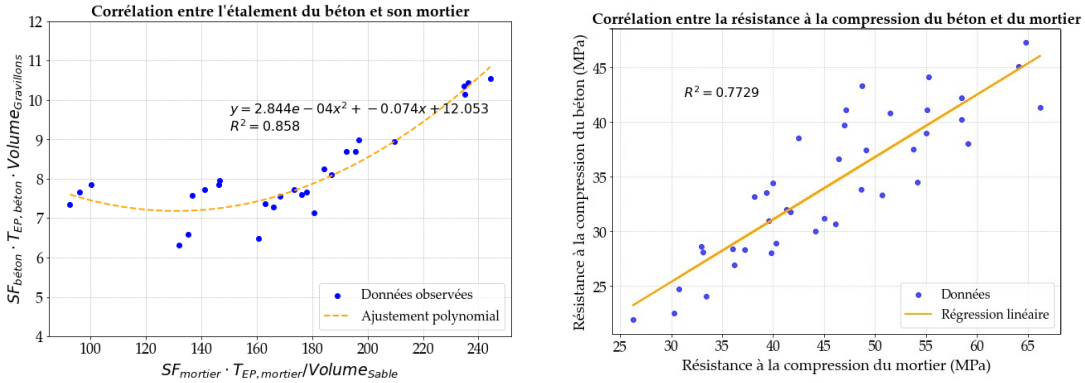


(a) Modèle prédictif - Etalement **(b)** Modèle prédictif - Résistance à la compression

FIGURE 5. Modèle de régression linéaire de l'étalement et de la résistance à la compression des différents mélanges de mortiers

C. *Validation à l'échelle du béton*

La FIGURE 6(a) présente une bonne corrélation entre l'étalement du mortier et du béton avec un R^2 de 85,8% après la prise en considération de l'épaisseur de la pâte en excès.



(a) Etalement **(b)** Résistance à la compression

FIGURE 6. Relation entre les propriétés du BAP et de son MBE

La corrélation entre la résistance à la compression du béton et celle du mortier a été établie (FIGURE 6(b)). Les résultats montrent une relation linéaire décrite par l'équation de régression f'c (béton) =

$0{,}744 \times f'c(\text{mortier})$ et un R^2 =77%. L'analyse des erreurs indique une erreur moyenne de 3,65 MPa, cette erreur est jugée acceptable puisqu'elle reste inférieure à 4 MPa (EN NF 206+A2).

Après l'établissement de ces corrélations, il a été montré qu'un remplacement à 100% par le SSE-LT, 50% SSE-SP et 50% SSE-SG, ainsi que 30% SSE-LB, pourrait fournir des résistances à la compression respectant le cahier des charges des bétons de préfabrication. Ces résultats ont été validés expérimentalement sur le béton, confirmant ainsi leur applicabilité. Les essais réalisés à l'échelle de la pâte ont permis de déterminer la quantité d'adjuvant nécessaire pour obtenir des propriétés rhéologiques adaptées aux bétons autoplaçants. Des ajustements ont été réalisés afin d'optimiser la formulation.

IV. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Cette étude a démontré que la substitution partielle ou totale de sable naturel par des sables de sols excavés dans la formulation de bétons autoplaçants est une solution prometteuse pour réduire l'impact environnemental de la construction, tout en s'adaptant aux propriétés spécifiques du sable utilisé pour maintenir des performances mécaniques et rhéologiques conformes aux exigences de l'industrie :

- Les sables issus des sols excavés ont montré une variabilité significative dans leurs propriétés.
- Cette variabilité est observée à l'échelle du mortier et du béton, où le comportement du béton diffère en fonction des gisements. Certains sables peuvent remplacer totalement le sable naturel, tandis que d'autres présentent des limites d'incorporation.
- La corrélation établie entre les propriétés des sables, des mortiers et des bétons permet de prédire efficacement les performances du matériau final.

En perspective, des vérifications à l'échelle du chantier seront effectuées pour évaluer la faisabilité des procédés dans des conditions réelles. Des pièces en béton seront produites dans des conditions de chantier habituelles et soumises aux différentes étapes de fabrication, notamment le retournement, le transport, le levage et le montage sur le chantier, afin de valider leur performance et leur conformité aux exigences techniques. Parallèlement, une étude de durabilité sera menée sur les formulations de béton en adoptant une approche performantielle (Gilles ESCADEILLAS et al., 2023). Plusieurs essais seront réalisés pour analyser des paramètres spécifiques tels que la carbonatation (EN V2), la porosité et l'absorption capillaire (NF P18-459 et NF EN 13057), la perméabilité aux gaz (XP P18-463) et le coefficient de migration des chlorures (XP P18-462 et EN 12390-18).

Par ailleurs, il serait intéressant d'appliquer la méthodologie sur d'autres gisements de sables excavés afin d'élargir la gamme des matériaux utilisables dans la formulation des bétons autoplaçants. L'analyse de la variabilité d'autres gisements de sables de sols excavés permettra de renforcer les modèles de prédiction et de capitaliser sur ces données pour développer et appliquer des modèles basés sur l'intelligence artificielle. Par ailleurs, l'utilisation des gravillons issus de sols excavés pourrait ouvrir ainsi de nouvelles opportunités pour valoriser ces matériaux.

REFERENCES

A M Neville, 2011. Properties of Concrete. Pearson (October 28, 2011) © 2012.

A Schwartzentruberet, C Catherine, n.d. La méthode du mortier de béton équivalent (MBE) - Un nouvel outil d'aide à la formulation des bétons adjuvantés. Materials and Structures.

Al-Bayati, H.K.A., Das, P.K., Tighe, S.L., Baaj, H., 2016. Evaluation of various treatment methods for enhancing the physical and morphological properties of coarse recycled concrete aggregate. Construction and Building Materials 112, 284–298. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.176

Chiffres-clés déchets Édition 2023 - L'infographie [WWW Document], n.d. . La librairie ADEME. URL https://librairie.ademe.fr/dechets-economie-circulaire/6546-chiffres-cles-dechets-edition-2023-l-infographie.html

de LARRARD, F., Bosc, F., Catherine, C., Deflorenne, F., n.d. La nouvelle méthode des coulis de l'AFREM pour la formulation des bétons à hautes performances.

Ghorbel, E., Nouali, M., 2022. Characterization of tunnel excavated earth-based mortars for rammed earth repair. E3S Web Conf. 353, 01001. https://doi.org/10.1051/e3sconf/202235301001

Gilles ESCADEILLAS, Didier BRAZILLIER, François CUSSIGH, 2023. Approche performantielle de la durabilité des ouvrages en béton, EYROLLES. ed.

Guan, L., Chen, Y., Ye, W., Wu, D., Deng, Y., 2023. Foamed concrete utilizing excavated soil and fly ash for urban underground space backfilling: Physical properties, mechanical properties, and microstructure. Tunnelling and Underground Space Technology 134, 104995. https://doi.org/10.1016/j.tust.2023.104995

Kabagire, D., Diederich, P., Yahia, A., 2015. New insight into the equivalent concrete mortar approach for self-consolidating concrete. Journal of Sustainable Cement-Based Materials 4, 215–224. https://doi.org/10.1080/21650373.2015.1018983

Nguyen, V.H., 2007. Influence du comportement rhéologique des coulis cimentaires sur leur écoulement au cône de Marsh.

Oshodi, O.S., Awuzie, B.O., Akotia, J., Ademiloye, A.S., Ngowi, A., 2020. A bibliometric analysis of recycled concrete research (1978–2019). BEPAM 10, 725–736. https://doi.org/10.1108/BEPAM-01-2020-0009

Priyadharshini, P., Ramamurthy, K., Robinson, R.G., 2017. Excavated soil waste as fine aggregate in fly ash based geopolymer mortar. Applied Clay Science 146, 81–91. https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.05.038

Saad, L., Nouri, M., Tahlaiti, M., Khelidj, A., Fruchet, J., Suraneni, P., 2025. Analysis of the Influence of Excavated Soil Sand Characteristics on the Rheological and Mechanical Properties of Hydraulic Mortars. Buildings 15, 353. https://doi.org/10.3390/buildings15030353

SachinPrabhu, P., Nishaant, H.A., Anand, T., 2019. Behaviour of Self-Compacting Concrete with Cement Replacement Materials.

Source étude CERA (Cellule économique de la région Rhône-Alpes) -, 2012.

Tam, V.W.Y., Tam, C.M., Wang, Y., 2007. Optimization on proportion for recycled aggregate in concrete using two-stage mixing approach. Construction and Building Materials 21, 1928–1939. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2006.05.040

Traitement des déchets et recyclage en Vendée | Alain TP [WWW Document], n.d. URL https://www.alaintp.fr/gestion-dechets-saint-prouant

Wu, B., Xiong, Y., 2024. Influence of sandstone sand manufactured by excavated waste on properties of cement mortar. Case Studies in Construction Materials 20, e02777. https://doi.org/10.1016/j.cscm.2023.e02777

Xiong, W., Zhu, H., Xu, J., Ma, J., Luo, C., 2023. Experimental investigation on physical and mechanical properties of excavated soil- and fine recycled concrete aggregate-based unfired clay bricks containing compound additives. Case Studies in Construction Materials 18, e02057. https://doi.org/10.1016/j.cscm.2023.e02057

Xu, R., Huang, T., 2024. Comparison of the Use of Excavated Soil Recycled Fine Aggregate as a Substitute for River Sand in Mortar Mixing. Buildings 14, 1917. https://doi.org/10.3390/buildings14071917

Biofouling on cementitious materials: Durability challenges across different exposure zones in marine environments

Deeksha Margapuram[1,2]

1. *LMDC, Université de Toulouse, UPS, INSA, 135 avenue de Rangueil, 31077, Toulouse Cedex 4, France*
2. *LMGC, IMT Mines Alès, University of Montpellier, CNRS, 30100 Alès, France*

RESUME

Investigating the durability aspect associated to biofouling on cementitious systems in marine environments is crucial. The presence of micro- and macro-organisms in seawater creates favourable conditions for the colonization of different cementitious systems, further complicating their performance over time. Therefore, this study investigates the influence of biofouling on plain concrete and reinforced concrete (RC) using CEM I and CEM V cement types in submerged and tidal exposure zones of a marine environment, Banyuls-sur-mer, France. Irrespective of the cement type, the microstructural analysis of submerged concrete revealed the development of biomineralized serpulid tubes on its surface. With respect to RC systems, both with and without galvanic anode cathodic protection (using aluminium anode) in the tidal zone, the half-cell potential (HCP), mixed potential, and protection current were continuously monitored upto 95 days. Furthermore, the effect of biofilm and water levels were assessed. The corrosion characteristics of embedded reinforcement in concrete were affected due to the physical barrier effect of biofilm (developed on concrete surface). This effect was observed in the average protection current of cathodic protected RC systems before and after biofilm removal. Building upon these findings creates synergy in developing ecologically durable cementitious systems that increase ecosystem functionality and strengthen infrastructure resilience.

Mots-clefs durability, biofouling, cathodic protection, marine environments, microstructure

I. INTRODUCTION

Nowadays, the expansion of marine infrastructure, particularly for renewable energy applications is largely relying on reinforced concrete (RC) as a construction material. For instance, given France's extensive coastline, offshore wind turbines (OWT) are gaining attention with projections indicating a power capacity of 18 GW by 2035 (France commits to big offshore wind volumes | WindEurope). To achieve this target, the size of the wind turbines are designed to broaden, while the service life of their support structures is expected to extend to at least 25 years (Mathern et al., 2021). However, achieving this service life may be challenging as the components (such as the support structures including floaters, seabed anchors, and so on) of OWT face several durability

challenges inherent to the marine environment. For example, floaters in the tidal exposure zone undergo repeated wetting and drying cycles, which significantly influence the durability of RC under such aggressive conditions. This often leads to initiation of corrosion of steel reinforcement in concrete. To mitigate this issue, cathodic protection (CP) for RC systems is a good solution, as investigated in this study. When CP is applied to steel in concrete, it can be implemented either using an impressed direct current system or a galvanic anode connected to the steel reinforcement. In the study, galvanic anode CP was investigated. For this type of CP, the more electronegative metals such as zinc, aluminum, and magnesium can be connected to steel reinforcement in concrete before or after initiation of corrosion (Chess, 2019). In principle, the electrochemical potential of steel in concrete shifts to protected potentials, thereby controlling corrosion. Furthermore, studies have been conducted on the influence of moisture, anode-to-cathode ratio, etc. on the performance of CP of steel reinforcement in concrete (Hassanein et al., 2002; Muehlenkamp et al., 2005; Qiao et al., 2016). But the influence of biofilm and water level on the effectiveness of galvanic anode CP is not documented, and this study addresses that gap.

Marine habitat in seawater (pH ~ 8) actively promote biofouling on immersed substrates through a natural process known as biofilm formation. This involves a series of biochemical steps, starting with adsorption of water and macromolecules, followed by colonization of bacteria, diatoms, and other microorganisms in the film/slime-like extracellular polymeric substances (EPS) (Qian et al., 2022). As immersion or exposure duration increases, complex and dynamic interactions within the micro- and macrobiota enable the development of macrofouling species, such as barnacles, mussels, polychaetes, calcareous macroalgae, and sponges, on the substrate. Previous studies have investigated biofouling on cementitious systems in marine environments (Bone et al., 2024; Hayek et al., 2020). However, research work in the submerged exposure depths and long-term duration with respect to concrete durability remains limited. Therefore, the originality of this research study lies in investigating biofouling-associated durability aspect using different binder systems for concrete-based OWT structures. The objective of this study is twofold; (i) understanding the interactions between biofouling, plain concrete systems of two cement types, and seawater, and (ii) evaluation of effectiveness of galvanic anode CP for RC systems in the presence of biofilm. This interdisciplinary approach entailing chemistry, engineering, and microbiology is not only complementary, but is essential in predicting the long-term longevity of OWT structures. In addition, given the limitations associated with investigation on full-scale engineered structures in marine environments, we have designed and adopted an experimental approach shown in Figure 1 to replicate the key components of OWT. Firstly, to address the support structures (such as floaters in floating OWT) in the tidal zone, we investigated RC systems with and without CP using galvanic aluminium anode by exposing RC in this exposure zone. Secondly, to replicate the seabed anchors and the cover concrete of submerged OWT parts, we immersed plain concrete at 27 m depth in seawater. In both the experimental setups, CEM I (portland cement) and CEM V (50 % portland cement, 25 % each of slag and fly ash) cement type-based concrete were prepared. These two cement types were selected due to their distinct chemical composition. As CEM V constitutes supplementary cementitious materials (SCMs), the study focused on investigating both biocolonization pattern and durability aspect in detail in this environment. Besides, there are very few in-situ studies investigating both aspects (Bone et al., 2022; Hayek et al., 2020). All the cementitious systems were exposed at the study site, Banyuls-sur-mer, France.

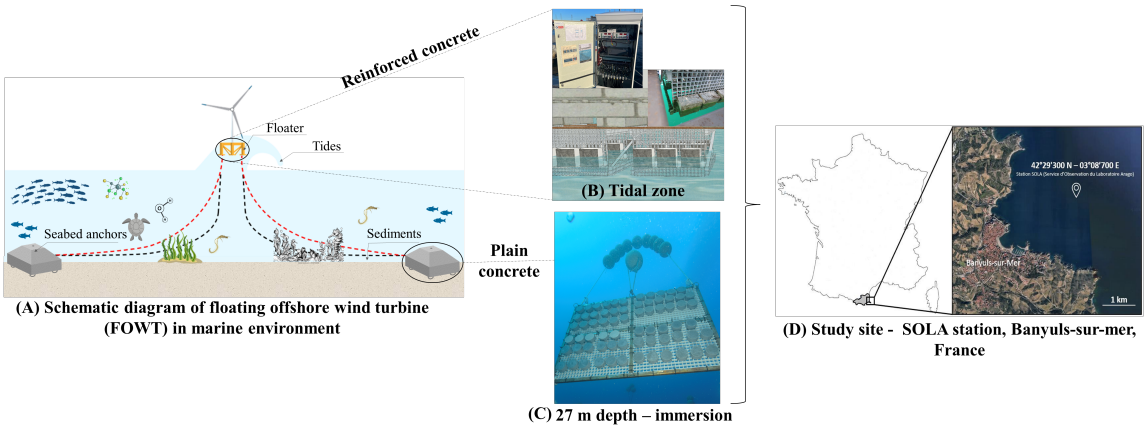


Figure 1. Two different experimental setups conducted on-site in Banyuls-sur-Mer, France (D): (B) the tidal exposure zone and (C) the submerged zone. The inset in (B) shows a photograph of grating panels with RC blocks under semi-immersed conditions.

II. INTERACTIONS BETWEEN PLAIN CONCRETE, BIOFOULING, AND SEAWATER IN THE SUBMERGED ZONE

The influence of micro- and macrofouling (known as biofouling) on plain concrete in marine environments is important to be evaluated at different exposure durations, including 1-, 3-, 18-, and 33- months. To fully understand the interactions between concrete, biofilm, and seawater, the findings presented in *Margapuram et al.* (Margapuram, 2024) reveal a detailed investigation over one- and three months exposure durations. Firstly, the microbial diversity in biofilms colonizing the concrete surfaces were analysed using environmental DNA analysis. The findings indicated that the bacterial colonization play a crucial role in biofilm formation, irrespective of cement type and exposure duration. Besides, eukaryotic colonization (or macrofouling) showed dynamic changes over time. The microbial diversity within three months exposure indicate that cement type does not play a decisive role in biofilm structuring. As a result, we infer that the short-term exposure provides a basis for long-term observations, wherein concrete is fully colonized by macrofouling organisms. At this stage, comparisons for concrete durability between two cement types is performed at microstructural scale. To facilitate this, the analytical techniques utilized in this investigation include scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS), electron probe microanalysis (EPMA), and X-ray diffraction (XRD). Note that the materials, methods, and the characterizations used in this experimental work is detailed in *Margapuram et. al.* (Margapuram, 2024). Further, the following sections are divided into two, based on the type of cement, (i) CEM I and (ii) CEM V concrete.

A. CEM I concrete

Upon immersing CEM I concrete in seawater, biofilm starts forming on its surface within days to weeks. Figure 2 shows the concrete-biofilm interactions, highlighting variations in the concrete's microstructure before and after immersion, along with their corresponding Ca- and Mg-elemental maps. A comparison between the elemental maps in the control and the one-month exposure

reveals a strikingly different feature in the latter, indicating Mg precipitation (seen as a single thick layer in yellow) beneath the calcium rich deposit. This is due to the reaction between magnesium ions in seawater and the pore solution (pH ~ 13.5) of cement paste (Bonen and Cohen, 1992). Furthermore, XRD studies confirmed the presence of brucite ($Mg(OH)_2$) in Mg-layer and polymorphs of calcium carbonate, namely, calcite and aragonite in the deposit after three months exposure (Buenfeld and Newman, 1986; Margapuram, 2024). As biofouling of concrete is a time-dependent process, after three months, the surfaces are colonized with juvenile and adult biomineral-based serpulid tubes. Furthermore, at eighteen months exposure, as shown in Figure 2D, concrete surfaces were densely colonized with serpulid tubes, including other species such as macroalgae (visible to naked eye). The chemical composition of these serpulid tubes seems to be consistent for 18 months (EPMA - CaO ~ 51.9%, MgO ~ 5.8%), hinting that the chemistry of these organisms is independent of concrete so far, and mostly depend on other conditions such as Mg/Ca ions in seawater, water temperature, and other generic factors (Bornhold and Milliman, 1973).

A comparison of Mg maps at three- and eighteen- months (shown in Figure 2) reveal that the Mg layer, which was thick after three months, appears to have become thinner and discontinuous (due to dissolution) over time. This observation suggests that brucite formation is temporary and, as a result, does not effectively protect the concrete matrix from the ingress of chloride and sulphate ions. However, it may be possible that the dense calcareous serpulid tubes that colonize concrete provide long-term protection against ion diffusion, thereby modifying the kinetics over time. Furthermore, the Ca maps at three months reveal a thick deposit. These deposits seem to have dissolved over time, leaving only the calcareous serpulid tubes discernible. Overall, the colonization of calcareous serpulid species does not seem to have any detrimental effects on the concrete microstructure. Consequently, this indicates that CEM I concrete until 18 months of exposure shows no evidence of any major degradation except calcium leaching.

B. CEM V concrete

As magnesium ions are the second most abundant cations in seawater, reaction between Ca-based cement hydrates in cements with low Ca/Si (here, CEM V cement) and Mg^{2+} ions occurs. However, the formation of different Mg-hydrates such as brucite, hydrotalcite, and magnesium silicate hydrate (M-S-H) depends on the exposure duration, environmental conditions, and composition of cement (Dewitte et al., 2024). Very few studies have reported the precipitation of Mg-based hydrates in real environments, including marine and lacustrine (Jakobsen et al., 2016; Rosenqvist et al., 2017).

Following the evolution of microstructure and chemical composition over time, Figure 3A and Figure 3B shows the EPMA findings of 18-month exposed concrete and its corresponding SEM observations in BSE mode. At this exposure duration, we see significant changes in the outermost millimeters (very close to the concrete surface) of the matrix just below the calcareous serpulid tubes. The microprobe findings are shown as a function of distance from the top surface of concrete and is divided into three zones based on the chemical compositional changes. In Zones 1 and 2, we do not observe high contents of MgO (~2 %). Note that at three months exposure, MgO constituted ~ 1.5 % (Margapuram, 2024) near the surface. However, in Zone 3, the average chemical composition of CaO is 11 %, while that of MgO and SiO_2 is ~25 % each. This clearly indicates leaching of portlandite between 16-151 μm, while an enrichment of Mg-phase. This Mg-

phase could possibly be magnesium-rich silica gel, like, M-S-H (Jakobsen et al., 2016). Besides, M-S-H is favored over brucite in CEM V concrete due to its low Ca/Si ratio (inclusion of supplementary cementitious materials such as slag and fly ash), and minimum portlandite content. The reduced portlandite content leads to a drop in pH (due to decreased buffering capacity), further destabilizing C-S-H and easing the formation of M-S-H (Rosenqvist et al., 2017). Over this long duration, kinetics has changed significantly despite the colonization of calcareous serpulid tubes on the surface. This indicates that the concrete matrix has undergone slight degradation due to magnesium-rich silica gel, which possesses lower cementing properties (Jakobsen et al., 2016). This observation underscores that the chemical composition of the cement type influences the evolution of eukaryotic communities (i.e. the serpulid tubes) and may have adverse long-term effects on concrete.

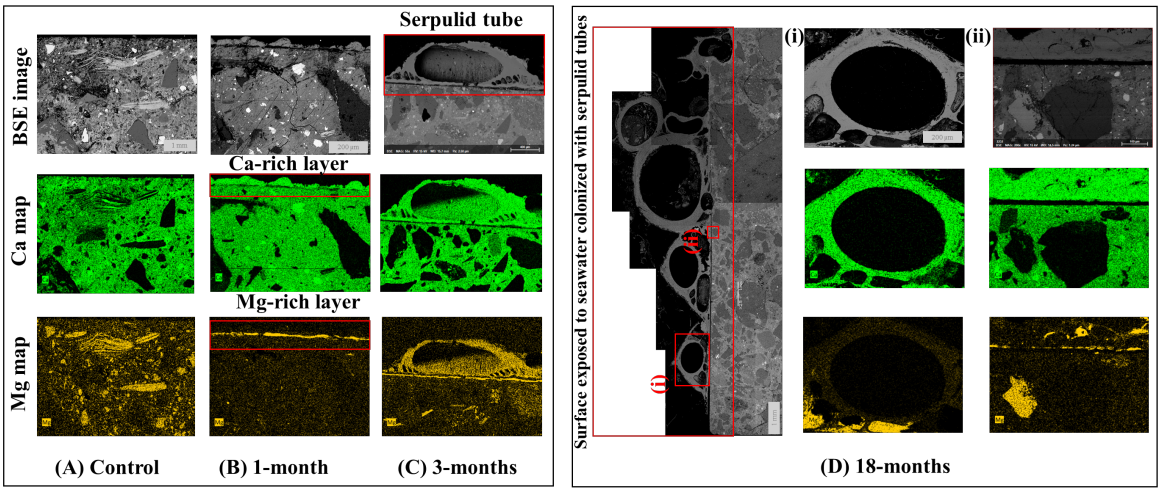


Figure 2. BSE (back scattered electron) images and corresponding Ca- and Mg- elemental maps of CEM I concrete surface submerged at 27 m depth at different exposure durations.

III. EVALUATION OF GALVANIC ANODE CP IN THE PRESENCE OF BIOFILM AND VARYING WATER LEVEL

The second objective of this study is to understand the influence of biofilm and water level on the corrosion characteristics of steel. The corrosion characteristics of steel in concrete for two cement types, both with and without cathodic protection was studied on-site (as shown in Figure 1B). Furthermore, Figure 4A shows the different components in the RC block and the assembly of steel reinforcement (diameter = 20 mm, length = 160 mm) in a grid pattern within a wooden box mold, while Figure 4B shows the photograph of a RC block having dimensions of (200 × 200 × 110) mm. To simulate marine conditions, the concrete cover was designed with a 50 mm thickness. And to ensure unidirectional ion flow into the concrete, all surfaces, except for the one exposed to biofilm formation, were coated with epoxy resin. A total of four RC blocks were prepared for the non-protected category, with two blocks for each cement type (CEM I and CEM V) and fixed to two different grating panels. For the protected category, six RC blocks were prepared, with three blocks for each cement type. All the grating panels along with the RC blocks were fixed under the harbour wharf. In addition, for galvanic CP, an external aluminium anode was placed in seawater at a depth of ~ 500 mm from the center of each grating panel (Margapuram et al., 2025).

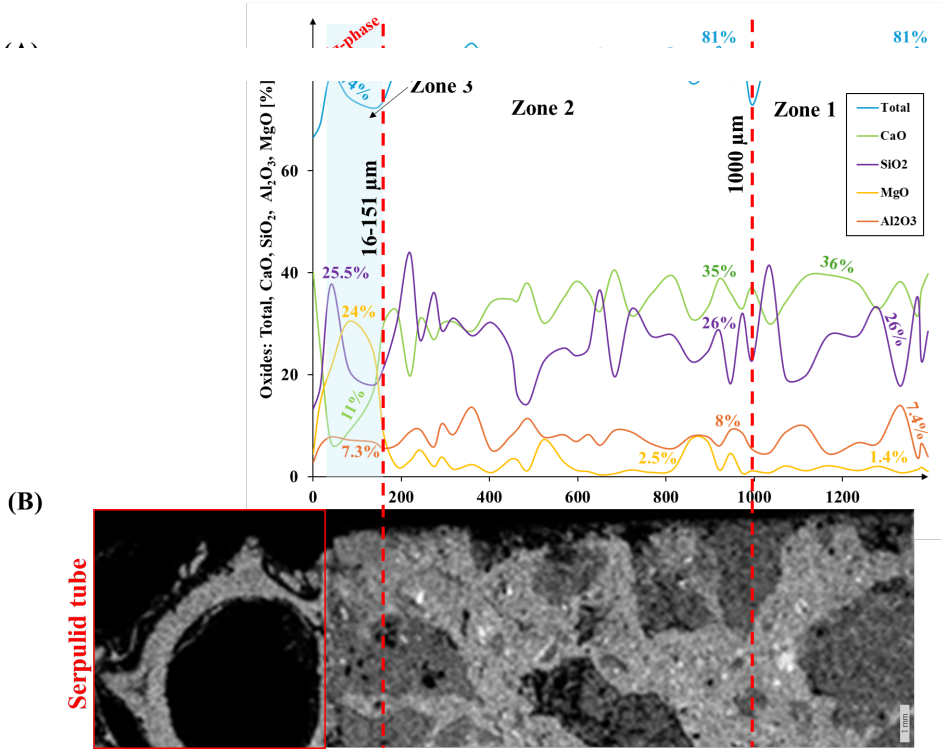


Figure 3. (A) Chemical composition profile of cement in CEM V concrete characterized using electron microprobe indicating the presence of M-S-H; and (B) Corresponding SEM observation of a polished section in BSE mode.

All the electrical connections were made to a keysight data acquisition system for recording electrochemical potential and current. The half-cell potential (HCP) was recorded for non-protected RC, while both protection current and mixed potential were recorded for galvanic CP systems continuously for every 15 minutes over 95 days. Here, protection current refers to the current supplied to steel reinforcement by the galvanic anode to mitigate corrosion by maintaining the steel at a more negative electrochemical potential. While mixed potential refers to the electrochemical potential recorded from both steel reinforcement and the galvanic anode versus the MnO_2 reference electrode. It is important to note that the electrochemical potential measured using MnO_2 reference electrode are presented on the saturated Copper/Copper Sulfate ($Cu/CuSO_4$) electrode scale to enable easier comparison with the available literature. An ultrasonic water level sensor measured the tidal heights, which were later converted to relative specimen height (in cm) to segregate the water level data and better understand its influence on corrosion characteristics under different conditions. The effectiveness of Al anode in CP for steel in concrete for two cement types is assessed with the electrochemical potential data. To note this, the initial potential of the reinforcement was monitored for 15 hours, and upon connection to Al anode across all RC blocks (CEM I: – 470 mV_{CSE} to –559 mV_{CSE} and CEM V: –230 mV_{CSE} to –330 mV_{CSE}). Polarization resulted in a shift towards a more negative potential across all RC, ranging between –580 mV_{CSE} to –780 mV_{CSE}, and indicating that the aluminum anode used in this study delivered effective CP.

To study biofilm aspects, electrochemical data with and without biofilm is required. To acquire data without biofilm, biofilm on RC blocks were removed with a sterile swab after 80 days. Electrochemical potential data, recorded 25 days before and after biofilm removal, was utilized to evaluate the corrosion characteristics of steel in concrete. Firstly, for non-protected RC blocks, **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** (top) shows that, irrespective of cement type and water level, the HCP exhibit increased stability and less variability in the absence of biofilm. This is obvious from the wider violins and the clustering of data points around the median. Secondly, with respect to varying water levels in the presence of biofilm, for instance, at higher water levels (> 15 cm), in CEM I, the variations in HCP are ~ –500 mV_{CSE} and –600 mV_{CSE}, while in CEM V, ~ –300 mV_{CSE} and –400 mV_{CSE}. This clearly shows that corrosion characteristics of steel are influenced by varying water levels. It could be attributed to the higher water saturation, with enhanced ionic conductivity and reduced oxygen availability (Liam et al., 1992). Moreover, the absence of biofilm on surfaces may allow oxygen diffusion, resulting in corrosion activities at the steel and, thus, stable HCPs. In contrast, the presence of biofilm may generate a potential gradient in oxygen concentration within the biofilm itself, while also influencing the concrete-biofilm interface (De Beer et al., 1994). For RC blocks with galvanic CP (as shown in Figure 5 (bottom)), the protection current increases in CEM I concrete without biofilm. In contrast, the effect in CEM V concrete is less pronounced when water levels are below 15 cm. This difference may be due to the higher concrete resistivity of CEM V concrete, which is 304 Ωm, compared to 150 Ωm in CEM I concrete. And in the absence of biofilm (as shown in Figure 5 (bottom)), the protection current in CEM V concrete is uniformly distributed within a specific range, whereas this uniformity is not observed in CEM I concrete. Finally, it is noteworthy that the biofilm does not interfere with the effectiveness of CP system with galvanic anode for RC structures (Margapuram et al., 2025). While the results from this study provide valuable insights, they are more suitable for interpreting the corrosion characteristics in a qualitative manner.

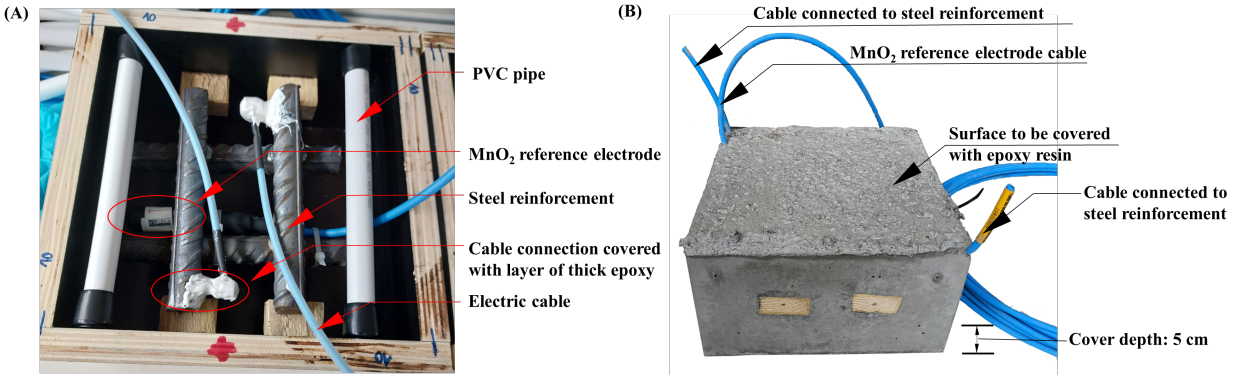


Figure 4. (A) Wooden formwork with different components in the RC block including a grid-shaped steel reinforcement and two PVC pipes on the opposite sides to suspend it on a grating panel and (B) Photograph of RC block.

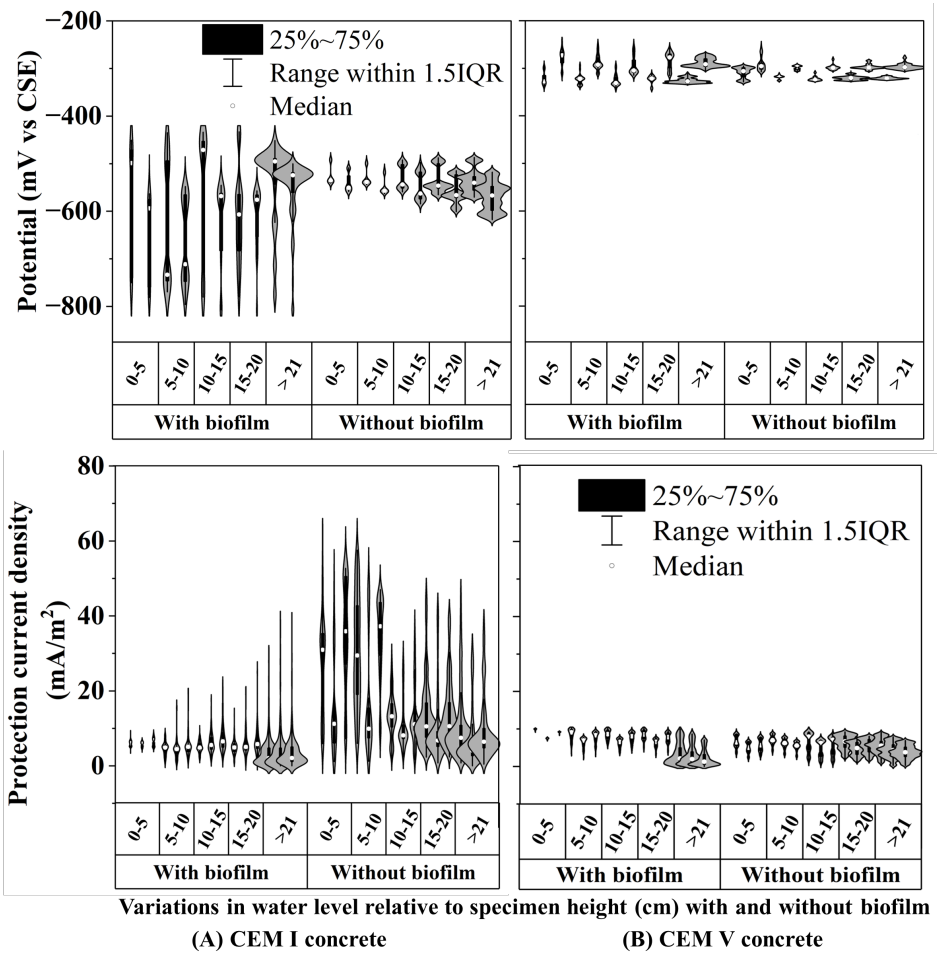


Figure 5. Violin plot distribution of HCP for the non-protected category (top) and protection current for protected category (bottom) for RC blocks, recorded for 50 days (including a 25-day dataset for conditions with and without biofilm).

IV. CONCLUSIONS

This study, with its twofold objective, has successfully addressed both; (i) the interactions between concrete, biofouling, and seawater, and (ii) the understanding of corrosion characteristics of embedded steel in concrete under the influence of biofilm and water level. This additionally offers realistic insights into the applicability of CEM I and CEM V cement types for these environments, enabling us to assess which is more appropriate for marine conditions in terms of long-term durability of structures. Firstly, the results from the 18-month exposure of the first study under submerged conditions indicate that CEM I concrete is relatively resistant to degradation, with slight calcium leaching, besides the ingress of sulphates and chlorides. Interestingly, biofouling does not appear to have any negative effects on the concrete at this stage. In contrast, CEM V exhibits distinct material behaviour, likely due to its lower Ca/Si ratio in the cement matrix. Over the long term, interactions between the concrete and seawater, combined

with the absence of calcium deposit and the reduced colonization of calcareous serpulid tubes, may contribute to the formation of magnesium hydrates, such as magnesium-rich silica gel, near the surface. These hydrates are considered to have inferior mechanical properties, making the surface more susceptible to erosion over time (Dewitte et al., 2024). CEM V has undergone slight deterioration, showing noticeable effects of biofouling. The results from the second part of this study provide novel perspectives into the corrosion characteristics of steel reinforcement in concrete, specifically comparing two binder systems with and without CP, and under the influence of biofilm and water level. The presence and absence of biofilm significantly influence the electrochemical potential of the embedded steel in concrete. This is also evident from the observed variations in protection current in protected category, where the removal of the biofilm led to an increase in the protection current, alongside, demonstrating that the Al anode performs efficiently under these conditions. Further research work should focus on investigating the microbial diversity of biofilm which is crucial in understanding the electrochemical activity of steel in concrete, and the long-term protection system efficiency in these environmental conditions. Then understanding how plain concrete systems interact with its microbial communities and assessing its role in either deterioration or protection over time is essential.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research study is funded by Region Occitanie (*DuMaCoBio* project). The project acknowledges Wind'Occ agency for its federation and connection support during the construction and operation, and to the Bio2Mar (K. Escoubeyrou) and *Remimed* technical platforms.

REFERENCES

Bone, J.R., Hall, A.E., Stafford, R., Herbert, R.J.H., 2024. Inconsistent bioreceptivity of three mortar mixes in subtidal sites. Ecological Engineering 204, 107265. https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2024.107265

Bone, J.R., Stafford, R., Hall, A.E., Herbert, R.J.H., 2022. The intrinsic primary bioreceptivity of concrete in the coastal environment – A review. Developments in the Built Environment 10, 100078. https://doi.org/10.1016/j.dibe.2022.100078

Bonen, D., Cohen, M.D., 1992. Magnesium sulfate attack on portland cement paste-I. Microstructural analysis. Cement and Concrete Research 22, 169–180. https://doi.org/10.1016/0008-8846(92)90147-N

Bornhold, B.D., Milliman, J.D., 1973. Generic and Environmental Control of Carbonate Mineralogy in Serpulid (Polychaete) Tubes. The Journal of Geology 81, 363–373. https://doi.org/10.1086/627876

Buenfeld, N.R., Newman, J.B., 1986. The development and stability of surface layers on concrete exposed to sea-water. Cement and Concrete Research 16, 721–732. https://doi.org/10.1016/0008-8846(86)90046-3

Chess, P.M., 2019. Cathodic protection for reinforced concrete structures, CRC focus. CRC Press, Boca Raton London New York.

De Beer, D., Stoodley, P., Roe, F., Lewandowski, Z., 1994. Effects of biofilm structures on oxygen distribution and mass transport. Biotech & Bioengineering 43, 1131–1138. https://doi.org/10.1002/bit.260431118

Dewitte, C., Lacarrière, L., Neji, M., Bertron, A., Dauzères, A., 2024. Chemo-mechanical characterization of a low-pH model cement paste in magnesium bearing environment. Cement and Concrete Research 184, 107598. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2024.107598

Hassanein, A.M., Glass, G.K., Buenfeld, N.R., 2002. Protection current distribution in reinforced concrete cathodic protection systems. Cement and Concrete Composites 24, 159–167. https://doi.org/10.1016/S0958-9465(01)00036-1

Hayek, M., Salgues, M., Habouzit, F., Bayle, S., Souche, J.-C., De Weerdt, K., Pioch, S., 2020. In vitro and in situ tests to evaluate the bacterial colonization of cementitious materials in the marine environment. Cement and Concrete Composites 113, 103748. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103748

Jakobsen, U.H., De Weerdt, K., Geiker, M.R., 2016. Elemental zonation in marine concrete. Cement and Concrete Research 85, 12–27. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.02.006

Liam, K.C., Roy, S.K., North Wood, D.O., 1992. Chloride ingress measurements and corrosion potential mapping study of a 24-year-old reinforced concrete jetty structure in a tropical marine environment. Magazine of Concrete Research 44, 205–215. https://doi.org/10.1680/macr.1992.44.160.205

Margapuram, D., 2024. Short-term interactions of concrete, biofilm, and seawater in the submerged zone of marine environments for sustainable floating offshore wind turbines. Construction and Building Materials. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.138840

Margapuram, D.-A., Salgues, M., Thibault, O., Lami, R., Erable, B., Groc, M., Vuillemin, R., Hesse, B., Souche, J.-C., Stratta, F., Bayle, M., Memet, J.-B., Zudaire, L., Deby, F., Laurens, S., Chalhoub, C., Sassine, E., Nougarolles, F., Kamde, D.K., Bertron, A., 2025. Field measurements of galvanic anode cathodic protection of reinforced concrete systems in marine environment: Influence of water level and biofilm. RILEM Tech Lett 9, 117–126. https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2024.205

Mathern, A., Von Der Haar, C., Marx, S., 2021. Concrete Support Structures for Offshore Wind Turbines: Current Status, Challenges, and Future Trends. Energies 14, 1995. https://doi.org/10.3390/en14071995

Muehlenkamp, E.B., Koretsky, M.D., Westall, J.C., 2005. Effect of Moisture on the Spatial Uniformity of Cathodic Protection of Steel in Reinforced Concrete. CORROSION 61, 519–533. https://doi.org/10.5006/1.3278188

Qian, P.-Y., Cheng, A., Wang, R., Zhang, R., 2022. Marine biofilms: diversity, interactions and biofouling. Nat Rev Microbiol 20, 671–684. https://doi.org/10.1038/s41579-022-00744-7

Qiao, G., Guo, B., Ou, J., Xu, F., Li, Z., 2016. Numerical optimization of an impressed current cathodic protection system for reinforced concrete structures. Construction and Building Materials 119, 260–267. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.012

Rosenqvist, M., Bertron, A., Fridh, K., Hassanzadeh, M., 2017. Concrete alteration due to 55years of exposure to river water: Chemical and mineralogical characterisation. Cement and Concrete Research 92, 110–120. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.11.012

Fiabilité des réseaux de gaz enterrés exposés aux affaissements de terrain : Elaboration d'un méta-modèle et analyse d'incertitudes

Mariam JOUNDI[1], Rasool MEHDIZADEH[1], Olivier DECK[1]

[1]*GeoRessources Laboratory, CNRS, CREGU, Ecole des Mines de Nancy, Université de Lorraine, Nancy, France , mariam.joundi@univ-lorraine.fr*

RESUME Face à l'urgence climatique, l'Union Européenne vise la neutralité carbone d'ici 2050, positionnant l'hydrogène vert comme un levier essentiel de cette transition énergétique. La reconversion des infrastructures gazières existantes pour le transport de l'hydrogène est une piste privilégiée, en accord avec les stratégies européenne et nationale (GRTgaz, 2019; European Hydrogen Backbone, 2020). Toutefois, cette transformation modifie les propriétés mécaniques des réseaux, les rendant plus sensibles aux sollicitations externes telles que les affaissements de terrain. Dans ce contexte, cette étude propose un méta-modèle fondé sur une modélisation numérique 3D afin d'évaluer la transmission des affaissements de terrains aux pipelines. Une analyse paramétrique numérique, reposant sur 700 simulations par éléments finis, explore diverses combinaisons de propriétés mécaniques du sol, de caractéristiques géométriques des canalisations et de profils de tassement. Les résultats sont synthétisés sous forme d'une courbe reliant la courbure relative à un coefficient de rigidité relative du système sol-pipeline. Ce modèle permettra ensuite d'intégrer la propagation des incertitudes et de développer des courbes de vulnérabilité en s'appuyant sur des simulations Monte Carlo, offrant ainsi une évaluation plus efficace de la fiabilité des réseaux enterrés face aux aléas.

Mots-clefs Fiabilité, Pipelines enterrés, Hydrogène, Modélisation numérique, Méta-modèle.

I. INTRODUCTION

La transition vers des sources d'énergie à faible empreinte carbone, telles que l'hydrogène vert, constitue un levier central des stratégies d'atténuation du changement climatique en Europe (GRTgaz, 2019; European Hydrogen Backbone, 2020). Toutefois, cette transition soulève des défis majeurs en matière de fiabilité des infrastructures existantes, notamment les réseaux de transport de gaz, qui nécessitent des adaptations ou des renforcements pour assurer l'acheminement de nouveaux types de carburants (Boots *et al.*, 2021). Parmi les contraintes identifiées, les affaissements de terrain représentent une menace significative, étant transmis, partiellement ou totalement, aux conduites de gaz et susceptibles d'entraîner des défaillances structurales critiques.

Dans ce cadre, cette étude développe un méta-modèle fondé sur une modélisation numérique tridimensionnelle afin d'évaluer l'impact des affaissements de terrain sur les réseaux de gaz enterrés. Le modèle développé permet d'évaluer la transmission des affaissements du sol aux conduites de gaz en fonction de la rigidité relative du système sol-structure. Cette approche se

distingue par son caractère tridimensionnel, offrant une vision plus détaillée par rapport aux méta-modèles existants, majoritairement basés sur des formulations analytiques ou des modèles numériques simplifiés (Joundi *et al.*, 2023).

Une analyse paramétrique numérique, intégrant 700 simulations par éléments finis, a été conduite pour explorer une large gamme de propriétés mécaniques du sol, de configurations géométriques du pipeline et de profils de tassement, permettant ainsi une compréhension approfondie des interactions sol-conduite. Ces résultats ont permis de construire une courbe caractéristique reliant la courbure relative des pipelines à un coefficient de rigidité relative du système sol-pipeline, établissant ainsi une base robuste pour des évaluations probabilistes ultérieures.

II. MODELE NUMERIQUE DE BASE

A. Objectif du modèle numérique

Le modèle numérique, établi sur PLAXIS, vise à représenter fidèlement les interactions sol-structure, en reproduisant les mouvements en champ libre et la transmission des déformations à la conduite. Il constitue la base du développement du méta-modèle. Contrairement aux approches 2D, qui simplifient le problème à une section longitudinale, la modélisation 3D permet une meilleure prise en compte de la géométrie et des interactions. Bien que plus rapides, les modèles 2D ne capturent pas avec précision les réponses structurales des pipelines, notamment l'ovalisation et le flambement, essentiels pour évaluer leur fiabilité. L'approche 3D adoptée intègre ces effets tridimensionnels critiques. Le modèle numérique est validé à partir d'essais physiques.

B. Configuration et géométrie du modèle

Le modèle numérique intègre deux couches de sol avec des propriétés distinctes: une couche supérieure élasto-plastique de type Mohr-Coulomb pour simuler les comportements du sol, et une couche inférieure parfaitement élastique pour stabiliser le modèle et réduire les points de plasticité lors de la création de l'affaissement. La conduite est modélisée avec des éléments coques et est enterrée à une profondeur H sous la surface du sol (Figure 1). Les dimensions du domaine ont été optimisées afin de minimiser les effets de bord et garantir une bonne représentativité des interactions sol-structure. Le coût numérique des simulations 3D est significatif, mais reste maîtrisé : une simulation dure en moyenne 90 minutes, offrant un compromis acceptable entre précision et temps de calcul.

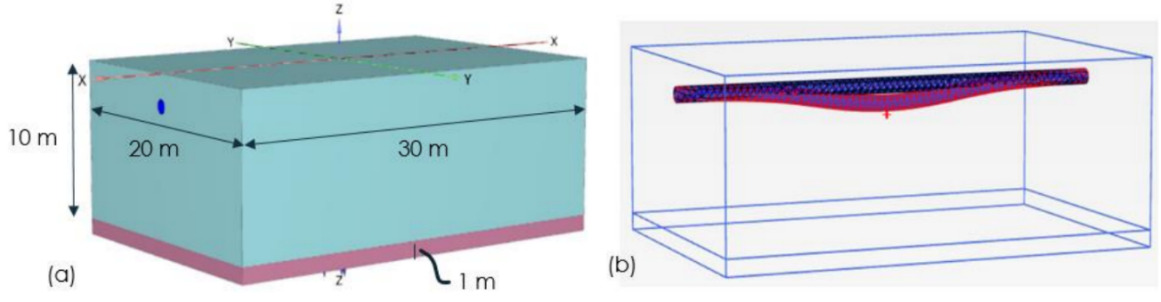


FIGURE 1. (a) Schéma de la géométrie du modèle numérique tridimensionnel ; (b) Configuration initiale et déformée de la conduite soumise à un affaissement.

C. Création de l'affaissement

L'étude de la transmission des affaissements commence par la simulation de ces derniers. Les affaissements dus au creusement de tunnels, aux effondrements miniers, ou aux variations de la nappe phréatique, sont généralement représentés par une courbe gaussienne. Le profil de l'affaissement est caractérisé par l'affaissement maximal $S_{0,max}$ et la longueur de transition i_0, qui délimite la distance entre le point d'affaissement maximal et le point d'inflexion (Figure 2).

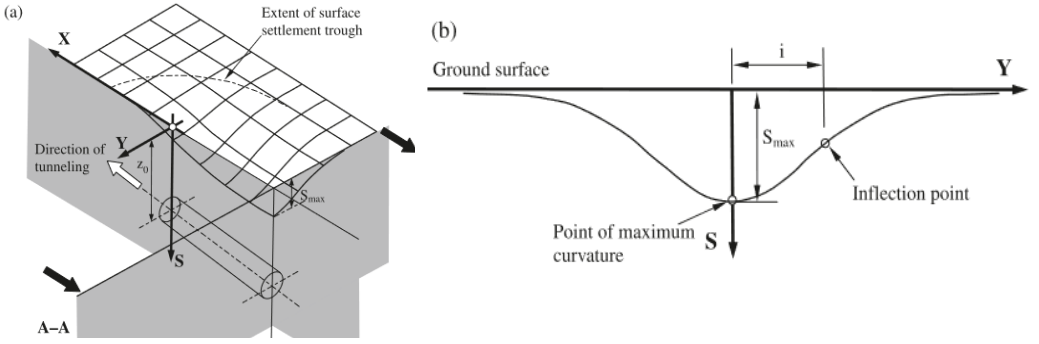


FIGURE 2. Affaissement du sol induit par le creusement d'un tunnel : (a) vue tridimensionnelle ; (b) section transversale A-A (modifiée d'après Attewell et al. 1986)

III. DEVELOPPEMENT DU META-MODELE

A. Plan d'expérience numérique

Le développement du méta-modèle repose sur un plan d'expérience numérique intégrant environ 700 combinaisons pour analyser l'influence des propriétés mécaniques du sol, des caractéristiques géométriques des pipelines et des profils d'affaissement sur la transmission des mouvements.

Les simulations sont basées sur trois paramètres mécaniques du sol (module d'élasticité E_s, angle de frottement interne ϕ, et poids volumique γ), définissant 18 configurations distinctes de sol sableux, tous considérés avec une cohésion nulle (Tableau 1). Celles-ci sont combinées à six configurations de pipeline, représentatives des dimensions standards des réseaux de transport de gaz en Europe (Tableau 2), avec un diamètre D et une épaisseur correspondante t. Tous les pipelines sont placés à une profondeur fixe de H = 1.5 m et modélisés en acier avec un module de Young de 210 GPa, conformément aux normes industrielles.

L'affaissement du sol est décrit par une distribution gaussienne caractérisée par une amplitude maximale $S_{0,max}$ variant de 5 à 60 cm et une longueur de transition i_0 comprise entre 1 et 3 m. Contrairement aux approches antérieures (Wang et al., 2011 ; Wols & van Thienen, 2014, 2015), qui considéraient uniquement trois classes de sols prédéfinies, cette méthodologie introduit une variabilité plus représentative des conditions réelles.

TABLEAU 1. Propriétés mécaniques des sols considérés dans l'analyse paramétrique.

E_s (MPa)	30	60	90
ϕ (°)	25	30	35
γ (kN/m³)	17	21	

TABLEAU 2. Caractéristiques géométriques de conduites considérées dans l'analyse

D (cm)	20	30	40	50	60	90
t (mm)	7	8	9	10	11	14

B. Paramètres clés du méta-modèle

Le méta-modèle développé repose sur deux paramètres fondamentaux permettant de quantifier la transmission des déformations du sol aux pipelines.

- **Coefficient de rigidité relative R^***

Le coefficient de rigidité relative R^* est le paramètre central du méta-modèle. Il constitue une base essentielle pour l'analyse de la transmission des mouvements du sol vers la conduite, un enjeu central dans les problématiques d'interaction sol-structure. R^* est défini par l'équation (1):

$$R^* = \left(\frac{E_p\, I_p}{[E_s + \gamma\, H\, (1+\tan\phi)^2]\,.\, i_0^4}\right) . \left(\frac{S_{0,max}}{i_0}\right)^{0.8} \quad (1)$$

Où E_p et I_p sont respectivement le module d'élasticité et le moment d'inertie du pipeline. Les autres termes correspondent aux paramètres du sol et de l'affaissement, déjà définis précédemment.

Une faible valeur de R^* (pipeline relativement souple dans un sol rigide) favorise la transmission des déformations du sol à la conduite, tandis qu'une valeur élevée (pipeline rigide dans un sol meuble) limite cette transmission. Ainsi, ce paramètre permet d'anticiper le comportement des conduites enterrées exposées aux affaissements du sol.

L'expression de R^* a été optimisée à partir des formulations existantes (Wang *et al.*, 2011 ; Wols & van Thienen, 2014, 2015) en intégrant des paramètres supplémentaires liés aux caractéristiques géotechniques et en ajustant les exposants afin de réduire la dispersion des résultats et améliorer la corrélation entre eux. Cette optimisation a été réalisée manuellement en modifiant les exposants et en introduisant les effets de φ et γ, dans le but d'augmenter le coefficient de détermination R^2 de la relation entre la courbure relative et R*, établie à partir d'un ensemble de 700 résultats numériques obtenus sous PLAXIS.

- **Courbure relative $K_{p,max}/K_{g,max}$**

Le rapport $K_{p,max}/K_{g,max}$ caractérise la courbure relative des conduites par rapport à celle du sol en champ libre. $K_{p,max}$ correspond à la courbure maximale observée dans le pipeline, tandis que $K_{g,max}$ représente la courbure du sol en l'absence de conduite. Ces valeurs sont obtenues à partir du calcul des dérivées secondes des profils d'affaissement issus des simulations numériques sous PLAXIS.

Ce paramètre constitue une sortie clé du méta-modèle, permettant d'évaluer la réponse du pipeline (courbure) de manière normalisée par rapport à celle du sol. Une fois établi, ce méta-modèle offre une méthode analytique permettant d'obtenir directement la courbure du pipeline sans nécessiter de simulations numériques, qui sont coûteuses en temps de calcul.

C. Présentation et interprétation du méta-modèle

Le méta-modèle développé établit une relation empirique entre la courbure relative du pipeline et le coefficient de rigidité relative. L'ajustement des résultats issus des simulations par éléments finis a permis de définir une équation de régression non linéaire entre ces deux grandeurs (Figure 3). Cette équation présente un coefficient de détermination satisfaisant (0.8356), témoignant d'une

bonne corrélation entre les résultats numériques et le modèle ajusté. Toutefois, des incertitudes persistent, notamment sur les coefficients de régression, et seront prises en compte dans l'analyse probabiliste de la section suivante. L'équation du méta-modèle est exprimée par l'équation (2) :

$$\frac{K_{p,max}}{K_{g,max}} = \frac{1}{1+a\ R*^{b}} \text{ ; avec a = 277.217 et b = 0.67662} \quad (2)$$

L'analyse physique de cette relation met en évidence le rôle déterminant de la rigidité relative dans la transmission des mouvements du sol aux pipelines. Lorsque le pipeline présente une rigidité bien inférieure à celle du sol, il suit étroitement les déformations imposées par l'affaissement, se déformant dans des proportions similaires à celles du sol environnant (courbure relative = 1). À l'opposé, si la rigidité du pipeline est largement supérieure à celle du sol, les effets de l'affaissement sont fortement atténués (courbure relative presque nulle). La dispersion des résultats numériques met en évidence la complexité des interactions sol-structure, qui ne sont pas uniquement régies par la rigidité relative du pipeline et du sol, mais également par de la configuration géométrique et des caractéristiques de l'affaissement. Les intervalles de confiance à 90 % ont également été calculés et sont représentés dans le graphique. Toutefois, des calculs numériques complémentaires sont en cours afin d'enrichir la base de données existante et de compléter la courbe ajustée.

Ce méta-modèle offre ainsi une alternative analytique aux simulations numériques coûteuses, en permettant une estimation rapide de la réponse des pipelines face à un affaissement. Il constitue une base essentielle pour les analyses de fiabilité qui seront développées dans la section suivante.

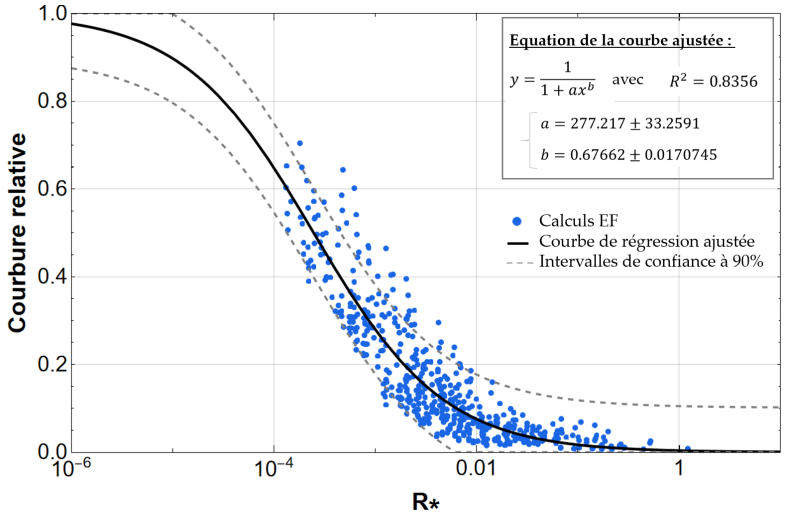


FIGURE 3. Courbe caractéristique de la courbure relative en fonction du coefficient de rigidité relative

IV. ANALYSE PROBABILISTE

A. Propagation des incertitudes

L'analyse probabiliste menée dans cette étude vise à quantifier l'impact des incertitudes liées aux propriétés du pipeline, du sol et des affaissements sur la transmission des déformations. La variabilité des paramètres d'entrée est prise en compte à travers l'attribution de distributions statistiques adaptées à la nature physique de chaque paramètre (Tableau 3), permettant ainsi une représentation réaliste des incertitudes associées. Les paramètres du pipeline suivent une

distribution normale, traduisant des fluctuations symétriques autour des valeurs moyennes observées dans la littérature et les normes de conception. En revanche, pour les propriétés du sol et de l'affaissement, une distribution log-normale est adoptée, avec des valeurs de c_v plus importantes que celles du pipeline, traduisant une plus grande incertitude dans leur estimation. Enfin, les incertitudes sur les coefficients a et b du méta-modèle, résultant de l'ajustement statistique des données numériques, sont propagées dans l'analyse afin de prendre en compte leur influence sur la variabilité des prédictions. Le tableau 3 détaille les distributions attribuées à chaque paramètre, les coefficients de variance C_v ainsi que les valeurs moyennes utilisées dans l'analyse.

TABLEAU 3. Paramètres d'entrée de l'analyse probabiliste : distributions statistiques, coefficients de variance et valeurs moyennes associées.

	Paramètre	Distribution	Cv	Moyenne(s) μ
Pipeline	**D**	Normale	0.004	{0.2 ; 0.3 ; 0.8} m
	t		0.04	{0.007; 0.012} m
	H		0.1	1.5 m
	E_p		0.04	2.1×10^{11} Pa
Sol	**E_s**	Log-normale	0.3	$\{3 \times 10^7 ; 6 \times 10^7 ; 9 \times 10^7\}$ Pa
	ϕ		0.2	30°
	γ		0.2	21 kN/m³
Affaissement	**$S_{0,\,max}$**	Log-normale	0.1	Variables
	i_0		0.1	Variables
Contrainte admissible	**σ_f**	Normale	0.08	2.4×10^8 Pa
Méta-modèle	**a**	Normale	0.12	277.217
	b		0.025	0.67662

B. Fonction de fiabilité

La fonction de fiabilité Z permet d'évaluer la probabilité de défaillance du pipeline en comparant la contrainte maximale subie par la conduite à sa contrainte admissible. Une défaillance se produit lorsque la contrainte maximale dépasse la résistance du matériau, soit lorsque Z devient négative. La formulation adoptée dans cette étude est identique à celle proposée par Wols et van Thienen (2014) et s'écrit sous la forme de l'équation (3) :

$$Z = \sigma_f - \sigma_{p,max} \tag{3}$$

Où σ_f représente la contrainte admissible du matériau, ici assimilée à sa limite d'élasticité, et $\sigma_{p,max}$ la contrainte maximale subie par la conduite. Afin d'établir un lien direct entre cette fonction de fiabilité et le méta-modèle développé, la contrainte maximale est exprimée, selon la relation mécanique classique dérivée de la théorie des poutres soumises à la flexion, en fonction de la courbure maximale $K_{p,max}$ par l'équation (4):

$$\sigma_{p,max} = E_p K_{p,max} \frac{D}{2} \tag{4}$$

En utilisant la relation entre la courbure du pipeline et celle du sol, et en intégrant l'équation du méta-modèle obtenue par ajustement statistique, la contrainte maximale devient :

$$\sigma_{p,max} = E_p \left(\frac{1}{1+a\,R^{*b}} K_{g,max}\right) \frac{D}{2} \quad (5)$$

Finalement, la fonction de fiabilité peut être représentée par l'équation (6):

$$Z = \sigma_f - E_p \frac{1}{1+a\,R^{*b}} \frac{S_{0,max}}{i_0^2} \frac{D}{2} \quad (6)$$

Cette formulation permet d'évaluer directement la fiabilité structurelle du pipeline en fonction des paramètres du système, sans recours systématique au modèle numérique.

C. Courbes de vulnérabilité

L'évaluation probabiliste de la défaillance repose sur l'estimation de la probabilité que la fonction de fiabilité (équation (6)) soit négative, indiquant une rupture du pipeline. La probabilité de défaillance est estimée par simulations Monte Carlo, avec 10^6 itérations pour chaque scénario défini par un ensemble de valeurs moyennes des paramètres. À chaque itération, les paramètres sont échantillonnés selon leur distribution statistique autour de leur moyenne, intégrant ainsi leur variabilité. La fonction de fiabilité est ensuite évaluée et la probabilité de défaillance est déterminée comme le rapport du nombre d'occurrences où Z <0 sur le total des simulations. Cette démarche est répétée pour diverses configurations de pipeline et de sol, ainsi que sous différentes sollicitations, afin d'établir des courbes de vulnérabilité. Celles-ci permettent de quantifier l'évolution de la probabilité de défaillance en fonction des paramètres influents et d'identifier les seuils critiques à partir desquels le risque devient significatif.

Les courbes de vulnérabilité présentées en figure 4(a) montrent l'évolution de la probabilité de défaillance en fonction de l'affaissement maximal $S_{0,max}$ pour différentes valeurs du module de Young du sol et du diamètre du pipeline. Les résultats indiquent que la résistance du pipeline est fortement influencée par ces paramètres. De plus, un sol plus rigide entraîne une augmentation de la probabilité de défaillance. Cela s'explique par le fait qu'un sol plus rigide transmet davantage les déformations au pipeline, imposant des sollicitations mécaniques plus importantes. En revanche, les conduites de plus grand diamètre présentent une vulnérabilité moindre, leur rigidité accrue réduisant la transmission des affaissements.

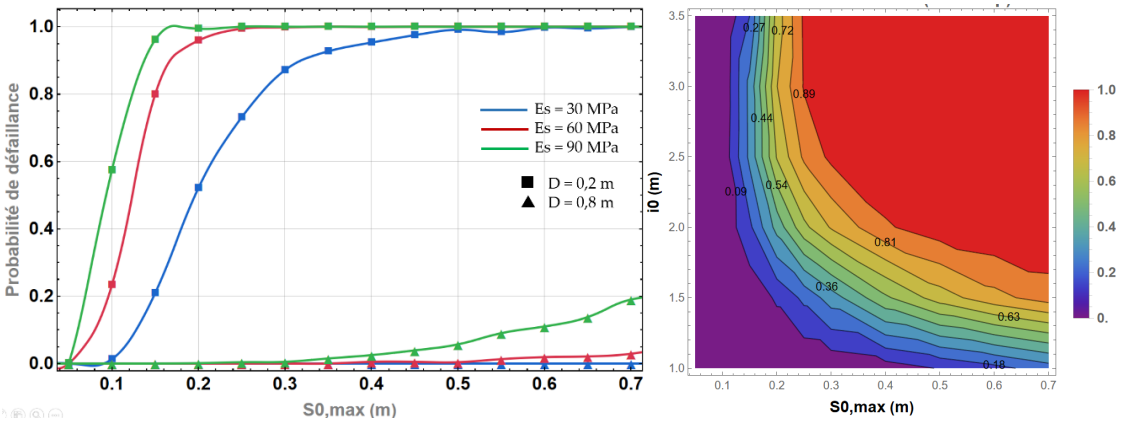


FIGURE 4. (a) Courbes de vulnérabilité des pipelines en fonction de l'affaissement maximal $S_{0,max}$ pour différents diamètres et types de sol ; (b) Carte de vulnérabilité d'un pipeline de 30 cm de diamètre dans un sol de module de Young E_s = 50 MPa en fonction des paramètres d'affaissement $S_{0,max}$ et i_0

La figure 4(b) illustre la probabilité de défaillance sous forme d'une carte de vulnérabilité en fonction de $S_{0,max}$ et i_0. Cette représentation met en évidence l'influence conjointe de ces paramètres : un affaissement plus diffus, caractérisé par une valeur élevée d'i_0, tend à réduire la probabilité de rupture, tandis qu'un affaissement plus localisé amplifie significativement le risque de défaillance.

V. CONCLUSION

Cette étude propose un méta-modèle suivi par une approche probabiliste pour évaluer la fiabilité des pipelines enterrés soumis à des affaissements de sol. Le méta-modèle développé permet d'estimer les réponses du pipeline sans recours systématique aux simulations numériques. L'analyse probabiliste, intégrant les incertitudes des paramètres du système, a montré que la rigidité relative entre le pipeline et le sol influence fortement la probabilité de défaillance, avec un risque accru pour les sols rigides et les conduites de plus faible diamètre.

Des simulations numériques supplémentaires sont en cours afin d'enrichir la base de données et d'affiner les prédictions du méta-modèle, en améliorant sa précision et en élargissant son domaine de validité aux configurations non encore couvertes. Parallèlement, une approche probabiliste intégrant les autres critères de rupture spécifiés par l'Eurocode est en cours de développement. Cette démarche vise à obtenir une évaluation plus complète de la fiabilité des pipelines, en prenant en compte plusieurs modes de défaillance et en assurant une meilleure conformité aux normes de conception en vigueur.

REFERENCES

Boot T., et al., 2021. TMS 2021 150th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings. 722-729

European Hydrogen Backbone, 2020. How a dedicated hydrogen infrastructure can be created. Guidehouse, Netherlands.

GRTgaz, 2019. Conditions techniques et économiques d'injection d'hydrogène dans les réseaux de gaz naturel.

Joundi, M., Mehdizadeh, R., Deck, O., 2023. Synthèse bibliographique pour l'évaluation de la fiabilité des réseaux enterrés de gaz exposés au phénomène de mouvement de terrain dans la perspective d'un usage pour le transport d'hydrogène 41.

Wang, Y., Shi, J., Ng, C.W.W., 2011. Numerical modeling of tunneling effect on buried pipelines. Can. Geotech. J. 48, 1125–1137. https://doi.org/10.1139/t11-024

Wols, B.A., van Thienen, P., 2015. Modelling the effect of climate change induced soil settling on jointed drinking water distribution pipes. Computers and Geotechnics 70, 106–115. https://doi.org/10.1016/j.compgeo.2015.07.007

Wols, B.A., van Thienen, P., 2014. Modelling the effect of climate change induced soil settling on drinking water distribution pipes. Computers and Geotechnics 55, 240–247. https://doi.org/10.1016/j.compgeo.2013.09.003

Condensation dans les milieux poreux fracturés : Imagerie multi-modale et modélisation numérique

NEMATI Arash

LEGI, Université Grenoble Alpes

RESUME La condensation dans les milieux poreux fracturés impacte des domaines clés comme l'hydrogéologie, le stockage de l'énergie et la durabilité du béton, notamment en conditions extrêmes (incendies, accidents industriels). Ce travail combine imagerie multi-modale et modélisation numérique pour analyser ces phénomènes. La tomographie aux neutrons révèle l'accumulation de l'eau, tandis que la micro-tomographie aux rayons X et synchrotron caractérise les fractures et la microstructure poreuse. Les données expérimentales ont servi à calibrer un modèle OpenFOAM, un solveur open-source basé sur la méthode des volumes finis, intégrant transfert de chaleur, écoulement diphasique et changement de phase, permettant d'explorer la condensation sur un large éventail de paramètres. Les résultats montrent que l'eau condensée s'accumule dans les pores fins, tandis que les fractures facilitent la migration de la vapeur et l'absorption capillaire. Dans les milieux à faible porosité, l'eau s'accumule en poches lorsque le débit est faible, tandis que les fractures restent plus sèches lorsque le débit est élevé. L'étude numérique confirme que des débits de vapeur élevés, une faible conductivité thermique et une température d'injection plus élevée favorisent l'accumulation d'eau, tandis que l'ouverture des fractures influence directement le temps de percée.

Summary Condensation in fractured porous media affects key fields such as hydrogeology, energy storage, and concrete durability, particularly under extreme conditions like fires and industrial accidents. This study combines multi-modal imaging and numerical modeling to analyze these phenomena. Neutron tomography reveals water accumulation, while X-ray and synchrotron microtomography characterize fractures and pore microstructure. Experimental data were used to calibrate an OpenFOAM model, an open-source solver based on the finite volume method, integrating heat transfer, two-phase flow, and phase change, allowing the exploration of condensation across a wide range of parameters. The results show that condensed water accumulates in fine pores, while fractures facilitate vapor migration and capillary absorption. In low-porosity media, water accumulates in pockets at low flow rates, while fractures remain drier at high flow rates. The numerical study confirms that high vapor flow rates, low thermal conductivity, and higher injection temperatures promote water accumulation, while fracture width directly influences breakthrough time.

Mots-clefs condensation, béton fracturé, modélisation numérique, tomographie neutronique, micro-tomographie synchrotron

I. INTRODUCTION

Au cours des dernières décennies, l'écoulement des fluides et le transfert de chaleur dans les milieux poreux ont fait l'objet de nombreuses études, notamment en ce qui concerne les échanges de chaleur et de masse lors des écoulements diphasiques. Toutefois, la condensation de la vapeur dans ces milieux reste un domaine encore peu exploré, malgré sa présence dans de nombreuses applications courantes, telles

que la condensation dans les textiles et les matériaux isolants, ainsi que dans les procédés d'extraction du café à la vapeur. D'autres applications notables incluent la durabilité des structures en béton , la sûreté nucléaire, les méthodes de récupération assistée des hydrocarbures à la vapeur, l'assainissement des sols contaminés, les réservoirs de condensats de gaz et l'intégrité des réservoirs géothermiques ou de stockage du CO_2. Par exemple, comprendre la condensation dans ces milieux est crucial pour prédire l'accumulation d'eau à haute température, pouvant entraîner une surpression et des défaillances mécaniques. Un cas typique est l'écaillage du béton en cas d'incendie, où la vapeur migre vers des zones plus froides, se condense et génère une pression interne pouvant dépasser la résistance du matériau (Dauti et al., 2018). Ces phénomènes sont fortement influencés par l'hétérogénéité du milieu et la présence de discontinuités sous forme de fractures.

De nombreuses études ont examiné les mécanismes de condensation dans les milieux poreux, mettant en évidence l'influence de paramètres tels que la taille des particules, la capacité thermique du solide et la présence de gaz non condensables. Sözen et Vafai (1990) ont montré que des particules plus petites dans un lit empilé améliorent le transfert de chaleur, augmentant ainsi le taux de condensation, tandis qu'une capacité thermique plus élevée du solide facilite le stockage de chaleur et favorise la condensation. Ogniewicz et Tien (1981) et Vafai et Tien (1989) ont étudié la condensation d'un mélange vapeur-gaz non condensable dans des milieux poreux, montrant que l'eau condensée reste immobile en dessous d'un seuil critique et forme un état pendulaire sans réseau liquide continu. Des modèles numériques et expérimentaux (Wyrwał & Marynowicz, 2002) ont confirmé que l'augmentation de la vitesse de la vapeur intensifie la condensation, tandis que l'ajout de gaz non condensables réduit la migration des contaminants dans les sols lors de l'injection de vapeur. À des pressions et températures élevées, Crone et al. (2002) et Bergins et al. (2005) ont observé un front de condensation net avec une saturation élevée en eau se propageant à travers le matériau poreux. Igwe et al. (2022) ont réalisé une étude à l'échelle des pores sur la condensation rétrograde dans les roches poreuses et ont constaté que la condensation débute principalement dans les coins, les gorges et les petits pores, avant de croître et de coalescer en un réseau interconnecté. D'autres travaux, tels que ceux de Carme Chaparro et Saaltink (2016) et Bahr et al. (2021), ont mis en évidence le rôle de la condensation dans la durabilité des structures en béton exposées à la vapeur et aux hautes températures, notamment dans les phénomènes d'écaillage sous incendie.

Les méthodes traditionnelles de mesure de la teneur en eau due à la condensation dans les milieux poreux reposent sur l'inspection visuelle dans des cellules transparentes (Brouwers, 1996), la pesée des échantillons (Qin et al., 2010) ou des mesures ponctuelles de paramètres tels que la pression et la température (Bergins et al., 2005). Cependant, ces approches sont souvent limitées en résolution spatiale et temporelle, destructives ou perturbatrices du processus étudié. À l'inverse, l'imagerie par neutrons offre une visualisation tridimensionnelle non destructive de la teneur en eau, permettant d'observer l'évolution de l'humidité en 4D (3D+temps) et d'étudier la migration de l'eau dans les milieux poreux. Associée à l'imagerie aux rayons X, elle apporte des informations complémentaires sur la microstructure des solides et l'évolution de l'eau. Cette approche a été utilisée pour analyser les migrations d'eau dans les milieux poreux à travers diverses applications (Etxegarai et al., 2021; Lewis et al., 2022; Stavropoulou et al., 2020). Récemment, l'imagerie neutronique a permis d'étudier la condensation de vapeur dans du béton fissuré, montrant une accumulation d'eau influencée par l'état de saturation initial du matériau (Gupta et al., 2022; Lukić et al., 2021). Toutefois, les études sur la condensation en milieux poreux fracturés restent rares, se limitant souvent à la mesure du taux de fuite ou à des analyses 2D, insuffisantes pour capturer les interactions fractures-matrice.

Les limitations spatiales et temporelles des études précédentes restreignent l'acquisition de données

complètes en temps réel sur la répartition de l'eau. Une compréhension détaillée des variations de la condensation est pourtant essentielle pour affiner les modèles numériques et améliorer leur capacité prédictive. Basée sur une thèse de doctorat réalisée à l'Université Grenoble Alpes et publiée dans plusieurs revues scientifiques, cette étude comble ces lacunes en exploitant la tomographie neutronique pour obtenir un champ 3D de la teneur en eau lors d'expériences d'injection de vapeur dans des échantillons de grès. Une méthodologie expérimentale rigoureuse (Nemati et al., 2023), intégrant des expériences de calibration et des corrections d'artefacts d'imagerie (Nemati et al., 2024a), garantit des mesures précises (Nemati et al., 2024b). De plus, bien que la condensation ait été relativement étudiée dans des milieux homogènes et des fractures isolées, son comportement dans des milieux poreux hétérogènes et fracturés reste peu exploré. Or, les hétérogénéités et les fractures influencent fortement le transport de vapeur et les dynamiques de condensation, en créant des chemins d'écoulement préférentiels et en modifiant la perméabilité et la capillarité du matériau. Pour répondre à cette problématique, des échantillons fissurés ont été étudiés en combinant l'imagerie aux neutrons et aux rayons X afin de relier la microstructure du milieu poreux aux mécanismes de condensation et de migration de l'eau. Sur le plan numérique, la modélisation de la condensation dans des milieux poreux fracturés demeure une lacune importante dans la littérature. Cette étude exploite les données obtenues expérimentalement pour valider et calibrer un modèle numérique original développé sous OpenFOAM, un solveur open-source basé sur la méthode des volumes finis capable d'intégrer les effets des hétérogénéités sur la condensation et le transport de vapeur. Ce travail pose ainsi les bases d'une modélisation plus réaliste et accessible à la communauté scientifique, contribuant à une meilleure compréhension du phénomène dans des environnements complexes.

II. Méthodologie Expérimentale

A. Matériau et échantillons

Les expériences ont été réalisées sur des échantillons de grès de Fontainebleau, choisi pour sa porosité homogène, sa forte pureté en quartz et sa transparence relative aux neutrons, facilitant l'imagerie neutronique de la répartition de l'eau. Pour étudier l'impact des fractures sur la condensation, certains échantillons ont été pré-fracturés par un essai brésilien, appliquant une compression latérale contrôlée pour générer une fissure verticale au centre sans briser complètement l'échantillon. Réalisé avec une presse 100 kN et un contrôle en boucle fermée basé sur des capteurs LVDT, ce protocole garantit des fissures reproductibles d'une ouverture cible de 200 μm, permettant d'analyser précisément l'influence des discontinuités sur les mécanismes de condensation et de transport de l'eau.

B. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental (Fig. 1) pour l'injection de vapeur a été installé sur la ligne NeXT (Neutron and X-ray Tomography) de l'Institut Laue-Langevin (ILL) à Grenoble. Il comprend une cellule en aluminium (Al5083) conçue pour être aussi transparente que possible aux neutrons, équipée de joints en caoutchouc pour assurer l'étanchéité. La vapeur, générée par un système de mélange évaporatif contrôlé (CEM) de Bronkhorst, est injectée à débit constant à travers des tubes chauffés pour éviter toute condensation prématurée. La surface latérale de l'échantillon est recouverte d'une membrane thermorétractable transparente aux neutrons pour imposer un écoulement unidirectionnel vers le sommet de l'échantillon, où la vapeur est évacuée à pression atmosphérique. Des capteurs de pression et de température sont placés aux entrées et sorties de la cellule pour compléter les mesures in situ de saturation obtenues par tomographie neutronique. Nous avons veillé à réduire au maximum les pertes de chaleur et à empêcher

toute contamination par de la vapeur condensée avant qu'elle n'atteigne l'échantillon. Cela a permis un meilleur contrôle des conditions aux limites et une résolution d'imagerie améliorée.

C. Acquisition des données

Un faisceau collimaté de neutrons froids (2,7 Å) a été focalisé sur l'échantillon pour quantifier in situ le processus de condensation en 3D, exploitant la forte opacité de l'hydrogène à ces neutrons. L'image transmise a été détectée par un scintillateur 6LiF/ZnS (100 μm) et relayée optiquement à un capteur sCMOS (Orca-Flash 4.0 V2, Hamamatsu) avec une résolution de 55 μm par pixel. L'échantillon, placé à 25 mm du détecteur, a permis un compromis optimal entre pénombre neutronique et diffusion avant. La reconstruction 3D du champ d'atténuation neutronique a été réalisée via un algorithme de rétroprojection filtrée, avec une tomographie rapide composée de 500 projections acquises en 30 s. Un binning 2×2 a réduit la taille des pixels à 220 μm, optimisant le rapport signal/bruit pour capturer la dynamique rapide de condensation. Des tomographies haute résolution (55 μm/pixel) ont également été réalisées avant et après injection pour visualiser la répartition de l'eau. En complément, une tomographie aux rayons X (30 μm/pixel) a permis de caractériser la morphologie de l'échantillon et des fractures avant injection. L'alignement des tomographies neutroniques et X a permis d'étudier l'impact des fissures sur la condensation et la migration de l'eau. Enfin, une microtomographie synchrotron (6,5 μm/pixel) réalisée à l'ESRF a révélé la structure des pores et la distribution de la porosité, améliorant la caractérisation du milieu poreux et des interactions aux échelles fines.

D. Analyse et correction des artefacts

L'imagerie neutronique pour la quantification de l'eau pose des défis liés à la diffusion incohérente des neutrons par l'hydrogène et à l'utilisation d'une source polychromatique. Ces facteurs induisent des biais qui compliquent la mesure précise de l'atténuation et de la distribution de l'eau dans les échantillons. Pour y remédier, plusieurs approches de correction ont été développées (Nemati et al., 2024a). Lorsque l'épaisseur d'eau est inférieure à 4 mm, une simple correction par un coefficient d'atténuation constant est suffisante. Pour des épaisseurs intermédiaires (4-7 mm), un ajustement non linéaire de l'atténuation permet d'améliorer la précision. Enfin, pour des épaisseurs supérieures à 7 mm, des méthodes avancées, comme la correction par grille de corps noirs (BB grid correction), sont nécessaires pour compenser les effets de diffusion des neutrons (Boillat et al., 2018; Carminati et al., 2019). Ces corrections garantissent une meilleure fiabilité des mesures, particulièrement pour les expériences dynamiques où les variations rapides de la teneur en eau doivent être suivies avec précision.

Bien que l'utilisation d'un coefficient d'atténuation constant soit suffisante pour la plupart des échantillons étudiés, les résultats obtenus avec la correction par grille de corps noirs (BB grid) sont très prometteurs pour une gamme plus large d'épaisseurs d'eau. Cette méthode repose sur l'insertion d'une grille de cylindres en bore absorbant les neutrons avant l'échantillon, permettant d'évaluer directement la contribution des neutrons diffusés et de corriger les biais systématiques dans les images de transmission (voir Fig. 2a). En interpolant ces valeurs sur l'ensemble du champ de vue, il est possible d'obtenir des mesures de transmission plus précises avant la reconstruction tomographique.

L'efficacité de cette correction a été particulièrement visible dans le cas du prisme triangulaire rempli d'eau, où les effets de diffusion augmentent avec l'épaisseur croissante de l'eau (voir Fig. 2b). Sans correction, la transmission mesurée présentait un écart significatif par rapport aux valeurs théoriques attendues, en particulier dans les zones les plus épaisses du prisme. Après application de la correction BB grid, la relation entre la transmission et l'épaisseur de l'eau a retrouvé une tendance linéaire cohérente

avec la loi de Beer-Lambert, réduisant ainsi les erreurs de mesure et améliorant la précision des quantifications d'eau dans l'échantillon. Ces résultats démontrent que cette méthode est particulièrement adaptée aux expériences nécessitant une large gamme de mesures d'épaisseur d'eau, notamment dans les milieux poreux hétérogènes et fracturés.

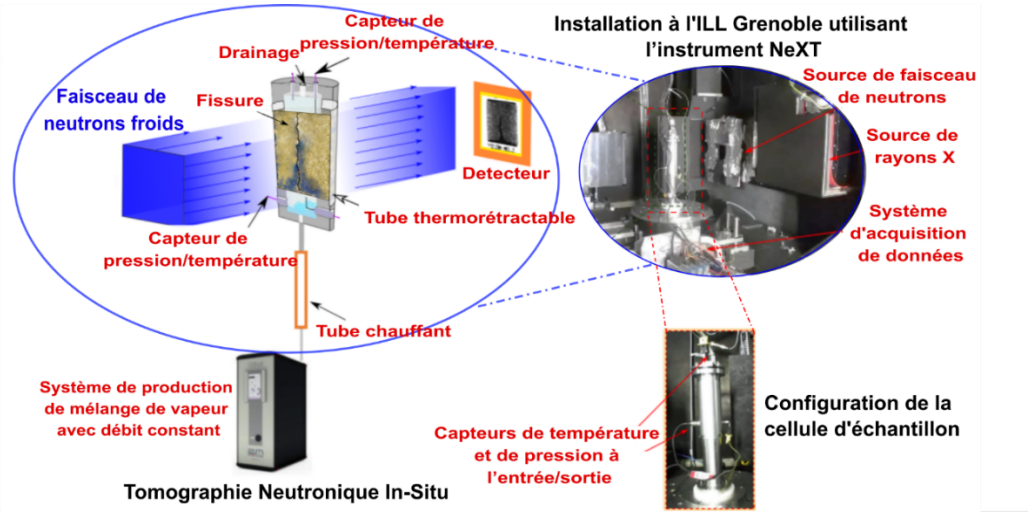


FIGURE 1. **Dispositif expérimental pour l'injection de vapeur à NeXT-Grenoble. Le système injecte un mélange précis d'azote et de vapeur d'eau via des tubes chauffés. L'échantillon est placé dans une cellule en aluminium, scellée pour assurer un écoulement unidirectionnel. Des sondes de température aux entrées et sorties complètent l'imagerie neutronique in situ.**

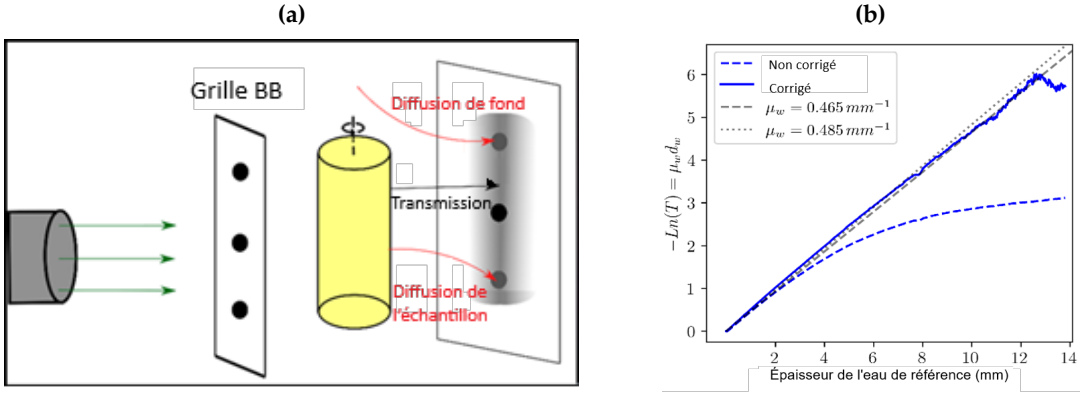


FIGURE 2. **(a) Schéma et image du dispositif de correction BB. (b) Logarithme de la transmission en fonction de l'épaisseur de l'eau dans le prisme triangulaire, avec et sans correction BB. Les lignes pointillées grises représentent les coefficients d'atténuation linéaire selon la loi de Beer-Lambert pour le spectre complet et le pic spectral.**

III. Résultats Expérimentaux

Au cours de l'injection de vapeur, la température du fluide diminue le long de la ligne d'alimentation en raison des transferts de chaleur, mais s'accumule progressivement sous l'échantillon, entraînant une élévation de la température de la vapeur à l'entrée. Lorsque la vapeur chaude traverse l'échantillon, elle emprunte plus facilement la fissure que la matrice poreuse, où le transfert thermique avec le matériau refroidit le gaz et provoque la condensation de l'excès de vapeur. L'analyse de la distribution de l'eau

orthogonale à la fissure (Fig. 3a) révèle que l'accumulation initiale d'eau est plus marquée près de la fissure, avant de se propager progressivement dans la matrice poreuse. À mesure que le temps passe, la quantité d'eau condensée dans la matrice dépasse celle accumulée dans la fissure, suggérant une migration progressive de l'eau depuis la fracture vers le matériau poreux. Ce phénomène, souvent décrit par un modèle capillaire en milieux poreux insaturés, indique que l'eau liquide est absorbée préférentiellement dans les zones à plus faible ouverture et espace poral, entraînant une désaturation de la fissure. En fin d'expérience, l'atténuation neutronique montre une teneur en eau 20 % plus faible dans la fissure que dans le premier millimètre de la matrice environnante, illustrant cette redistribution progressive de l'eau condensée.

La Fig. 3b met en évidence un processus dominé par la capillarité, où l'eau condensée migre progressivement depuis la fissure vers la matrice poreuse environnante. L'analyse de la distribution des pores à partir de la microtomographie synchrotron révèle que l'accumulation d'eau est influencée par la taille des pores. Dans les zones présentant des pores plus larges (>35 µm), l'accumulation d'eau est retardée, tandis que les zones à pores plus fins (<35 µm) absorbent davantage d'eau. L'ajustement des tomographies neutroniques à différentes échelles confirme que cette migration est principalement due à l'absorption capillaire, qui dirige l'eau condensée des fractures et des zones proches de l'injection vers les régions à plus petite porosité.

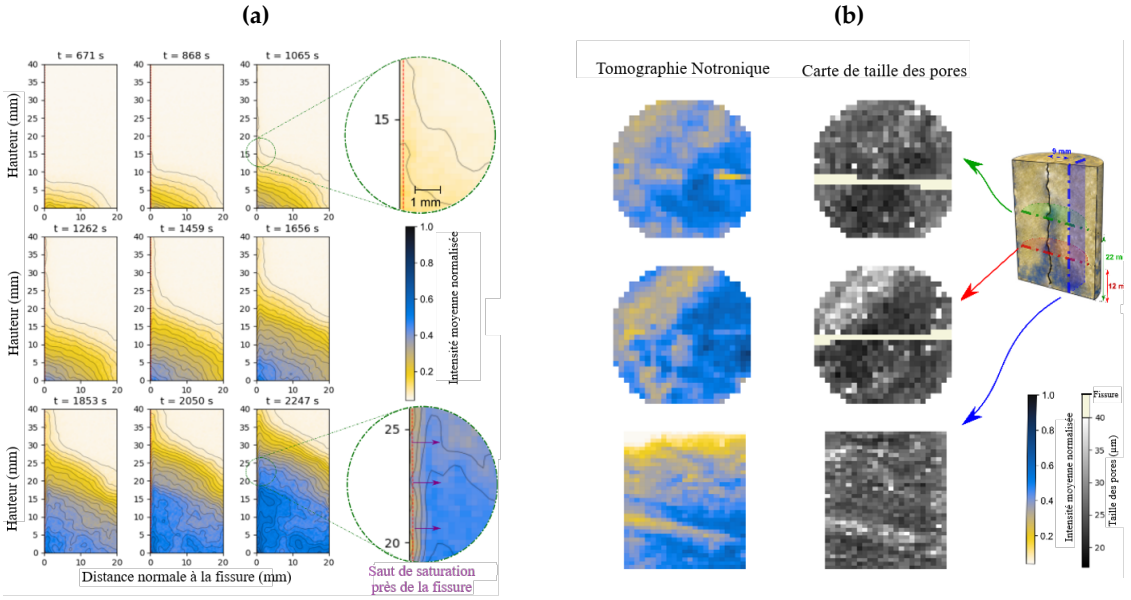


FIGURE 3. **(a) Répartition de l'eau perpendiculairement à la fissure (axe à 0). La fissure segmentée est dilatée pour cartographier la teneur en eau, avec moyennes calculées à chaque distance. La position moyenne de la fissure est indiquée en rouge pointillé. (b) Accumulation d'eau comparée à la distribution des pores dans deux coupes verticales et une horizontale. La carte des pores, issue de la microtomographie synchrotron (cubes de 150 px ~1 mm), est corrélée à l'accumulation d'eau en fin d'expérience.**

Plusieurs expériences ont été menées pour évaluer les effets de la présence de fractures, de la porosité et du débit sur la condensation de vapeur d'eau dans un milieu poreux fracturé, comme illustré à la Fig. 4 et détaillé plus précisément dans Nemati et al. (2024b). Les conditions aux limites des expériences ont été soigneusement contrôlées pour être identiques, permettant ainsi la comparaison croisée des expériences. La répétabilité a été testée et s'est révélée satisfaisante. L'imagerie neutronique 4D a été utilisée pour quantifier la teneur en eau condensée en temps réel, tandis que les conditions aux limites ont été estimées à partir de la différence de la teneur en vapeur entre l'entrée et la sortie du flux. Une bonne

correspondance entre ces deux méthodes a été observée, ce qui confirme la fiabilité de l'imagerie neutronique et des calibrations utilisées dans l'étude.

L'influence de la fracture (Fig. 4a et Fig. 4b) s'est révélée déterminante dans la dynamique de condensation de la vapeur d'eau dans un milieu poreux. La présence d'une fracture a favorisé la formation précoce d'un front de condensation directement dans la fissure, où l'eau condensée s'est initialement accumulée avant d'être progressivement absorbée par la matrice poreuse environnante sous l'effet des forces capillaires. Cette absorption plus importante a ralenti la propagation du front d'humidification dans la matrice poreuse par rapport aux échantillons sans fracture, où la condensation et la migration de l'eau se sont produites de manière plus uniforme. En ce qui concerne l'effet de la porosité (Fig. 4b et Fig. 4d), les échantillons à faible porosité ont montré une saturation plus rapide en raison de leur capacité limitée à absorber l'eau condensée, entraînant ainsi une accumulation d'eau plus prononcée dans la fracture sous forme de poches de condensation. À l'inverse, les échantillons présentant une porosité plus élevée ont absorbé une plus grande quantité d'eau, ce qui a retardé la saturation de la fracture et favorisé une répartition plus homogène de l'humidité au sein de la matrice. Par ailleurs, le débit d'injection de vapeur a également joué un rôle clé dans la répartition et le transport de l'eau condensée (Fig. 4b et Fig. 4c). À des débits plus élevés, la pression de la vapeur injectée a permis un transfert plus efficace de l'eau vers la matrice poreuse, réduisant ainsi son accumulation dans la fracture et favorisant une meilleure répartition dans le matériau. En revanche, pour des débits plus faibles, la vapeur condensée est restée plus localisée dans la fracture, où elle a formé des accumulations qui ont évolué plus lentement, conduisant à une saturation plus marquée dans certaines zones.

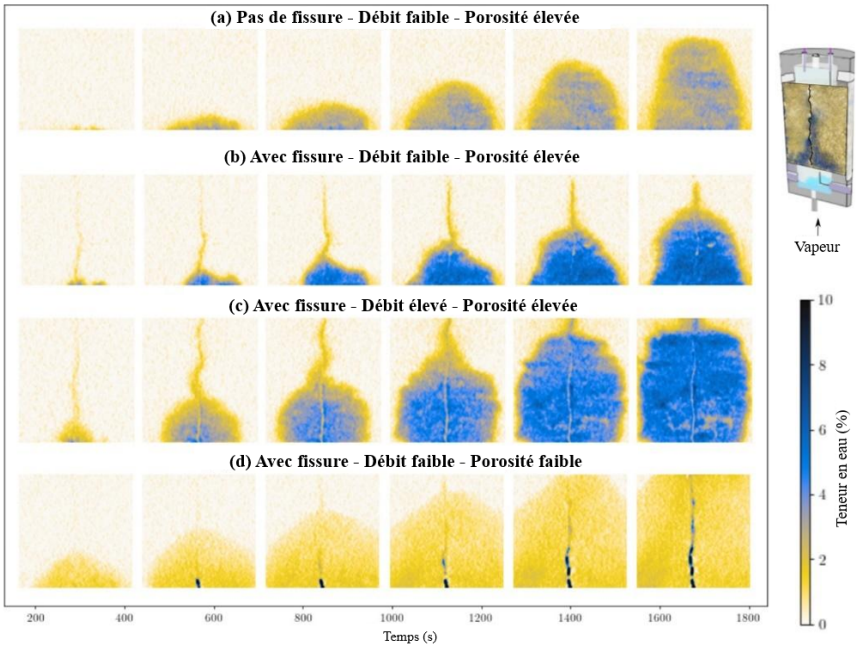


FIGURE 4. Visualisation in situ de la teneur en eau condensée (%) dans un milieu poreux sous injection de vapeur, obtenue par tomographie neutronique. Quatre configurations sont comparées pour évaluer l'effet de la présence d'une fracture (a vs. b), l'effet du débit d'injection (b vs. c) et l'effet de la porosité (b vs. d). Les couleurs illustrent la répartition de l'eau condensée, soulignant l'influence de ces paramètres. L'illustration à droite schématise le dispositif expérimental.

IV. Méthode numérique

Le modèle numérique simule la condensation de vapeur dans un milieu poreux fracturé. L'écoulement est supposé laminaire selon la loi de Darcy, sans dissolution du gaz dans l'eau. À l'échelle macroscopique (échelle de Darcy), les propriétés sont moyennées sur un volume représentatif élémentaire (REV) permettant des calculs d'ingénierie plus pratiques. En appliquant les relations de conservation dérivées précédemment, les équations gouvernantes sont obtenues comme suit :

L'équation de conservation de la phase liquide :

$$\frac{\partial(\phi\rho_w S_w)}{\partial t} + \nabla\cdot(\rho_w v_w) = \dot{m}$$

Avec la loi de Darcy pour l'écoulement de l'eau :

$$v_w = -\frac{k_{r,w}k}{\mu_w}(\nabla p_w - \rho_w g)$$

et l'équation de conservation du composant vapeur dans la phase gazeuse :

$$\frac{\partial\left(\phi\rho_g(1-S_w)W\right)}{\partial t} + \nabla\cdot\left(\rho_g v_g W\right) = \nabla.\left(\rho D_{eff}\nabla W\right) - \dot{m}$$

L'énergie est conservée en supposant un équilibre thermique local, ce qui permet d'utiliser une seule équation pour décrire le transfert thermique dans l'ensemble du système :

$$\frac{\partial}{\partial t}\left[\phi\rho_w S_w c_{P,w}T + \phi\rho_g(1-S_w)c_{P,g}T + (1-\phi)\rho_s c_s T\right] + \nabla.\left(\rho_w c_{P,w}T v_w\right)\backslash + \nabla.\left(\rho_g c_{P,g}T v_g\right) = \nabla.\left(\lambda_{eff}\nabla T\right) + h_{fg}\dot{m}$$

où ϕ est la porosité du milieu, ρ_w est la densité de l'eau, S_w est la saturation en eau (fraction du volume poreux occupé par l'eau liquide), v_w est la vitesse de l'eau, $\dot{m}$ est le taux de condensation, $k_{r,w}$ est la perméabilité relative de l'eau, k est la perméabilité intrinsèque du milieu poreux, μ_w est la viscosité dynamique de l'eau, p_w est la pression de l'eau, g est l'accélération gravitationnelle, ρ_g est la densité du gaz, W est la fraction massique de vapeur dans le gaz, v_g est la vitesse de la phase gazeuse, D_{eff} est le coefficient de diffusion effective de la vapeur, c_P est la capacité thermique massique, T est la température, λ_{eff} est la conductivité thermique effective du milieu et h_{fg} est la chaleur latente de vaporisation de l'eau.

Le modèle suppose que la vapeur injectée reste saturée, entraînant une condensation continue à mesure qu'elle progresse dans le milieu poreux. Les observations expérimentales confirment l'absence de zone sèche à l'entrée, ce qui distingue ce cas des injections de vapeur surchauffée. L'équation de la fraction massique de vapeur est formulée en fonction de la température, car cette fraction peut être exprimée en fonction de la température lorsqu'elle est saturée. Le terme de condensation est retiré de cette équation ainsi que de l'équation de l'énergie afin de former une nouvelle équation de température, réduisant ainsi le nombre d'équations de une unité. La conservation de chaque phase ainsi que les équations de Darcy sont ensuite transformées en une équation de pression et une équation de saturation.

Le solveur est développé sous OpenFOAM en utilisant la méthode des volumes finis, avec une discrétisation temporelle de premier ordre et spatiale de second ordre (central et vanLeer pour traiter les discontinuités). L'analyse des résultats est réalisée via ParaView et des scripts Python.

La méthodologie suit une approche séquentielle : la pression du gaz est résolue en premier, suivie du calcul des vitesses selon la loi de Darcy. L'équation de température est ensuite résolue pour déterminer le transfert thermique et le taux de condensation. La saturation est mise à jour explicitement, et une boucle itérative Picard assure la convergence. Le pas de temps est ajusté dynamiquement en fonction de l'évolution de la saturation pour garantir la stabilité numérique. Cette approche permet une simulation efficace et précise du transport biphasique et de la condensation dans un milieu poreux fracturé.

V. Résultats numériques

A. Validation

La validation du modèle numérique est réalisée en comparant ses résultats à plusieurs références, dont une solution analytique 1D, des expériences d'imbibition spontanée par radiographie neutronique, une étude expérimentale de condensation diffusée, ainsi que les données expérimentales présentées dans la Section III. Seules deux des méthodes de validation sont expliquées ici.

Tout d'abord, le modèle est comparé aux résultats de Zhang et al. (2007), qui ont étudié la condensation dans un milieu poreux soumis à un gradient de température. En reproduisant leurs conditions, les simulations montrent une bonne concordance avec les profils de température, de saturation (Fig. 5a) et de vitesse du gaz, validant la capacité du modèle à représenter le transfert couplé de chaleur et de masse.

Ensuite, le modèle est appliqué aux expériences d'injection de vapeur de la Section III, suivies par tomographie neutronique (Fig. 5b). Les simulations reproduisent avec précision l'évolution des fronts d'humidification et la distribution de l'eau condensée. Certaines divergences localisées, notamment aux coins de l'échantillon, sont attribuées à des hétérogénéités ou à des conditions aux limites expérimentales difficiles à contrôler. Ces comparaisons confirment la robustesse du modèle pour simuler la condensation et le transport multiphasique dans les milieux poreux.

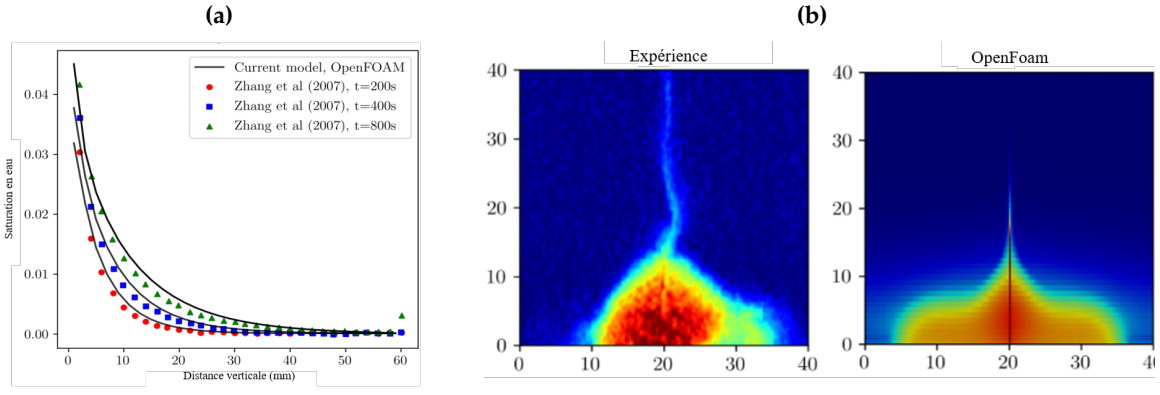


FIGURE 5. (a) Comparaison du modèle numérique développé sous OpenFOAM avec l'étude numérique de Zhang et al. (2007) en termes de saturation en eau aux temps de 200, 400 et 800 s. (b) Comparaison du profil de contenu en eau à 1000 s entre l'expérience et le modèle numérique dans OpenFOAM après calibration et ajustement des paramètres.

B. Étude paramétrique

L'étude paramétrique montre que l'augmentation du débit d'injection entraîne une advection plus intense, ce qui favorise une condensation plus rapide et une progression accélérée du front d'humidification. Cependant, à long terme, une accumulation plus faible d'eau est observée en raison d'un balayage accru du liquide par le flux de gaz. Une conductivité thermique plus élevée du milieu poreux permet également une condensation plus importante en raison d'un transfert thermique plus efficace, conduisant à des fronts d'eau plus marqués et une meilleure diffusion de la chaleur latente. De même, une température d'injection plus élevée accélère la progression du front d'humidification et intensifie la condensation, générant davantage de chaleur latente et atteignant plus rapidement des conditions quasi-isothermes. L'augmentation de la perméabilité relative de l'eau a un effet limité sur la condensation, mais réduit l'accumulation d'eau en facilitant son drainage vers l'aval.

Dans les milieux fracturés, la présence d'une fracture modifie considérablement la dynamique du

transport. Une fracture plus large accélère la propagation du front d'eau en réduisant la résistance à l'écoulement et en augmentant la perméabilité effective du milieu. Une fracture plus large entraîne une propagation plus rapide du front d'eau, non seulement dans les cas où la pression à l'inlet est maintenue constante, mais également lorsque le débit d'injection est fixé (Fig. 6). Ces résultats confirment l'importance de la fracture et des paramètres thermohydrauliques dans la dynamique de condensation et de transport de l'eau dans les milieux poreux.

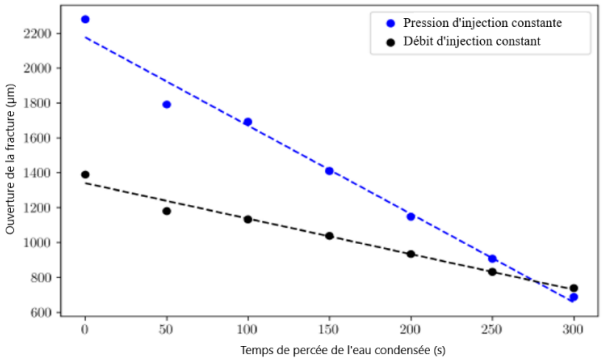


FIGURE 4. Le temps de percée de l'eau condensée diminue avec l'augmentation de l'ouverture de la fracture, avec une diminution plus marquée en injection à pression constante (bleu) qu'en injection à débit constant (noir).

V. Conclusion

L'étude a permis d'analyser les mécanismes de condensation et d'accumulation d'eau dans les milieux poreux fracturés, en combinant imagerie neutronique et modélisation numérique. L'imagerie neutronique a permis de capturer en temps réel l'évolution de l'eau condensée dans la roche, mettant en évidence le rôle crucial des fractures dans la migration et l'accumulation de l'eau. L'étude paramétrique a montré que des paramètres comme le débit d'injection, la conductivité thermique du milieu et la température influencent fortement la dynamique de la condensation et du transport de l'eau. Le modèle numérique développé dans OpenFOAM a reproduit qualitativement ces processus.

Des améliorations du modèle sont envisageables, notamment par l'intégration d'une meilleure représentation des hétérogénéités du milieu et des conditions aux limites plus réalistes. L'extension du modèle à l'échelle des pores ou la prise en compte d'un régime de non-équilibre thermique local pourraient affiner la compréhension des phénomènes. De futures expérimentations, notamment avec d'autres géométries de fractures et des matériaux plus homogènes, permettraient également d'approfondir l'étude des mécanismes de condensation dans ces milieux complexes.

REFERENCES

Bahr, L., Sievers, J., Zemann, M., & Herrmann, N. (2021). Simulation of steam/air leakage through small-scale cracked concrete specimen. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*. https://doi.org/10.1080/19648189.2021.1926335

Bergins, C., Crone, S., & Strauss, K. (2005). Multiphase flow in porous media with phase change. Part II: Analytical solutions and experimental verification for constant pressure steam injection. *Transport in Porous Media*, *60*(3), 275–300. https://doi.org/10.1007/s11242-004-5740-5

Boillat, P., Carminati, C., Schmid, F., Grünzweig, C., Hovind, J., Kaestner, A., et al. (2018). Chasing quantitative biases in neutron imaging with scintillator-camera detectors: a practical method with black body grids. *Optics Express*, *26*(12), 15769. https://doi.org/10.1364/OE.26.015769

Brouwers, H. J. H. (1996). An experimental study of constant-pressure steam injection and transient condensing flow in an air-saturated porous medium. *Journal of Heat Transfer*, *118*(2), 449–454. https://doi.org/10.1115/1.2825865

Carme Chaparro, M., & W. Saaltink, M. (2016). Water, vapour and heat transport in concrete cells for storing radioactive waste. *Advances in Water Resources*, *94*, 120–130. https://doi.org/10.1016/j.advwatres.2016.05.004

Carminati, C., Boillat, P., Schmid, F., Vontobel, P., Hovind, J., Morgano, M., et al. (2019). Implementation and assessment of the black body bias correction in quantitative neutron imaging. *PLoS ONE*, *14*(1). https://doi.org/10.1371/journal.pone.0210300

Crone, S., Bergins, C., & Strauss, K. (2002). Multiphase flow in homogeneous porous media with phase change. Part I: Numerical modeling. *Transport in Porous Media*, *49*(3), 291–312. https://doi.org/10.1023/A:1016271213503

Dauti, D., Tengattini, A., Dal Pont, S., Toropovs, N., Briffaut, M., & Weber, B. (2018). Analysis of moisture migration in concrete at high temperature through in-situ neutron tomography. *Cement and Concrete Research*, *111*(June), 41–55. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.06.010

Etxegarai, M., Tudisco, E., Tengattini, A., Viggiani, G., Kardjilov, N., & Hall, S. A. (2021). Characterisation of Single-Phase Fluid-Flow Heterogeneity Due to Localised Deformation in a Porous Rock Using Rapid Neutron Tomography. *Journal of Imaging*, *7*(12), 275. https://doi.org/10.3390/jimaging7120275

Gupta, R., Lukić, B., Tengattini, A., Dufour, F., & Briffaut, M. (2022). Experimental characterisation of transient condensed water vapour migration through cracked concrete as revealed by neutron and x-ray imaging: Effect of initial saturation. *Cement and Concrete Research*, *162*, 106987. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2022.106987

Igwe, U., Khishvand, M., & Piri, M. (2022). Retrograde condensation in natural porous media: An in situ experimental investigation. *Physics of Fluids*, *34*(1). https://doi.org/10.1063/5.0073801

Lewis, H., Couples, G., Tengattini, A., & Buckman, J. (2022). Interactions Between Imbibition and Pressure - Driven Flow in a Microporous Deformed Limestone. *Transport in Porous Media*, (0123456789). https://doi.org/10.1007/s11242-022-01873-6

Lukić, B., Tengattini, A., Dufour, F., & Briffaut, M. (2021). Visualising water vapour condensation in cracked concrete with dynamic neutron radiography. *Materials Letters*, *283*. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128755

Nemati, A., Lukić, B., Tengattini, A., Gupta, R., Briffaut, M., & Séchet, P. (2023). Rapid In Situ Neutron Tomography and X-ray Imaging of Vapor Condensation in Fractured Sandstone. *Transport in Porous Media*, (0123456789). https://doi.org/10.1007/s11242-023-02014-3

Nemati, A., Lukić, B., Tengattini, A., Briffaut, M., & Séchet, P. (2024a). Towards in-situ water quantification via neutron imaging: Insights from NeXT-Grenoble. *Measurement Science and Technology*. https://doi.org/10.1088/1361-6501/ad3cff

Nemati, A., Lukić, B., Tengattini, A., Briffaut, M., & Séchet, P. (2024b). Water vapor condensation in porous media: Effects of fracture, porosity, and flow rate revealed by rapid 4D neutron imaging. *Advances in Water Resources*, 104872. https://doi.org/10.1016/j.advwatres.2024.104872

Ogniewicz, Y., & Tien, C. L. (1981). Analysis of condensation in porous insulation. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, *24*(3), 421–429. https://doi.org/10.1016/0017-9310(81)90049-1

Qin, M., Aït-Mokhtar, A., & Belarbi, R. (2010). Two-dimensional hygrothermal transfer in porous building materials. *Applied Thermal Engineering*, *30*(16), 2555–2562. https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2010.07.006

Sözen, M., & Vafai, K. (1990). Analysis of the non-thermal equilibrium condensing flow of a gas through a packed bed. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, *33*(6), 1247–1261. https://doi.org/10.1016/0017-9310(90)90255-S

Stavropoulou, E., Andò, E., Roubin, E., Lenoir, N., Tengattini, A., Briffaut, M., & Bésuelle, P. (2020). Dynamics of Water Absorption in Callovo-Oxfordian Claystone Revealed With Multimodal X-Ray and Neutron Tomography. *Frontiers in Earth Science*, *8*. https://doi.org/10.3389/feart.2020.00006

Vafai, K., & Tien, H. C. (1989). A numerical investigation of phase change effects in porous materials. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, *32*(7), 1261–1277. https://doi.org/10.1016/0017-9310(89)90027-6

Wyrwał, J., & Marynowicz, A. (2002). Vapour condensation and moisture accumulation in porous building wall. *Building and Environment*, *37*(3), 313–318. https://doi.org/10.1016/S0360-1323(00)00097-4

Zhang, Y., Peng, X. F., & Conte, I. (2007). Heat and Mass Transfer with Condensation in Non-Saturated Porous Media. *Numerical Heat Transfer, Part A: Applications*, *52*(12), 1081–1100. https://doi.org/10.1080/10407780701453800

Analyse de la géométrie des liaisons mécaniques et de leur impact sur le comportement global et local du Béton Armé.

Amine BEN-DAHOU

Laboratoire LMC2, Université Claude Bernard Lyon 1, 82 bd Niels Bohr, 69100 Villeurbanne, France,
amine.ben-dahou@univ-lyon1.fr

RESUME

Cette étude analyse le comportement mécanique de coupleur d'armature de nouvelle génération. Le procédé de fabrication des liaisons d'armatures est couplé à une « normalisation de l'acier », qui consiste à libérer les contraintes résiduelles induites par le processus d'emboutissage des barres d'acier. Cette "normalisation" permet de retrouver une loi de comportement identique à celle de l'acier, avec des seuils élastiques et plastiques inchangés. L'analyse du comportement local et global des éléments en béton armé, de type poutres et tirants prend également en compte la géométrie des liaisons d'armatures. Les performances mécaniques des liaisons ont été évaluées à travers les mécanismes de fissuration, les distributions de déformation, les courbes charge-flèche, en utilisant des outils avancés comme la corrélation d'images (DIC) et les capteurs à fibre optique distribués (DFOS). Les résultats montrent que la normalisation des barres améliore le transfert de charges, réduit l'ouverture des fissures et homogénéise la distribution des déformations et également que la géométrie des coupleurs joue un rôle clé dans le comportement non linéaire global des éléments en béton armé.

Mots-clefs : *liaisons mécaniques, béton armé, fissuration, corrélation d'images, fibre optique*

I. INTRODUCTION

Les liaisons d'armatures constituent une avancée récente dans l'industrie de la construction, offrant une alternative efficace aux recouvrements traditionnels pour relier deux barres d'armatures (Chidambaram and Agarwal, 2018). Ces coupleurs présentent de nombreux avantages par rapport aux méthodes conventionnelles, notamment une meilleure efficacité dans le transfert des charges entre les barres (Ben-dahou et al., 2024), tout en réduisant la consommation de matériaux. Différents types de coupleurs sont disponibles sur le marché, mais les coupleurs filetés parallèles sont particulièrement appréciés en raison de leur petite taille et de leur installation moins laborieuse.

La géométrie extérieure des coupleurs (Bompa and Elghazouli, 2018a) ainsi que les procédés associés à leur conception et fabrication, jouent un rôle déterminant dans leurs performances mécaniques et leur interaction avec les structures en béton armé. Parmi ces procédés, l'emboutissage de l'extrémité des barres pour la réalisation des filetages sur les barres d'armature modifie le comportement de l'acier par un effet Bauschinger. Une innovation proposée par Bartec consiste à effectuer une « normalisation » des barres d'acier qui modifie la loi de comportement de l'acier. Ce procédé, qui consiste à éliminer les contraintes résiduelles générées lors de l'emboutissage, permet de rétablir les propriétés mécaniques optimales de l'acier tout en assurant un comportement plastique initial. Par ailleurs, la géométrie des coupleurs influence de manière significative non seulement sur les mécanismes de fissuration et de déformations, mais également sur le comportement local et global des éléments en béton armé. Cependant, l'effet combiné de la

normalisation des armatures et des variations géométriques des coupleurs restent peu exploré, notamment dans des éléments de structures en béton armé.
L'analyse des comportements mécaniques, à la fois à l'échelle locale et globale, repose sur l'utilisation d'outils expérimentaux avancés tels que la corrélation d'images numériques (DIC) (Fayyad and Lees, 2017) et les capteurs à fibres optiques distribués (DFOS) (Berrocal-et-al, 2021). Ces techniques permettent une étude précise de la distribution, de la propagation et de l'ouverture des fissures, ainsi que des déformations locales dans les barres d'acier et le béton. Elles offrent une compréhension approfondie des phénomènes complexes associés à l'utilisation des coupleurs dans les structures en béton armé.
Cette étude vise à analyser l'impact de la géométrie des coupleurs mécaniques et des procédés de filetage des barres d'acier sur les mécanismes de fissuration et de déformation des poutres et tirants en béton armé. Des essais expérimentaux ont été menés, incluant des tests de flexion quatre points monotones sur des poutres et des essais de traction directe sur des tirants, afin de caractériser leur comportement non linéaire. Les résultats obtenus apportent une meilleure compréhension du rôle de la « normalisation » et de la géométrie des coupleurs dans l'amélioration des performances mécaniques et de la durabilité des structures en béton armé.

II. PROGRAMME EXPERIMENTAL

A. Description des échantillons

1. Les tirants

Les tirants sont de dimensions 150×150×750 mm³, conformément aux dimensions fréquemment utilisées dans la littérature pour ce type d'essais, afin d'étudier leur comportement en fissuration (Chrysanidis and Panoskaltsis, 2022). Ce choix est également justifié par les limitations dimensionnelles de la machine d'essai en traction disponible au laboratoire. Une armature en acier de 20 mm de diamètre, représentant 1,3 % du volume total du tirant, est positionnée de manière continue sur toute la longueur de l'échantillon. Un béton de classe de résistance de F_{ck} = 50 MPa mesurée au laboratoire a été utilisé, avec une $f_{ctm} = 4{,}1\ MPa$, déterminée suivant la norme de l'Eurocode 2 (EN 1992-1-1).

Pour une vue d'ensemble, les caractéristiques géométriques des liaisons et des échantillons en béton sont synthétisées dans la FIGURE 1 et TABLEAU 1.

TABLEAU 1. Types de liaisons d'armatures testées lors des essais de traction directe

Échantillons	Notation	Nombre
Tirants de référence	T-REF	3
Tirants avec Liaisons Haute Adhérence Normalisées Centrées	T-LHNC	3
Tirants avec Liaisons Haute Adhérence Non-Normalisées Centrées	T-LHNNC	3
Tirants avec Liaisons Olive Normalisées Centrées	T-LONC	3
Tirants avec Liaisons Olive Non-Normalisées Centrées	T-LONNC	3
Tirants avec Liaisons Lisse Normalisées Centrées	T-LLNC	3
Tirants avec gros coupleurs et courts centrés	T-GCC	3
Tirants avec coupleurs longs centrés	T-CLC	3

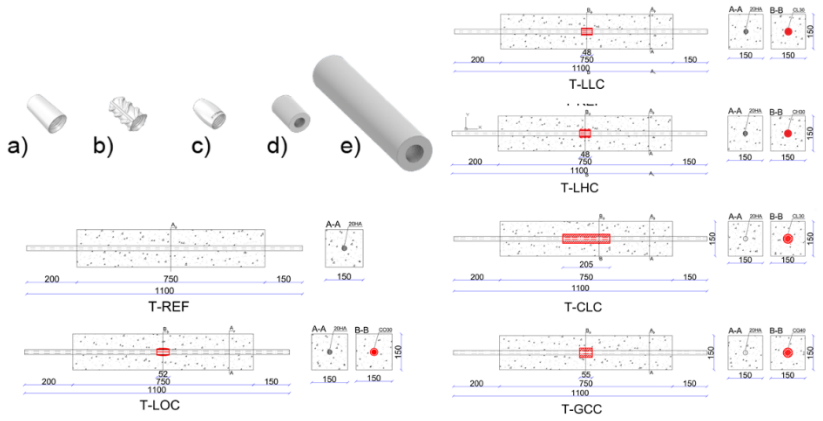
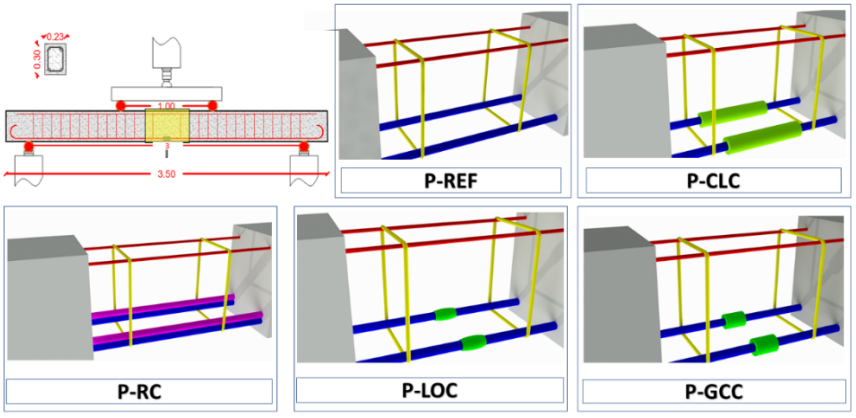


FIGURE 1. Dimensions des tirants en [mm] et position des coupleurs centrée dans le bloc de béton a) coupleur lisse, b) coupleur à haute adhérence, c) coupleur Olive, d) gros coupleur, e) coupleur long

2. Les poutres

Les poutres soumises aux essais sont de dimensions 0,23 x 0,30 x 3,50 m3. Les aciers utilisés sont de nuance S500B conformément au plan de ferraillage illustré en Figure 2. Les armatures longitudinales de traction sont constituées de deux armatures de diamètre 20 mm, correspondant à un pourcentage volumique d'acier de 1 %. Le programme expérimental inclut 6 séries distinctes, de trois poutres. Les configurations spécifiques de chaque série, incluant la géométrie des coupleurs, et les détails du ferraillage, sont résumées dans la FIGURE 2. Les cadres d'effort tranchant et les armatures montage sont uniformes pour toutes les séries et utilisent des barres de **8 mm de diamètre**.



Poutre	Type de liaison	N. éch
P-REF	Poutre avec armatures continues	3
P-RC	Poutre avec recouvrement	3
P-LONC	Poutre avec liaisons OLIVE normalisées	3
P-LONNC	Poutre avec liaisons OLIVE non-normalisées	3
P-GCC	Poutre avec gros coupleurs et courts	3
P-CLC	Poutre avec long coupleurs	3

FIGURE 2. Géométrie et position des coupleurs dans la poutre

B. Procédé de normalisation

L'influence des modifications apportées par le processus standard de formage à froid liées au processus de filetage utilisé pour la connexion des barres d'armature (normalisation) a été étudiée. Le processus classique de filetage des liaisons d'armatures comporte deux étapes. Tout d'abord, l'extrémité de la barre d'armature est forgée à froid pour augmenter son diamètre. Ensuite, un filetage cylindrique est appliqué à l'extrémité forgée. Des essais cycliques sur les connexions de barres d'armature conformes à la norme ISO15835-2009 ont été réalisés pour évaluer le processus de formation de la connexion sur le comportement élastique de la barre d'acier. Les résultats ont

montré que les déformations plastiques causées par les contraintes résiduelles dans l'acier étaient présentes après le déchargement et qu'elles sont liées au processus standard de formage à froid, comme le montre la FIGURE 3.a. Dans un assemblage normalisé, les contraintes internes associées au processus de fabrication des filets par pression de l'extrémité de la barre sont éliminées par une contrainte de traction après étirement, ce qui entraîne le comportement d'un acier conventionnel avec les mêmes limites d'élasticité (FIGURE 3.b).

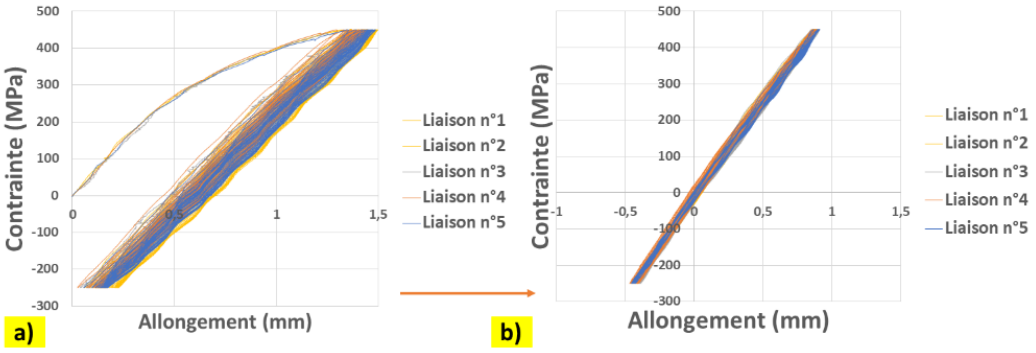


FIGURE 3. Courbes contrainte-allongement : a) liaisons non normalisées, b) liaisons normalisées

C. *Protocole de l'essai*

Un béton de type C35/40 a été utilisé pour les essais. Le protocole d'essai de flexion en quatre points avec un chargement monotone appliqué sur la partie centrale a été adopté pour les poutres (FIGURE 5.a). Les tirants ont été testés avec une machine de traction d'une capacité de 700 kN. Le chargement a été appliqué jusqu'à ce que les armatures atteignent leur plastification. Le chargement a été contrôlé en déplacement à une vitesse de 2 mm/min à l'aide d'un vérin hydraulique (FIGURE 4). Pour les poutres, un capteur d'effort de 500 kN (précision ±0,1 %) est placé entre le vérin hydraulique et le chevêtre d'appui, ainsi qu'un capteur à fil à mi-travée pour mesurer la flèche. Des jauges de déformation ont été collées au milieu des barres de traction, au niveau des coupleurs et aux extrémités des recouvrements. Toutes les jauges avaient une résistance de 120 Ω et une longueur de grille de 10 mm.
L'instrumentation a été complétée par les techniques de corrélation d'images (DIC) et de fibre optique, afin d'analyser les mécanismes de fissuration ainsi que les profils de déformation des barres dans les poutres (FIGURE 4 et FIGURE 5.b).

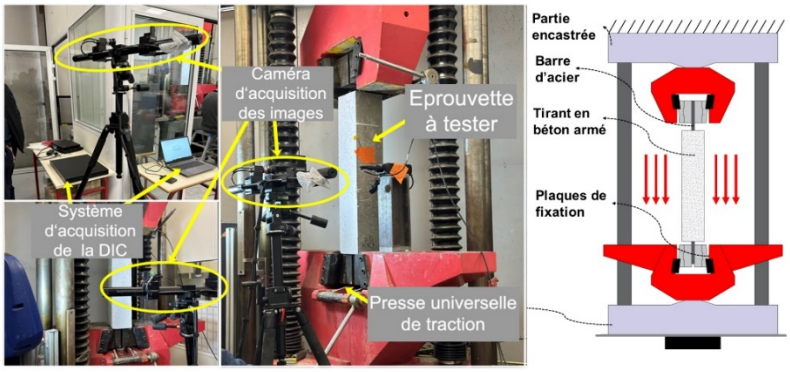


FIGURE 4. Dispositif d'essai pour les essais de traction directe, et de la corrélation d'images (DIC)

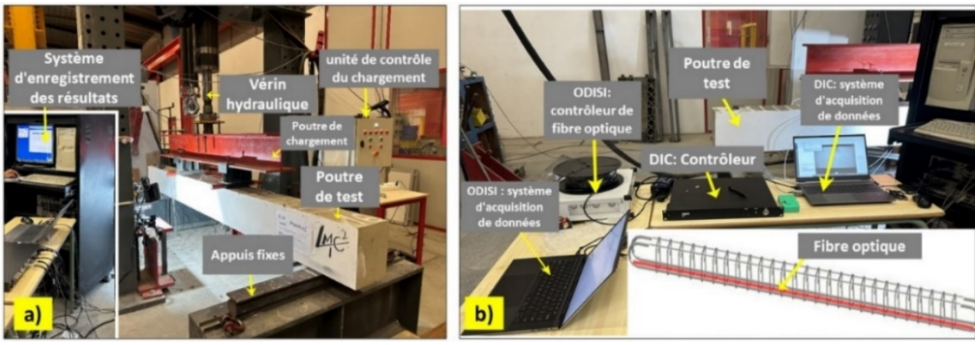


FIGURE 5. a) dispositif d'essai pour les essais de flexion 4 points. b) dispositif de la corrélation d'images (DIC) et de la fibre optique (DOFS).

III. RESULTATS ET DISCUSSION

A. Essai de flexion sur les poutres

- **Comportement global : courbes charge-flèche**

Les résultats expérimentaux montrent que le procédé de normalisation des filetages des barres influence le comportement global des poutres.
La force limite élastique, la charge maximale et leurs déplacements équivalents ont été déterminés selon la méthode définie par Park (Park, 1988), qui permet d'identifier les différentes phases du comportement structural à partir de la courbe charge-déplacement.

Les poutres P-LONC présentent une force limite élastique $\mathbf{F_{elas}}$ = **143,67 kN** et une force maximale $\mathbf{F_{max}}$ de **158,33 kN**. Tandis que les poutres P-LONNC, avec des barres non normalisées présentent des valeurs inférieures, avec $\mathbf{F_{elas}}$ =137 kN et $\mathbf{F_{max}}$ = 151,52 kN. Le précédé de normalisation améliore ainsi la charge limite élastique de **5%** et la charge maximale de **4,5%** par rapport au procédé classique de réalisation de filetage (FIGURE 6 et TABLEAU 2).

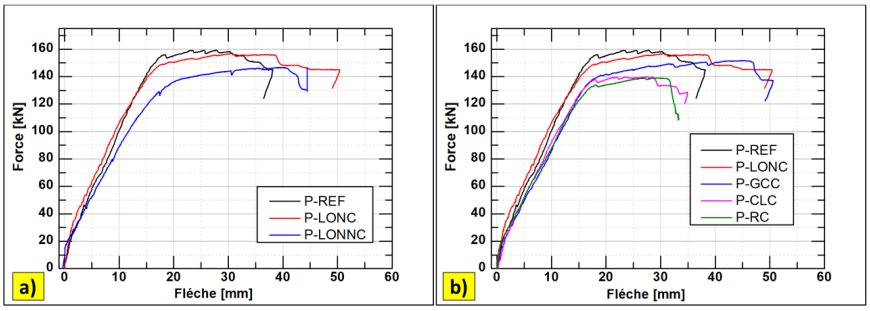


FIGURE 6. Courbes charges flèche des poutres : a) effet de la normalisation, b) effet de la géométrie

TABLEAU 2. Valeurs de l'effort pour chaque configuration

Type	F_{elas} [KN]	%	δ_{elas} [mm]	F_{max} [kN]	%	δ_{max} [mm]
P-REF	145,80 ±1,30	-	17,56 ±0,56	158,01 ±1,22	-	46,10 ±6,00
P-ONC	143,67 ±1,15	98,6	18,70 ±0,44	158,33 ±1,53	101,0	50,37 ±3,46
P-ONNC	137,00 ±3,61	-6,0	18,40 ±1,54	151,52 ±5,80	-5,0	39,80 ±0,82

P-GCC	135,50 ±3,53	93,6	17,40 ±0,98	146,00 ±7,07	96,2	32,35 ±18,31
P-RC	134,25 ±4,99	92,0	16,08 ±0,72	145,75 ±6,07	99,8	36,30 ±4,78
P-GCL	131,00 ±1,41	89,8	15,75 ±0,07	139,50 ±0,70	95,7	32,35 ±4,24

Les résultats présentés dans la FIGURE 6.b et le TABLEAU 2 montrent que les poutres de référence (P−REF), présentent les performances les plus élevées, en termes de force limite élastique F_{elas} =145 kN) et de force maximale F_{max} =158kN. Les résultats montrent également que la variation de la géométrie des liaisons des armatures influence ces deux efforts ; des variations similaires à celles des poutres de référence dans la phase élastique. Les poutres P-LONC présentent une variation similaire à celle des poutres P-REF dans la phase élastique, avec une force élastique F_{elas} inférieure de seulement **1,4%**. L'augmentation des dimensions des liaisons conduit à la réduction des charges élastiques, maximales et de ductilité comme montré dans la FIGURE 6 et le TABLEAU 2. Les poutres P-CLC ont présenté la force de limite d'élasticité et force maximale les plus faibles, mesurées respectivement à 131 kN et 139kN.

- **Comportement local : Mécanismes de fissuration**

Les courbes de la figure FIGURE 7.a représentant la charge en fonction de l'ouverture de fissure maximale, mesurée par DIC permettent de visualiser le champ de déplacement sur une surface de 300 mm x650 mm située au niveau de la zone du moment constant. La caméra est placée perpendiculairement à la surface à une distance de 550mm, les données sont ensuite traitées avec le logiciel GOM Correlate. Les résultats montrent que l'élimination des contraintes résiduelles liées au procédé classique de filetage des barres permet une redistribution uniforme des déformations dans les armatures. Ce comportement est similaire à celui observé dans les poutres de référence (P-REF) avec une distribution et ouvertures des fissures similaires. En revanche, les poutres P-LONNC, avec des barres non-normalisées, présentent des ouvertures de fissures plus importantes par rapport aux configurations P-LONC, P-REF et P-RC, ce qui reflète une répartition moins homogène des déformations dans la barre. La FIGURE 7.b, qui présente la charge en fonction de l'ouverture de la fissure la plus large pour les configurations P-REF, P-LONC, P-GCC et P-CLC, indique que la géométrie du coupleur n'a pas d'effet significatif sur le comportement local des poutres. En effet, les courbes montrent des pentes similaires, traduisant des ouvertures de fissures comparables entre les différentes configurations.

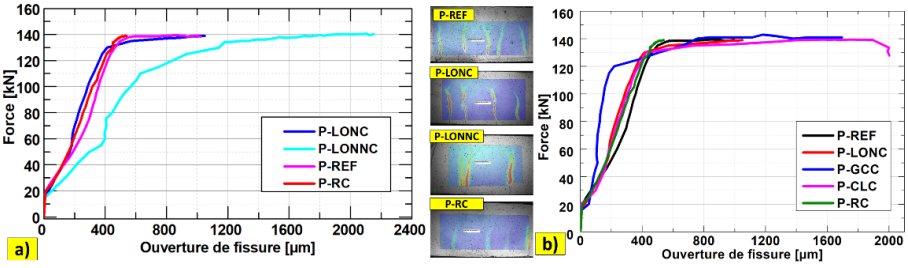


FIGURE 7. Courbes Force-Ouverture de fissure obtenues par la DIC : a) effet de normalisation, b) effet de la géométrie

- **Comportement local : déformation dans les armatures par fibre optique**

Les résultats obtenus grâce aux mesures par fibres optiques offrent des conclusions intéressantes sur le comportement local des poutres avec liaisons d'armatures. Ils révèlent que les points de

concentration des déformations observés dans le profil de déformation le long des fibres optiques correspondent précisément à la position des fissures dans les poutres, permettant ainsi de détecter efficacement les microfissures (FIGURE 8).

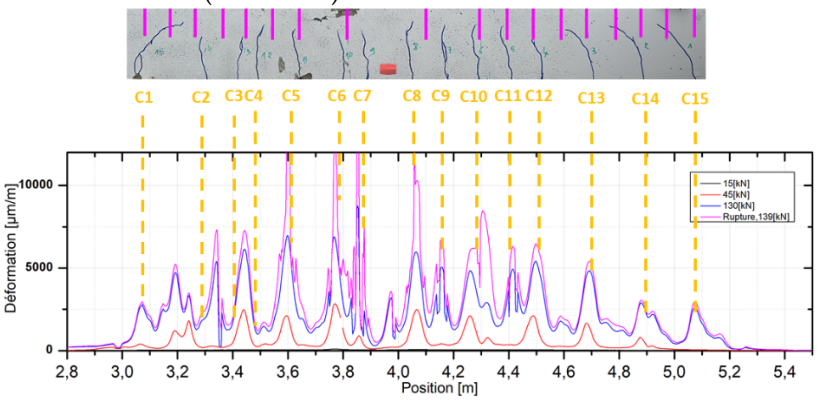


FIGURE 8. Corrélation entre la distribution des fissures et les profils de déformations mesurées par fibre optique dans la poutre P-ONC.

Pour un même niveau de charge de 5kN, proche de 5% F_{elas} des poutres P-REF, des différences notables de déformation entre les configurations ont été observées. La poutre P-REF montre une distribution de déformation homogène dans la barre, avec point de concentration de déformation au centre de la poutre, associé à l'apparition de microfissures (FIGURE 9).

La poutre P-RC montre plus de déformation aux extrémités des recouvrements, liées à la variation de section de l'acier à ces endroits. L'effet de la normalisation des barres est clairement mis en évidence. La suppression des déformations résiduelles, obtenue par traction préalable des barres, favorise une redistribution homogène des déformations le long des barres, réduisant ainsi les concentrations de déformations et limitant l'apparition de microfissures dans la poutre, comme illustré dans la FIGURE 9.

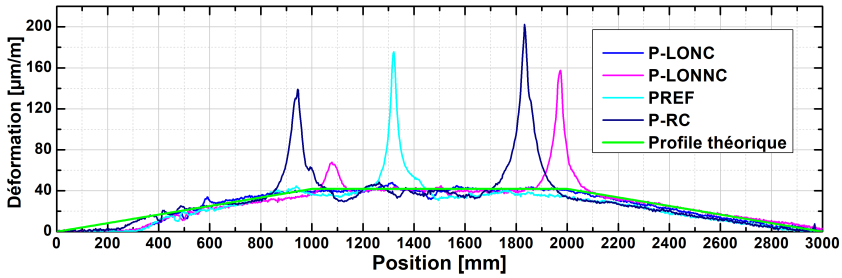


FIGURE 9. Profils de déformations pour les poutres avec toutes les configurations, pour un niveau de chargement de 5[kN].

B. Essai de traction directe sur les tirants

- **Comportement global : schéma de fissuration**

La FIGURE 10 illustre l'état de fissuration des tirants à la rupture. Les tirants avec des liaisons normalisées T-LONC et T-LHNC (FIGURE 10.b et c) présentent une distribution de déformations plus uniforme, ce qui conduit à la formation d'une seule fissure principale au centre des tirants. En revanche, les configurations avec des liaisons non normalisées T-LONNC et T-LHNNC montrent une rupture plus rapide, localisée au centre, avec la formation de fissures transversales secondaires supplémentaires dans cette zone (FIGURE 10.d et e). Ces résultats indiquent que l'utilisation de liaisons centrées avec filetages de barres normalisés permet d'obtenir des caractéristiques de fissuration similaires à celles des tirants de référence.

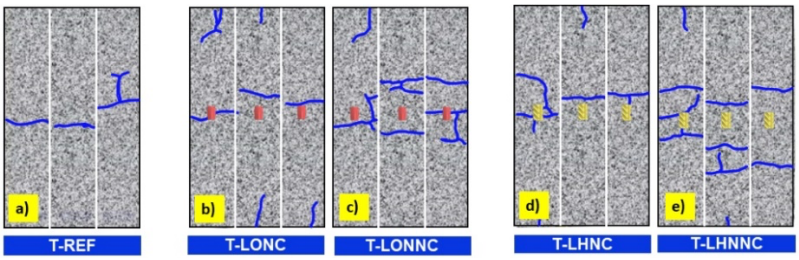


FIGURE 10. Etat de fissuration à la rupture des tirants : effet de la normalisation

Pour les tirants avec liaisons courtes (T-REF, T-LLNC, T-LONC, T-LHNC, T-GCC), une fissure principale perpendiculaire à l'axe de chargement se développe à mi-hauteur de l'éprouvette qui pourrait être attribuée au fait que le béton a atteint sa limite de traction en raison de la tension axiale dans l'armature. Elle est accompagnée de fissures parallèles à cet axe entraînant des fissures normales à l'axe de la barre. Cette observation correspond étroitement aux résultats d'études antérieures (Nawaz et al., 2020) qui font état d'orientations de fissures similaires dans des conditions de chargement comparables. La distribution des fissures est similaire à celle des échantillons de référence (Bompa and Elghazouli, 2018b). Cependant, la configuration T-CLC (FIGURE 11.f) présente des fissures secondaires transversales concentrées au milieu des tirants qui impliquent une perte excessive d'adhérence entre le béton et la barre d'acier. Lorsque la surface du coupleur augmente (comme c'est le cas pour les coupleurs longs et larges), l'apparition d'autres fissures dans les zones situées au-dessus et au-dessous du coupleur peut être due soit à un glissement causé par une capacité d'adhérence plus faible au niveau du coupleur (Bompa and Elghazouli, 2018b) soit à une réduction de la surface de béton autour de l'acier. Ce facteur doit être pris en compte lors de l'analyse du comportement des fissures.

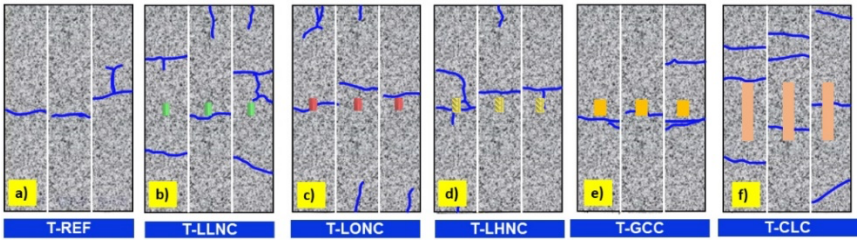


FIGURE 11. état de fissuration à la rupture des tirants: effet de la géométrie de la liaison

- **Comportement global : charge d'ouverture de fissure**

Une analyse détaillée de la force nécessaire à l'apparition de la première fissure dans les éprouvettes a révélé qu'à l'exception des tirants T-GCC, la présence de coupleurs, quel que soit leur type, n'a pas réduit la charge nécessaire à l'apparition de la première fissure. La FIGURE 12 présente les histogrammes moyens des charges d'ouverture de la première fissure pour les différentes configurations. Les tirants T-GCC ont montré une réduction de 70 % de la charge requise pour initier la première fissure, indiquant que ces configurations peuvent affaiblir la résistance initiale à la fissuration. Ces résultats mettent en évidence que la géométrie des coupleurs influence le comportement de fissuration des éléments en béton armé, en modifiant la charge nécessaire pour amorcer la première fissure. Dans le cas des tirants T-GCC, des zones de faiblesse structurelle et des concentrations de contraintes dues à des défauts géométriques peuvent se former, réduisant ainsi la charge critique pour initier la fissure, comme l'ont montré des recherches antérieures (Dabiri et al., 2022).

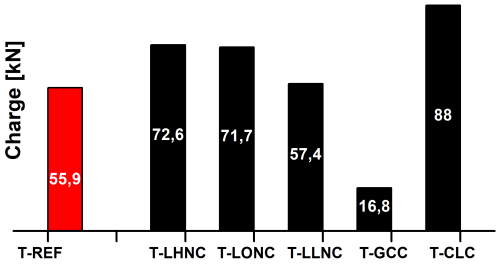


FIGURE 12. Histogrammes des charges d'ouverture de la première fissure pour tous les types d'échantillons.

- **Comportement local : Ouverture de fissure**

Pour évaluer l'influence des différents types de liaisons sur le comportement en fissuration des tirants en béton armé, l'ouverture maximale des fissures mesurée expérimentalement a été comparée à l'ouverture théorique calculée selon l'Eurocode 2, pour un niveau de charge correspondant à 0,8F_{yk} de l'acier.

$$w_k = S_{r,max}(\varepsilon_{sm} - \varepsilon_{cm}) \quad (1)$$

Où ε_{sm} est la déformation de l'acier en traction et ε_{cm} la déformation du béton en traction avant fissuration, avec

$$\varepsilon_{sm} - \varepsilon_{cm} = \frac{(\sigma_s - k_t\left(\frac{f_{ct,eff}}{\rho_{p,eff}}\right).(1 + \alpha_e.\rho_{p,eff}))}{E_s} \quad (2)$$

Où σ_s est la contrainte de l'acier, k_t facteur de charge à court terme $k_t = 0.6$ (lié au calendrier des essais), E_s est le module d'élasticité de l'acier, et $f_{ct,eff}$ est le module d'élasticité du béton. α_e est le rapport du module de Young (coefficient d'équivalence) = E_s / E_{cm}. $\rho_{p,eff}$ est le pourcentage de la section de traction autour de l'acier, calculé comme $\rho_{p,eff} = \frac{A_s}{A_{c,eff}}$, où A_s est la surface de la section transversale de l'acier de traction (3.14 cm²) et $A_{c,eff}$ est la section transversale du béton en traction autour de la barre d'armature calculée selon l'équation (3) :

$$A_{c,eff} = b\,.Min\left[2{,}5\,(h - d); \frac{h - x}{3}; 0{,}5\,h\right] \quad (3)$$

Où h est la hauteur du tirant, d est la hauteur utile et x est la hauteur du béton comprimé (=0).
L'espacement des fissures $S_{r,max}$ est calculé suivant l'équation (4) :

$$S_{r,max} = 3{,}4\,c + \left(\frac{0{,}425\,k_1.k_2.\emptyset}{\rho_{p,eff}}\right) \quad (4)$$

Où c est l'enrobage de l'armature (égal à 65 mm), k_1 = 0,8 pour l'acier à haute adhérence, et k_2 = 0,6 pour la traction.

TABLEAU 3. Comparaison des valeurs d'ouverture des fissures à 0,8 F_{yk} avec les valeurs théoriques pour différentes configurations de traverses

Tirant	Ouverture de fissure [µm]	Ouverture théorique [µm]	%
T-REF	830	776	6
T-LONC	525		-2
T-HNC	670		-15
T-LONNC	700		-10
T-HNNC	759		-3

Les tirants de référence T-REF montrent des ouvertures de fissures conformes aux prévisions théoriques. Les résultats de cette analyse confirment les observations faites lors des essais de flexion. La normalisation des barres favorise une redistribution homogène des déformations réduisant ainsi les ouvertures de fissures. En effet, les tirants avec liaisons normalisées T-LONC et

T-LHNC présentent des ouvertures de fissures plus faibles par rapport à ceux avec liaisons non normalisées T-LONNC et T-LHNC (**TABLEAU 3**).

IV. CONCLUSIONS

- La normalisation des liaisons modifie la répartition des déformations dans la barre, réduisant les concentrations de contraintes et limitant les microfissures. Les poutres et les tirants ayant des liaisons normalisées montrent des ouvertures de fissures plus faibles, confirmant une performance locale et globale améliorée du procédé de normalisation.
- La géométrie des coupleurs influence la résistance, la fissuration et la répartition des fissures dans les éléments en béton armé. Les tirants avec des liaisons compactes de petit diamètre, présentent un comportement de fissuration proche de celui des tirants de référence, tandis qu'avec des liaisons de diamètre plus grand, comme T-GCC, les coupleurs réduisent la charge d'apparition de la première fissure.
- Dans la continuité de ce travail, plusieurs perspectives peuvent être envisagées. Une modélisation numérique fine des zones de liaison pourrait permettre de mieux comprendre les mécanismes de concentration des contraintes et d'initiation des fissures, et ainsi d'optimiser la conception des coupleurs.

V. REFERENCES

Ben-dahou, A., Ferrier, E., Gabor, A., Michel, L., Gardes, R., Boisson, R., Poissonnet, C., Dolo, J.-M., 2024. Influence of rebar couplers on the cracking behavior of reinforced concrete beams. Nuclear Engineering and Design 416, 112801.

berrocal-et-al, 2021. Assessment and visualization of performance indicators of reinforced concrete beams by distributed optical fibre sensing.

Bompa, D.V., Elghazouli, A.Y., 2018a. Monotonic and cyclic performance of threaded reinforcement splices, in: Structures. Elsevier, pp. 358–372.

Bompa, D.V., Elghazouli, A.Y., 2018b. Ductility of reinforced concrete members incorporating mechanical splices, in: Proceedings of the 16th European Conference on Earthquake Engineering (16ECEE), Thessaloniki, Greece. pp. 18–21.

Chidambaram, R.S., Agarwal, P., 2018. Performance evaluation of innovative hybrid rebar coupler in reinforced concrete beams subjected to monotonic loading. Structural Concrete 19, 892–903. https://doi.org/10.1002/suco.201700083

Chrysanidis, T.A., Panoskaltsis, V.P., 2022. Experimental investigation on cracking behavior of reinforced concrete tension ties. Case Studies in Construction Materials 16, e00810.

Dabiri, H., Kheyroddin, A., Dall'Asta, A., 2022. Splice methods used for reinforcement steel bars: A state-of-the-art review. Construction and Building Materials 320, 126198.

Fayyad, T.M., Lees, J.M., 2017. Experimental investigation of crack propagation and crack branching in lightly reinforced concrete beams using digital image correlation. Engineering Fracture Mechanics 182, 487–505.

Nawaz, W., Yehia, S., Elchalakani, M., 2020. Lap splices in confined self-compacting lightweight concrete. Construction and Building Materials 263, 120619.

Park, R., 1988. Ductility evaluation from laboratory and analytical testing, in: Proceedings of the 9th World Conference on Earthquake Engineering. Tokyo-Kyoto Japan, pp. 605–616.

Rimkus, A., Gribniak, V., 2017. Experimental investigation of cracking and deformations of concrete ties reinforced with multiple bars. Construction and Building Materials 148, 49–61.

Etude expérimentale de pieux vissés pour fondation en zone littorale

NABY Jeanne Jacintha

LMGC, Université de Montpellier, CNRS, Montpellier, France

RESUME

Les pieux vissés sont une technologie de fondation légère, résistante et à faible impact environnemental. Ils sont généralement utilisés pour des sols de faible portance, notamment en milieux aquatique et côtier. Dans ce travail, on s'intéresse à la caractérisation du comportement et à l'optimisation de ce type de fondation dans le cadre de l'implantation de structures temporaires sur le littoral, sous différentes conditions de charge et d'environnement. Ainsi, une étude paramétrique expérimentale est menée pour évaluer l'impact des paramètres géométriques (diamètre d'hélice, profondeur d'encastrement du pieu, espacement et nombre d'hélices) en conditions sèche et saturée. Des essais avec des pieux à section pleine et demi-section ont été effectués. Le dispositif est basé sur un modèle réduit en impression 3D et un sol modèle en billes de verres. Les champs de vitesse et gradients de déformation du sol obtenus par corrélation d'images (DIC) permettent d'identifier les faciès de rupture autour des pieux et de mieux comprendre les mécanismes d'interaction pieu-sol. Ces résultats expérimentaux sont ensuite comparés aux prédictions des modèles analytiques afin de valider et d'affiner les modèles de conception proposés dans le cadre de cette étude. Dans cet article, seuls les résultats en traction seront présentés, la compression, une démarche expérimentale à échelle 1 ainsi qu'une modélisation numérique feront l'objet d'autres publications.

Mots-clefs pieux vissés, comportement pieu-sol, zone littorale, corrélation d'image

I. INTRODUCTION

L'accès en toute autonomie à la mer reste encore un problème en France actuellement. Un système de mise à l'eau fixe, ludique et thérapeutique, situé à Hyères, développé par l'association « un fauteuil à la mer », solutionne ce problème. Mais, il n'est pas transposable partout vu sa non-conformité à la loi du littoral. Cette loi du 03 janvier 1986 précise que tout aménagement sur la plage doit être démontable, transportable et à faible impact environnemental. C'est dans ce cadre que le projet POZEIA a vu le jour. Ce projet a pour objectif le développement d'un ponton d'accès à la mer pour tous (Figure 1) à base de structures de tenségrité, léger, pliable/dépliable et modulaire. La partie superstructure de ce projet est déjà conçue, réalisée et validée sur le terrain par Issam Hrazmi (Hrazmi et al., 2021). Concernant la partie infrastructure, une solution basée sur des pieux vissés hélicoïdaux est envisagée (Figure 2).

Les pieux hélicoïdaux, utilisés généralement dans des ouvrages maritimes, sont un type de fondation économique, réutilisable et respectueux de l'environnement. Ils résistent bien à la

traction, à la compression et aux charges latérales. Le diamètre d'hélice, la profondeur d'encastrement du pieu, l'espacement et le nombre d'hélices, sont des paramètres qui déterminent leur capacité portante. Des études sur la conception de ce type de pieu ont été menées par plusieurs chercheurs. Meyerhof et Adams ont proposé un modèle de conception de pieu à une hélice sollicitée en traction (Meyerhof and Adams, 1968). Ils ont constaté qu'à la rupture, l'hélice présente une surface de rupture de forme cylindrique, comprimée par les sols environnants. Dans d'autres études, Ghaly et al. ainsi que Saeedy, envisagent une surface de rupture en forme de cône tronqué inversé au-dessus de l'hélice (Ghaly et al., 1991; Saeedy, 1987). Ghaly suppose que ce cône présente un profil rectiligne et Saeedy quant à lui, a pris en compte une forme curviligne. Ces études concernent toutes le cas sec alors que le domaine d'emploi envisagé pour le ponton est un milieu saturé. De plus, ces travaux soulignent un changement de comportement du pieu en fonction de sa profondeur (situation superficielle ou profonde), sans que les critères de cette transition ne soient clairement établis. A cela s'ajoute les hypothèses de calcul sur la forme de la surface de rupture proposés dans la littérature qui restent également à approfondir. Dans ce contexte, pour valider cette solution économique et facile à installer, nous allons procéder à une optimisation du modèle de conception du pieu hélicoïdal. Dans le cadre de cet article, nous nous concentrerons spécifiquement sur le comportement du pieu soumis à une charge de traction. Ce mode de fonctionnement, bien que pouvant arriver plus rarement dans des situations où les charges verticales sont appliquées sur la structure de manière excentrée ou lors de chargement hydraulique en soulèvement, n'en est pas moins important à caractériser car il peut mener très vite à un décollement d'appuis puis un basculement et une instabilité d'ensemble de la structure.

Pour cette étude, nous commençons par identifier expérimentalement les paramètres les plus influents sur la résistance du pieu en traction. Ensuite, nous allons procéder à l'observation de la surface de rupture formée lors de la mise en charge. Enfin, nous proposerons un modèle de conception.

FIGURE 1. Module de ponton en situation de test pour l'accès à la mer pour tous

FIGURE 2. Pieux hélicoïdaux mis en œuvre

II. ETUDE PARAMETRIQUE EXPERIMENTALE

Cette partie est consacrée à l'étude paramétrique expérimentale de pieux hélicoïdaux à échelle 1/8 dans un sol modèle, sollicités en traction, dans des conditions sèche et saturée. L'objectif est d'identifier les paramètres géométriques influençant leur résistance en traction (Figure 3).

A. Matériaux et matériels utilisés

Plusieurs configurations et géométries de pieux hélicoïdaux sont testées pour un total de 23 pieux différents (tableau 1), ayant donné lieu à plus de 300 essais suivant l'état du milieu, le type de sollicitation et les tests de répétabilité. Chaque spécimen est imprimé en 3D (Figure 4) par dépôt de fil PLA (acide polylactique).

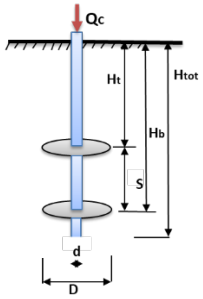


FIGURE 3. Paramètres géométriques des pieux

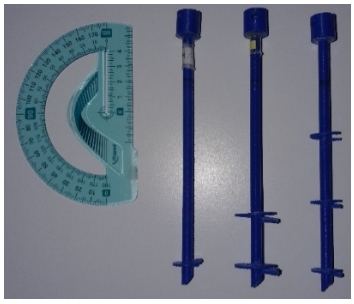


FIGURE 4.Pieux hélicoïdaux imprimés en 3D

TABLEAU 1. Géométries des pieux hélicoïdaux testés (23 combinaisons au total)

	Pieux	**H_{tot} [mm]**	**H_t [mm]**	**H_b [mm]**	**d [mm]**	**D [mm]**	**S [mm]**	**n [-]**
Variation de D	D/d = 1,50 à 4,00 (**d** fixe)	125	83,25	112,5	6,5	9,75 à 26,03	29,25	2
Variation de n	n = 1 à 3	125	31,98 à 112,50	112,5	6,5	9,75 à 26,03	40,26	1 à 3
Variation de H_{tot}	H_{tot} = 32 à 180 mm	32 à 180	-	19,50 à 167,50	6,5	17,89	-	1
Variation de S avec H_{tot} = 180 mm	S/D = 0,50 à 4,75 (**D** fixe)	180	82,52 à 158,55	167,5	6,5	17,89	8,95 à 84,98	2

Avec :

H_{tot} : Hauteur totale du pieu
H_t : Hauteur d'encastrement de l'hélice supérieure depuis la surface
H_b : Hauteur d'encastrement de l'hélice la plus basse depuis la surface
d : Diamètre du fût
D : Diamètre de l'hélice
S : Espacement entre les hélices
n : Nombre d'hélices

Le sol modèle est constitué de billes de verre de diamètres 70 à 110 µm (tableau 2), respectant la condition de Garnier sur la similitude, qui dit que le rapport du diamètre du fût *d* avec le diamètre moyen des grains D_{50} (ici à 85,35 µm) doit être supérieure ou égale à 35 (Garnier, 2002). Ce rapport est de 76 dans notre cas.

TABLEAU 2. Caractéristiques des billes de verre utilisées

Masse volumique sèche	1570 kg/m³	Indice de vide e	0,561
Masse volumique saturée	1931 kg/m³	Teneur en eau saturée W	23 %
Porosité n	35,9 %	Angle de frottement interne	29°

L'échantillon de sol est contenu dans un bac gradué en plastique, en forme de tronc de cône, de diamètres intérieurs 110 mm à la base et 150 mm en haut, et de hauteur 168 mm. La hauteur des

billes de verre dans le conteneur est fixée à 135 mm. Ces dimensions permettent de limiter les effets de bord lors de la traction, selon la recommandation d'une largeur de conteneur d'au moins 2,5 fois le diamètre d'hélice, soit 65 mm minimum dans notre cas, pour un diamètre de pieux maximal de 26 mm) (Abbas et Ali, 2020). Nous avons également vérifié certains essais dans un autre conteneur plus grand, de forme cylindrique, voire un diamètre de 250 mm sur 300 mm de hauteur, et les résultats restent inchangés, ce qui démontre une bonne maîtrise de l'effet de bord.

Les tests sont menés sur une machine universelle MTS équipée d'un capteur de gamme 500 N. Une interface spécifique a été réalisée pour la fixation des modèles de pieux. Un moteur pas à pas est intégré à cette interface **a**fin de minimiser la variabilité due à une intervention humaine en automatisant la phase de mise en place par vissage dans le sol modèle au début de chaque essai.

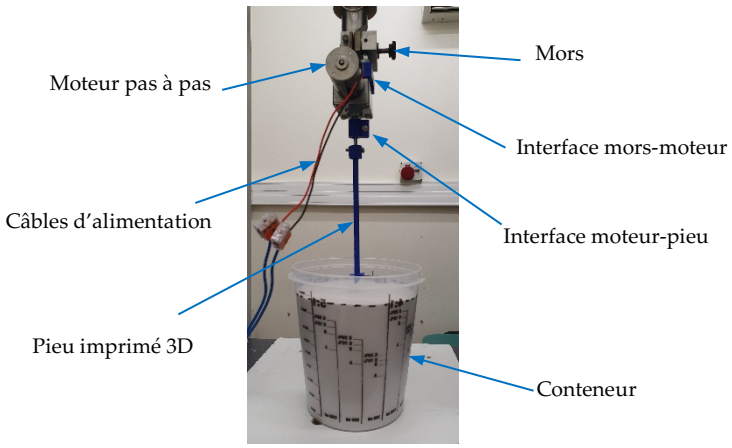


FIGURE 5. **Positionnement du pieu sur la machine MTS avant installation dans le milieu (cas sec)**

B. Démarche expérimentale

Les essais sont faits dans le cas sec puis saturé, par ajout d'eau. Le protocole d'essai, répété au minimum 3 fois par jeu de paramètres, est alors établi comme suit :

1. **Mise en place du milieu modèle :** eau (pour sol saturé) puis billes de verre.
2. **Compactage :** induit par 4 chocs à l'aide d'un maillet sur le côté du conteneur.
3. **Mise en place des pieux** : de manière automatisée, les pieux sont mis en rotation par le moteur intégré en série du capteur de force simultanément à l'enfoncement par la machine à une vitesse synchronisée au pas de l'hélice (40 mm/min pour une rotation de 10 tr/min et un pas de 4 mm) (Figure 5).
4. **Essai** : mise en traction à une vitesse de 2 mm/min pendant 2 min, soit un déplacement total de 4 mm. Cette vitesse est choisie, après étude préalable, pour rester dans un régime quasi-statique.

C. Résultats et interprétation

Les courbes force-déplacement obtenues comportent deux parties (Figure 6) :

- Un premier régime non-régulier et étendu en déplacement (abscisse) correspondant à la mise en place par vissage du pieu jusqu'à la profondeur de début d'essai, où l'on mesure ici de la compression (valeurs négatives) ;
- La courbe d'essai de traction (figure 7) se développant sur un domaine restreint en abscisses et de forme typique avec un extremum (valeurs positives).

La figure 6 montre les courbes brutes obtenues à la suite de 5 essais de traction sur un même pieu de géométrie type D/d = 2,75 à deux hélices (Tableau 1) dans le cas sec, illustrant une bonne répétabilité des résultats. Pour un essai donné, la charge de rupture est définie sur la courbe par la valeur au pic (Figure 7). Dans le cas illustré ici (D/d=2,75), la valeur obtenue est de 9,50 N.

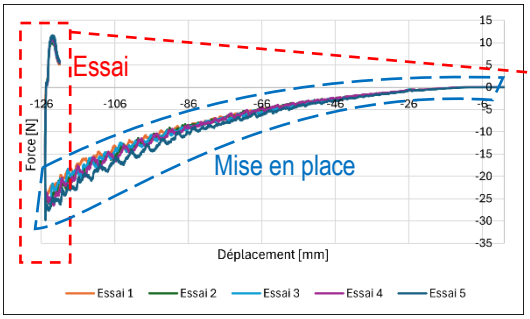


FIGURE 6. Courbes brutes de 5 essais répétés, pour D/d=2,75, cas sec

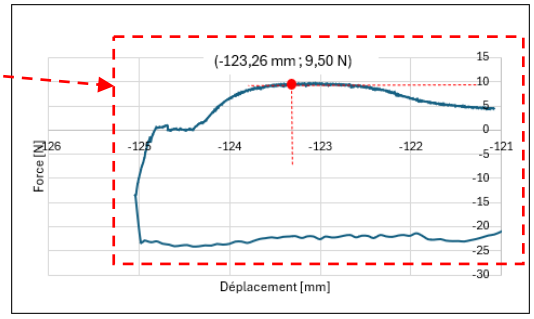


FIGURE 7. Détail sur une courbe de traction (Force >0) pour D/d=2,75, cas sec

Les courbes représentées en figure 8 à 11 sont une synthèse des essais menés avec les géométries définies dans le Tableau 1 pour le cas sec. Elles montrent l'évolution de la charge de rupture en fonction des différents paramètres :

- La figure 8 montre l'accroissement de la résistance des pieux avec le diamètre D (et indirectement la surface) de l'hélice, de 90 % pour D/d allant de 1,5 à 2,75 puis de 22 % de 2,75 à 4 ;
- La figure 9 montre, de manière contre-intuitive, que la charge de rupture diminue avec le nombre d'hélices ;
- La figure 10 permet de visualiser l'augmentation de la charge de rupture en fonction de la profondeur d'encastrement du pieu. Celle-ci augmente de 0,17 N à 37,94 N pour des profondeurs variant entre 32 et 180 mm ;
- La figure 11 rend compte de l'influence de la variation de l'espacement des hélices sur la charge de rupture, qui augmente légèrement de S/D = 0,5 à 2,25, et reste pratiquement stable au-delà de cette valeur. L'augmentation de l'espacement entraîne un accroissement de la charge de rupture d'environ 30% sans toutefois dépasser celle du pieu à une seule hélice pour une même profondeur.

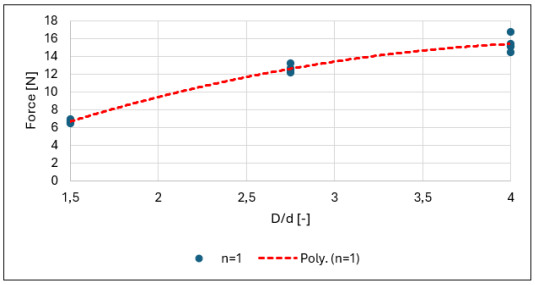


FIGURE 8.Variation du diamètre d'hélice du pieu à une hélice avec H_{tot} = 125 mm

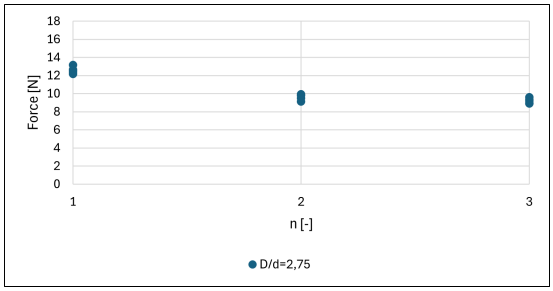


FIGURE 9.Variation du nombre d'hélice de pieu avec D = 17,89 mm

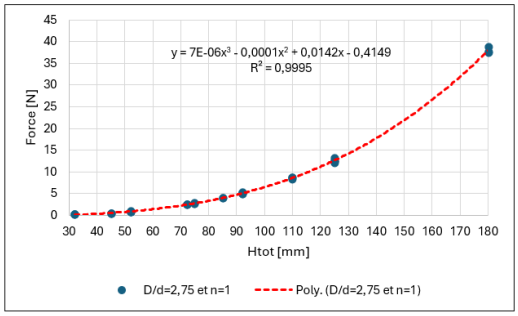


FIGURE 10. Variation de la profondeur totale du pieu à une hélice avec D = 17,89 mm

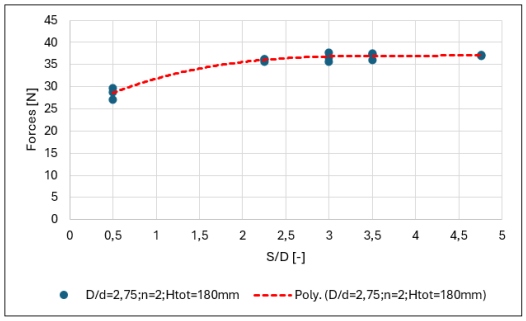


FIGURE 11. Variation de l'espacement d'hélices de pieu avec D = 17,89 mm

Pour évaluer l'impact de l'eau sur la résistance des pieux, nous avons comparé leur charge de rupture dans les cas sec et saturé. En Figure 12, on présente l'évolution des valeurs au pic mesurées en fonction du nombre d'hélices, pour un diamètre donné, dans les deux cas. On constate que les écarts entre la capacité en traction dans les conditions sèches et saturées sont assez réguliers. Les rapports des résistances sec/saturé sont situés entre 1,55 à 1,68. Ces valeurs correspondent au rapport du poids volumique sec (15 700 N/m³) et effectif (9 310 N/m³) des billes de verre qui est de 1,69. Le tracé des résistances adimensionnées par rapport au poids volumique en figure 13 permet de constater cette relation directe.

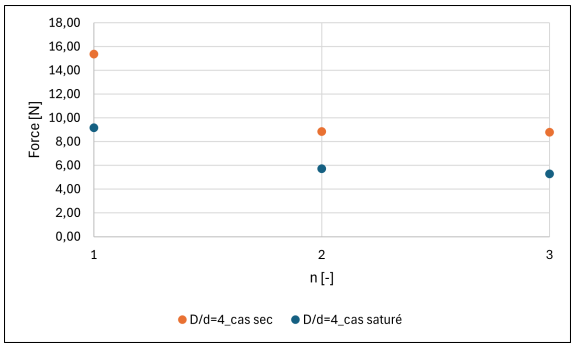


FIGURE 12. Résistance en cas sec et saturé pour n = [1, 2, 3] et D = 26,03 mm

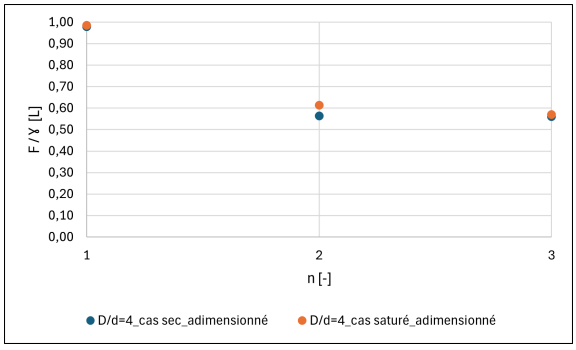


FIGURE 13. Rapport Résistance/poids volumique pour n = [1, 2, 3]

L'étude des résistances en cas sec et saturé en fonction des autres paramètres géométriques (non illustrée ici) montre la même corrélation avec le poids volumique. Ainsi, dans les deux cas, les paramètres les plus influents qui ressortent sont la profondeur d'encastrement et le diamètre de

l'hélice, le nombre d'hélices n'augmentant pas la résistance à l'arrachement. Une première conclusion est qu'une résistance maximale est obtenue avec un pieu hélicoïdal enfoncé profondément et avec un diamètre d'hélice large.

III. IDENTIFICATION DES MODES DE RUINE PAR IMAGERIE

Après avoir identifié les paramètres géométriques les plus influents sur la résistance des pieux, et dans l'objectif de proposer un modèle de résistance, nous avons étudié le mode de rupture du milieu modèle par traitement d'images. Pour illustrer la démarche, l'étude n'est détaillée que sur le cas d'un pieu comportant une seule hélice située à mi-hauteur du fût (D/d = 2,75, H_{tot} = 125 mm, Ht = 56 mm, d = 6,5 mm).

Le problème étant à symétrie cylindrique, un dispositif d'essai est construit pour acquérir des images sur une section verticale du pieu plaqué contre une paroi vitrée dans le milieu modèle (Figure 14). Le déplacement du pieu et des particules des billes de verre lors de la mise en charge est capturé à l'aide d'une caméra à un taux de six images par minute. La vitesse de mise en charge du pieu est de 0,5 mm/min et le déplacement des grains est analysé à différents stades de déformation de 25 à 100% du déplacement correspondant au pic de charge (Figure 15).

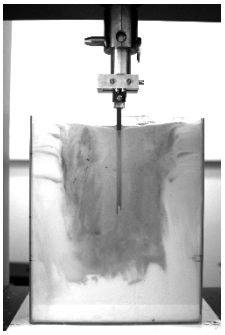


FIGURE 14. Dispositif d'essai d'un demi-pieu avec imagerie

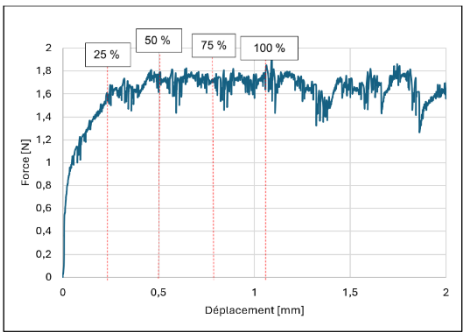


FIGURE 15. Détail de l'évolution de la force de traction au cours de l'essai

Les images obtenues sont traitées par corrélation d'images pour identifier le champ des déplacements puis, par dérivation, le profil qualitatif de la surface de rupture par cisaillement. Ainsi, la figure 16 montre l'intensité, en échelle logarithmique, du gradient des déplacements des billes de verre. Un gradient élevé (jaune) signifie une grande variation de déplacement entre deux régions contiguës, que l'on interprète comme la présence d'une ligne de rupture dans cette zone.

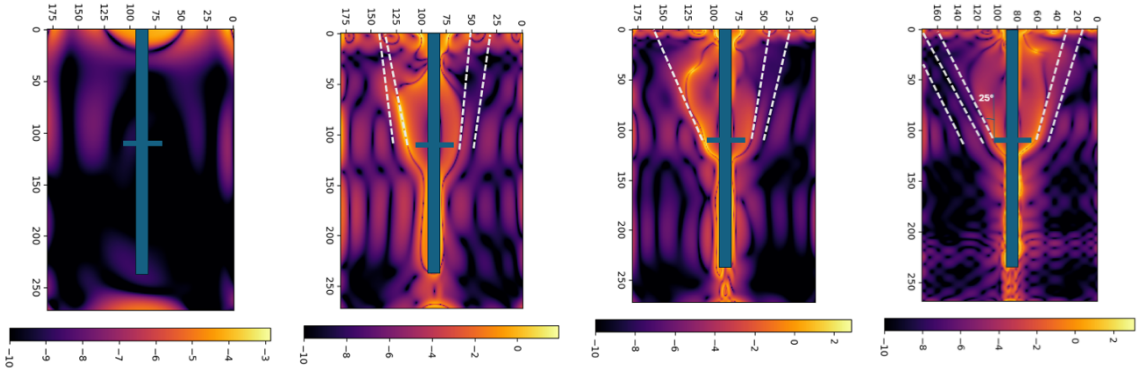


FIGURE 16. Gradient du champ des déplacements à 25%, 50%, 75% et 100% de la limite de rupture. Les zones claires indiquent des déplacements relatifs importants, interprété comme le lieu de cisaillement interne au milieu.

On remarque qu'à partir de 50% de déplacement par rapport à la rupture, une surface en forme de cône tronqué apparaît au-dessus de l'hélice jusqu'à la surface. Cette constatation rejoint les études de divers chercheurs, notamment de Ghaly (Ghaly et al., 1991). L'inclinaison de ce cône évolue jusqu'à la rupture où elle présente une inclinaison maximale avec la verticale de 25°.

IV. MODELE PROPOSE

D'après les images obtenues lors des essais présentant une surface de rupture conique, le modèle que nous proposons, inspiré d'un modèle initial établi par Ghaly (Ghaly et al., 1991), repose sur un schéma de cône tronqué dont la petite base coïncide avec le diamètre de l'hélice du pieu. Le principe, présenté en figure 17, est que la résistance Q_u corresponde au volume de sol agissant par son poids sur l'hélice (W), auquel s'ajoute la résultante de la friction sol-sol (T) mobilisée le long de la surface conique de rupture.

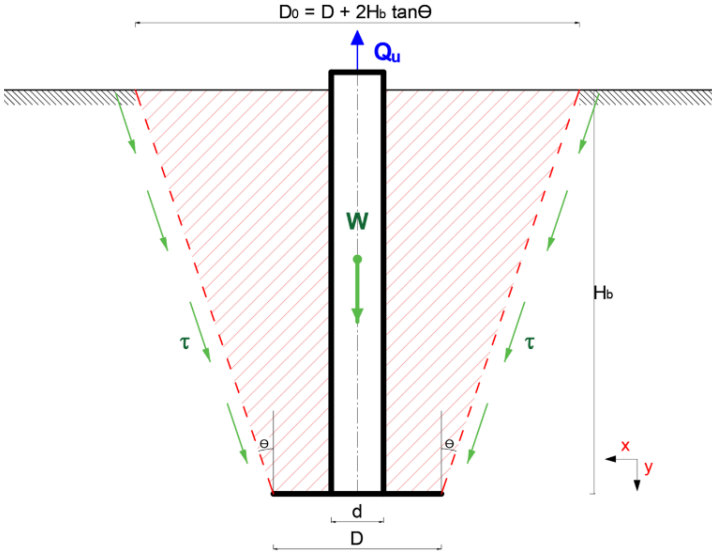


FIGURE 17. Modèle de calcul du pieu en traction

La résistance totale Q_u s'exprime donc par :

$$Q_u = W + T \tag{1}$$

Où :

$$\begin{cases} W = \gamma\left(V_{cône} - V_{fût}\right) = \gamma\left(\left[\frac{\pi}{12}(D^2 + D.D_0 + D_0^2)H_b\right] - \left[\frac{\pi}{4}d^2H_b\right]\right) & (2) \\ T = \int_{Stotale} \tau_y.dS = \int_0^{2\pi}\int_0^{H_b}(\gamma.K_\delta.z.cos\theta)\left(r.d\alpha.\frac{dz}{cos\theta}\right) & (3) \end{cases}$$

Ici, D_0 est le diamètre maximal du cône tronqué et δ l'angle d'incidence de la pression des terres par rapport à la surface de rupture. γ est le poids volumique des billes de verre sèche (15700 N/m³). τ_y est la composante suivant y de la résistance au cisaillement τ et K_δ qui est l'équivalent de K_p*tan(δ) avec K_p le coefficient de pression des terres.

Dans le calcul de T (eq. 3), le rayon r du cône à l'altitude z est :

$$r = \frac{B_0}{2} - \frac{B_0 - B}{2H_b}z$$

(4)

Ce qui conduit à :

$$Q_u = \gamma\left(\left[\frac{\pi}{12}(D^2 + D.D_0 + D_0^2)H_b\right] - \left[\frac{\pi}{4}d^2H_b\right]\right) + \pi\gamma H_b^2\left(\frac{1}{2}D + \frac{1}{3}H_b tan\theta\right)K_\delta \quad (5)$$

La résistance Q_u est en fonction d'un paramètre inconnu K_δ. Pour la valeur de θ, nous avons commencé par utiliser celle observée par imagerie qui est de 25°. Après calage, nous avons obtenu une valeur de K_δ égale à 0,15. Ces paramètres nous ont conduit à des écarts entre résultats théoriques (Q_u) et expérimentaux (F) compris entre 2 et 30%. Par minimisation aux moindres carrés entre le modèle et les résultats expérimentaux, et en faisant varier θ en fonction de K_δ, nous obtenons des valeurs de θ à 27° pour un K_δ de 0,15 (figure 18). Avec ces paramètres, la majorité des écarts sont inférieur à 9%, sauf dans les cas des pieux de faible profondeur (19% pour H_b = 19,5 mm et 28% pour H_b = 32,5 mm). L'optimum trouvé diffère de l'observation en imagerie (25°) mais reste dans l'ordre de grandeur. 27° correspond à 90% de l'angle de frottement interne (29°) et est bien entre 0 à φ , comme l'indique Ghaly (Ghaly et al., 1991).

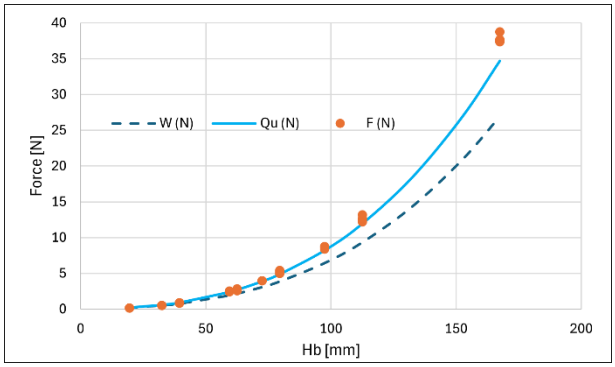


FIGURE 18. **Résultats d'essais F et résistance Q_u du modèle en fonction de la profondeur (D/d = 2,75, d = 6,5 mm, cas sec)**

Il est important de souligner que pour que le modèle soit valide, le rapport entre le diamètre de l'hélice et celui du fût doit être suffisamment élevé, au moins égal à 2. Cette condition semble nécessaire pour permettre la formation du cône de résistance, ce qui est corroboré par l'imagerie, et doit être étudié plus finement.

V. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Dans cette étude, un dispositif a été proposé pour mener des essais de traction à échelle réduite sur différentes géométries de pieux équipés d'hélices hélicoïdales afin d'explorer les paramètres prépondérants dans la résistance, pour un dimensionnement. La finalité concernant des applications en zone littorale, l'impact de l'eau dans le sol est également étudié, en réalisant ces essais en milieu modèle sec et saturé.

Ainsi, les paramètres déterminants pour la résistance des pieux sont la profondeur d'encastrement et le diamètre de l'hélice. En revanche, le fait d'avoir plusieurs hélices n'apporte pas de gain en termes de résistance en traction.

Afin d'identifier les surfaces de rupture lors de la ruine du sol en traction, des essais ont été menés sur des demi-spécimen, coupés dans le plan vertical de symétrie, afin de suivre par corrélation d'images le champ de déplacement du sol lors de la mise en charge. Ces observations ont permis de proposer un modèle de résistance en traction pour les pieux à une hélice, basés sur des paramètres géométriques (profondeur et diamètre de l'hélice) et des paramètres liés au milieu, calés sur les résultats expérimentaux. Bien qu'identifié sur une seule géométrie d'hélice, ce modèle se montre relativement efficace pour prédire la résistance d'autres configurations où le diamètre de l'hélice reste significatif par rapport à celui du fût, en milieu sec ou saturé.

Cette étude menée en laboratoire à échelle réduite est amenée à être enrichie par d'autres essais, ainsi que par approche numérique. De plus, la résistance en compression est en cours d'étude avec la même approche.

Au-delà de la résistance, le comportement en rigidité de ce type de fondation est à approfondir afin de permettre une analyse globale de structures et leurs interactions. Des essais à échelle 1 et en conditions réelles sont envisagés pour une validation du modèle et de ce type de solution pour l'implantation de structures légères en zone littorale.

REFERENCES

Abbas, H.O., Ali, O.K., 2020. Parameters Affecting Screw Pile Capacity Embedded in Soft Clay Overlaying Dense Sandy Soil, in: IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. Presented at the IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, p. 012117. https://doi.org/10.1088/1757-899X/745/1/012117

Garnier, J., 2002. Modélisation physique en géotechnique: II - Validation de la méthode et exemples d'applications(1). Rev. Fr. Geotech. 5–28. https://doi.org/10.1051/geotech/2002098005

Ghaly, A., Hanna, A., Hanna, M., 1991. Uplift Behavior of Screw Anchors in Sand. I: Dry Sand. ASCE Library. https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9410(1991)117:5(773)

Hrazmi, I., Averseng, J., Quirant, J., Jamin, F., 2021. Deployable double layer tensegrity grid platforms for sea accessibility. Engineering Structures 231, 111706. https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2020.111706

Meyerhof, G.G., Adams, J.I., 1968. The Ultimate Uplift Capacity of Foundations. Can. Geotech. J. 5, 225–244. https://doi.org/10.1139/t68-024

Niroumand, H., Saaly, M., 2019. Design and construction of helical anchors in soils, in: Sustainable Engineering Products and Manufacturing Technologies. Elsevier, pp. 113–157. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-816564-5.00005-0

Saeedy, H.S., 1987. Stability of circular vertical earth anchors. Can. Geotech. J. 24, 452–456. https://doi.org/10.1139/t87-056

Étude de l'endommagement par fissuration en surface des chaussées routières : approche probabiliste intégrant les incertitudes liées à la localisation des charges

Débora Cardoso da Silva

Université de Limoges, Laboratoire GC2D, UR14477, 87000 Limoges, France

RESUME Le déplacement latéral des roues des poids lourds dans une voie de circulation, appelé également balayage transversal, est un paramètre stochastique entraînant des effets significatifs sur la durabilité des chaussées. Cependant, son rôle dans l'évolution des dommages dans les couches de surface reste largement inexploité. Cet article propose d'évaluer cet endommagement sous chargement cyclique, en s'appuyant sur la simulation numérique de l'interaction pneu-chaussée à l'aide d'une méthode de résolution semi-analytique. Ce travail se concentre sur l'initiation des fissures, une des dégradations les plus courantes dans les couches de surface des chaussées routières. Les analyses portent sur deux conditions de chargement distinctes : le roulement pur et le virage tractif. Le balayage transversal des roues est simulé à l'aide d'un algorithme Monte Carlo par chaînes de Markov, en supposant que ce paramètre suit une distribution normale tronquée. Les simulations numériques montrent que le virage ainsi que la non prise en compte du balayage sont particulièrement critiques pour l'initiation des fissures. Ces résultats sont importants dans la planification des opérations de maintenance.

Mots-clefs : fissuration descendante, contact roulant tractif, Monte Carlo, chaînes de Markov

I. INTRODUCTION

La fissuration descendante est un phénomène de dégradation initié en surface de la chaussée et qui se propage vers le bas (Luo et al., 2018). Cette pathologie est due aux contraintes de contact à l'interface pneumatique-chaussée (Myers et al., 1999). De Beer et al. (1997) ont démontré par des mesures in-situ que ces contraintes sont tridimensionnelles et non-uniformes et que leur allure est corrélée au profil du pneumatique, à sa pression de gonflage et à la charge qui lui est appliquée (Al-Qadi and Wang, 2011). En France, la méthode de dimensionnement courante se base sur une approche simplificatrice considérant une charge verticale uniformément répartie (SETRA-LCPC, 1994). Ces considérations impliquent que la contrainte verticale est sous-estimée et que les composantes de cisaillement sont négligées. En outre, la fissuration descendante est facilitée par l'effet du chargement tractif, notamment lors des virages et giratoires, entraînant une augmentation des contraintes de cisaillement près de l'interface pneu-chaussée (Hammoum et al., 2010; Manyo et al., 2022).

L'interaction pneu-chaussée a souvent été étudiée via des simulations numériques utilisant la méthode des éléments finis (MEF) (Al-Qadi and Wang, 2011; Hernandez and Al-Qadi, 2017). Cette approche bénéficie d'une description détaillée de la géométrie et de la structure du pneumatique pouvant incorporer les lois de comportement non-linéaires et complexes. Le coût en temps de calcul est cependant prohibitif pour l'application en ingénierie quotidienne. Ainsi, des méthodes semi-analytiques pourraient trouver ici tout leur intérêt, d'autant plus que l'efficacité de certaines d'entre elles est démontrée (Liu et al., 2015).

Ce papier fait suite à un ensemble de travaux ayant porté sur la modélisation semi-analytique du contact pneu-chaussée (Manyo et al., 2022, 2021; Oubahdou et al., 2021). Nélias et al. (2007) ont mis en place un code semi-analytique capable de fournir une prédiction du champ de contraintes de contact comparable à celui obtenu par MEF. Manyo et al. (2021) ont réalisé une validation expérimentale sous un pneumatique réel du champ de pressions calculé par ce code, maintenant dénommé SAM-route.

Myers et al. (2001) ont suggéré que la variation de la localisation des charges est un paramètre critique pour l'initiation des fissures en surface des chaussées routières. En revanche, l'incertitude due à la position latérale des roues, appelée balayage transversal, est peu abordée vis-à-vis de la fissuration descendante (Dinegdae and Birgisson, 2018; Hiller and Roesler, 2005; Huang et al., 2021).

Le balayage transversal est un paramètre de nature stochastique. La forme et l'étendue du balayage dérivent de nombreux facteurs comme les conditions climatiques, la composition et le volume du trafic, la géométrie de la route, les caractéristiques des voies, l'état de la surface de la chaussée et l'environnement (Buiter et al., 1989). Il existe un consensus sur le fait que l'écart-type du balayage est corrélée à la largeur de la voie (Blab and Litzka, 1995; Sinanmis and Woods, 2021). En effet, pour le dimensionnement des chaussées selon la méthode AASHTO (Highway and Officials, 2015), la forme du balayage se présente comme un paramètre caractérisant le trafic.

Notre étude a pour objectif d'évaluer l'effet du balayage transversal des roues des poids lourds sur la durée de vie des couches de surface vis-à-vis de la fissuration descendante. Tout d'abord, nous considérerons une approche déterministe portant sur la modélisation de l'interaction pneu-chaussée ainsi que de ses paramètres d'entrée. Cette approche inclut un modèle d'endommagement par fissuration. Ensuite, nous aborderons l'approche probabiliste ayant pour but de prendre en compte les incertitudes dues à la localisation des charges. Enfin, nous nous focaliserons sur l'endommagent en surface et la durabilité de la couche de roulement soumise à l'effort tractif sous l'effet du balayage transversal.

II. APPROCHE DÉTERMINISTE

A. Modélisation semi-analytique du contact roulant tractif

Le code semi-analytique employé pour l'étude du contact pneu-chaussée consiste en un ensemble de solutions analytiques dérivant des contributions de Kalker (1990) au sujet des contacts roulants tractifs. Le problème du contact se divise en deux composantes : normale et tangentielle. La composante normale est définie comme un équilibre de chargements permettant d'estimer l'empreinte et le champ de pression en surface. La composante tangentielle, implémentée par le

biais de la loi de Coulomb, conduit à l'estimation du champ des contraintes de cisaillement en surface.

Les composantes normale et tangentielle sont résolues de façon itérative et alternée en utilisant l'algorithme de Panagiotopoulos (Panagiotopoulos, 1975). La solution numérique est obtenue par application de techniques comme la méthode du gradient conjugué et la transformée de Fourier rapide en fixant une discrétisation de la surface des corps en contact (Gallego et al., 2010; Jacq et al., 2002).

Le champ de déplacements en surface est obtenu par superposition d'effets, en utilisant les coefficients d'influence appropriés. Wallace et al. (2020) fournit une description détaillée de la formulation des coefficients d'influence caractérisant un demi-espace multicouche élastique linéaire. Ces considérations sont retenues pour la modélisation des structures du pneumatique et de la chaussée.

B. Modèle d'endommagement

Il n'existe pas de consensus sur le mécanisme de défaillance entraînant la fissuration descendante. Hammoum et al. (2010) ont observé que les contraintes de cisaillement sont critiques sous l'effet des efforts tractifs. Wang et al. (2003) ont suggéré que l'initiation de fissures est également associée aux sollicitations en extension. Svasdisant et al. (2002) ont observé in-situ qu'une rupture par extension est prédominante à l'extérieur des zones de contact. Par ailleurs, la propagation de fissures a été attribuée aux directions des déformations principales en extension (Myers et al., 2001).

L'initiation de fissures en surface de chaussée sera ici justifiée par le critère d'endommagement en déformations équivalentes introduit par Mazars (1986). Ce critère permet de traduire un état de déformation tridimensionnel par une valeur équivalente de déformation en extension. Il implique uniquement les sollicitations (traction ou cisaillement) générant des déformations principales en extension entraînent des fissures. L'Equation 1 représente le critère de Mazars, $\hat{\epsilon}$ étant la déformation équivalente ; ϵ_i la déformation principale suivant la direction i ; et $\langle\ \rangle_+$ un crochet de Macaulay illustrant que les déformations principales négatives ne sont pas considérées.

$$\hat{\epsilon} = \sqrt{\sum_{i=1}^{3} \langle \epsilon_i \rangle_+^2} \tag{1}$$

A partir du champ de déformations équivalentes en surface, les amplitudes de déformation lors d'un passage sont déterminées par application de l'algorithme rainflow (ASTM E1049-85 2017). A l'aide d'une loi de fatigue (SETRA-LCPC, 1994), nous déterminons la durée de vie attendue connaissant l'amplitude de déformation à un point donnée en surface.

L'Equation 2 est obtenue de la loi de fatigue pour les matériaux bitumineux, en isolant N_f le nombre de cycles pour l'initiation des fissures, $\hat{\epsilon}$ étant l'amplitude de la déformation équivalente ; b la pente de la droite de fatigue ; $\epsilon_{6_{(10°C,25Hz)}}$ l'amplitude de déformation conduisant à la rupture après 1 million de cycles à 10 °C et à 25 Hz ; $E_{(10°C,10Hz)}$ le module d'élasticité de la couche de surface à 10 °C et à 10 Hz ; $E_{(15°C,10Hz)}$ le module d'élasticité de la couche de surface à 15 °C et à 10 Hz ; le coefficient k_r exprime la variabilité des épaisseurs et des résultats des essais de fatigue ; le

coefficient k_c permet ajuster le modèle au comportement réel in-situ de la chaussée ; le coefficient k_s tient compte de l'hétérogénéité locale de portance. Ces coefficients empiriques ont été fixés à la valeur de 1, reflétant une approche déterministe dans la modélisation des propriétés des matériaux et des caractéristiques structurelles. Par ailleurs, l'estimation de k_c repose sur le suivi de la fissuration initiée à la base de la couche bitumineuse, ce qui n'est pas compatible avec le mécanisme de détérioration en surface.

$$N_f = \left[\frac{\hat{\epsilon}}{\epsilon_{6(10°C,25Hz)} \left(\frac{E_{(10°C,10Hz)}}{E_{(15°C,10Hz)}} \right)^{\frac{1}{2}} k_r \, k_c \, k_s} \right]^{\frac{1}{b}} . 10^6 \quad (2)$$

Le TABLEAU 1 synthétise les paramètres d'entrée caractérisant la loi de fatigue.

TABLEAU 1. Coefficients de la loi de fatigue pour un béton bitumineux semi-grenu (BBSG)

$\epsilon_{6(10°C, 25 Hz)}$	$E_{(10°C, 10 Hz)}$	$E_{(15°C, 10 Hz)}$	b
150 µdéf	7 200 MPa	5 400 MPa	- 0,2

Finalement, la loi de Miner permet d'estimer le dommage en surface lors des passages d'essieux successifs. Cette loi est présentée dans l'Equation 3 dans laquelle k est le nombre de blocs de chargement de même amplitude de déformation, $N_{f,i}$ le nombre de cycles pour l'initiation des fissures à la déformation $\hat{\epsilon}_i$et n_i est le nombre de cycles de chargement correspondant à l'amplitude de déformation $\hat{\epsilon}_i$.

$$D = \sum_{i=1}^{k} \frac{n_i}{N_{f,i}} \quad (3)$$

C. Structures et matériaux

L'approche développée est utilisée sur un exemple de chaussée semi-rigide. Sa composition est présentée dans le TABLEAU 2. La surface de la chaussée est plane et lisse avec un coefficient de frottement égal à 0,70. Les propriétés élastiques de la couche de surface sont admises pour une température de 15 °C et une fréquence de chargement de 10 Hz.

TABLEAU 2. Structure de la chaussée semi-rigide

Matériaux	Epaisseur (mm)	Module d'Young (MPa)	Coefficient de Poisson
Béton bitumineux semi-grenu	50	5 400	0,35
Grave bitume	80	13 400	0,35
Grave non traitée	850	83	0,35
Arène granitique	770	20	0,35
Grave non traité	200	500	0,35
Béton	∞	20 000	0,20

Le profil géométrique d'un jumelage de poids lourd réel (composé de deux pneumatiques de référence 295/65R22.5) a été obtenu par l'outil « Scan Laser Leica P40 » (Cardoso da Silva et al., 2024). La surface a été reconstruite avec un maillage régulier (de dimension 5x5 mm²) permettant d'approcher la représentation précise des stries longitudinales du pneumatique (FIGURE 1). Les pneumatiques ont été modélisés comme un demi-espace revêtu par une couche très rigide, représentant les renforcements en nylon et aciers enveloppée par une couche de caoutchouc. Les propriétés structurelles du pneumatique sont synthétisées dans le TABLEAU 3.

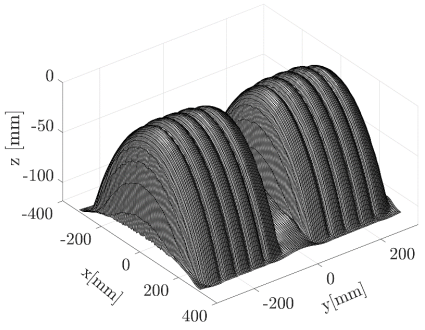


FIGURE 1. Profil géométrique du jumelage

TABLEAU 3. Structure du pneumatique

Matériaux	Epaisseur (mm)	Module d'Young (MPa)	Coefficient de Poisson
Massif semi-infini	∞	3.7	0,50
Renforcements	5	10 000	0,30
Caoutchouc	35	4.0	0,50

D. Chargements

Les cas de chargement étudiés ici sont représentés dans la FIGURE 2. En France, le cas de référence pour le dimensionnement d'une chaussée est basé sur le roulement pur. Cela est représenté par l'application d'une charge verticale équivalente au demi-essieu de référence, soit W = 65 kN (SETRA-LCPC, 1994).

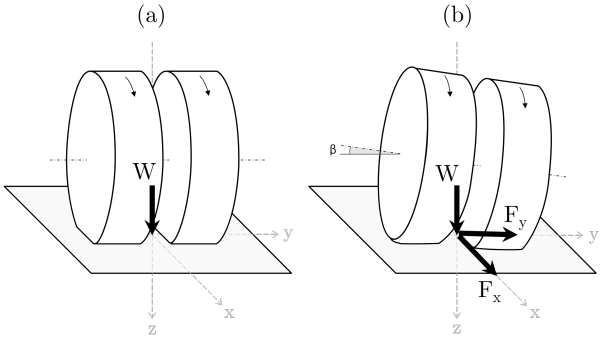


FIGURE 2. Cas de chargement retenus : (a) roulement pur et (b) virage tractif

Un deuxième cas est abordé : le virage tractif. L'essieu tractif est soumis à une force tangentielle dont les composantes se développent sur la direction du roulement et dans la direction latérale. Les chargements illustrent un demi-essieu standard sur un giratoire de rayon R = 15 m parcouru à une vitesse de 20 km/h (Ambassa et al., 2013; Cardoso da Silva et al., 2024). Dans ces conditions, le demi-essieu droit supporte environ 72 % de charge verticale totale de l'essieu standard (W = 94 kN), soumis également à un angle de désalignement imposé. Une force centrifuge F_y = 22 kN et une force de traction F_x = -13 kN sont appliquées à l'interface entre les pneumatiques et la chaussée.

III. APPROCHE STOCHASTIQUE

A. Hypothèses générales

Pour un nombre donné de passages d'essieux, la position latérale du centre du jumelage est échantillonnée selon une distribution normale (McGarvey, 2016). Cette distribution est caractérisée par une moyenne égale à zéro, soit le milieu des deux roues. On considère trois niveaux de balayage correspondant à trois valeurs de l'écart-type ($\bar{\bar{d}}$) : (i) trafic canalisé, 10 mm ; (ii) balayage modéré, 100 mm ; et (iii) balayage important, 250 mm. La distribution est tronquée entre – 500 et + 500 mm afin d'éviter le dépassement des limites latérales d'une chaussée de 3,5 m. La FIGURE 3 représente les histogrammes illustrant le balayage transversal en considérant N = 100 000 passages d'essieux.

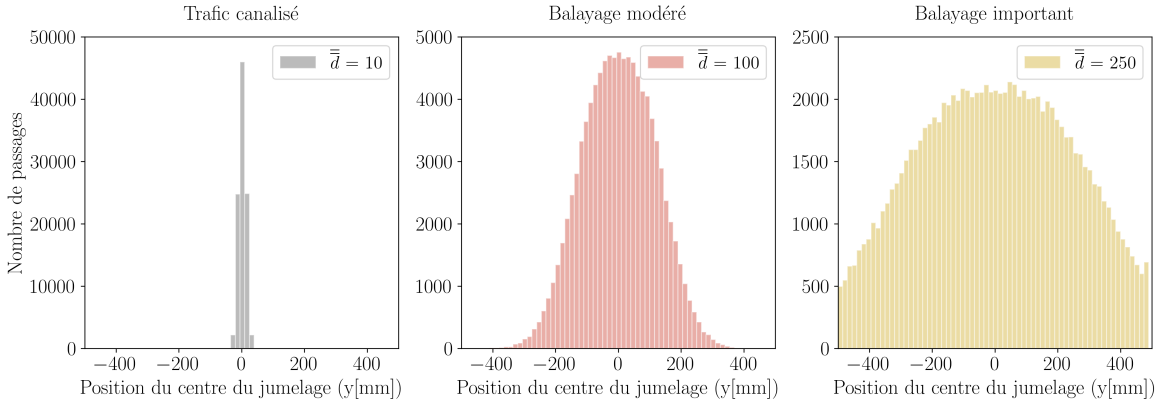


FIGURE 3. Distribution latérale des positions des roues lors de 100 000 passages d'essieux

B. Méthode d'échantillonnage

L'effet du balayage transversal sur l'endommagement est apprécié par application d'une méthode de Monte Carlo par chaînes de Markov. Pour ce faire, l'algorithme de Metropolis-Hastings (Hastings, 1970; Metropolis et al., 1953) a été utilisé. Cet algorithme échantillonne systématiquement des positions latérales possibles pour le centre du jumelage selon la distribution de probabilité préalablement choisie. Pour un état donné, une position latérale est fréquentée si le critère d'acceptance α est vérifié (Equation 4). Si ce critère est supérieur à 1, la probabilité de la nouvelle position échantillonnée ($P(Y'_{j+1})$) est alors supérieure à celle de l'état actuel ($P(Y_j)$) et l'échantillon est accepté. Dans le cas contraire, l'échantillon peut être rejeté avec une probabilité 1 –

α. A chaque passage d'essieu, le champ de déformations est ainsi décalé latéralement selon la position échantillonnée.

$$\alpha = {P(Y'_{j+1})}/{P(Y_j)} \tag{4}$$

IV. RÉSULTATS

La FIGURE 4 représente le dommage cumulé en surface après 100 000 passages d'essieux considérant les deux conditions de chargement et le balayage transversal. Le balayage transversal atténue l'endommagement en élargissant l'étendue de la zone endommagée. Pour une voie rectiligne (FIGURE 4a) soumise à un trafic canalisé, l'endommagement se concentre fortement en surface sous les stries des pneumatiques et au centre du jumelage. Sous l'effet d'un trafic canalisé, la corrélation entre l'allure de l'endommagement et la géométrie du pneumatique n'est pas négligeable. Lorsque les passages sont plus dispersés sur la largeur de la voie, la forme de l'endommagement se rapproche d'une courbe de Gauss, dont la localisation et la magnitude du dommage maximal dépend fortement des conditions de chargement.

Puisque les sollicitations latérales ne sont pas symétriques en virage (FIGURE 4b), le dommage en surface se concentre sous la roue extérieure. Les courbes mettent en évidence l'agressivité associée à la condition d'un effort tractif en virage. Lorsque l'écart-type du balayage est restreint à 10 mm, cette condition génère un dommage maximal en surface environ cinq fois plus important par rapport au roulement pur.

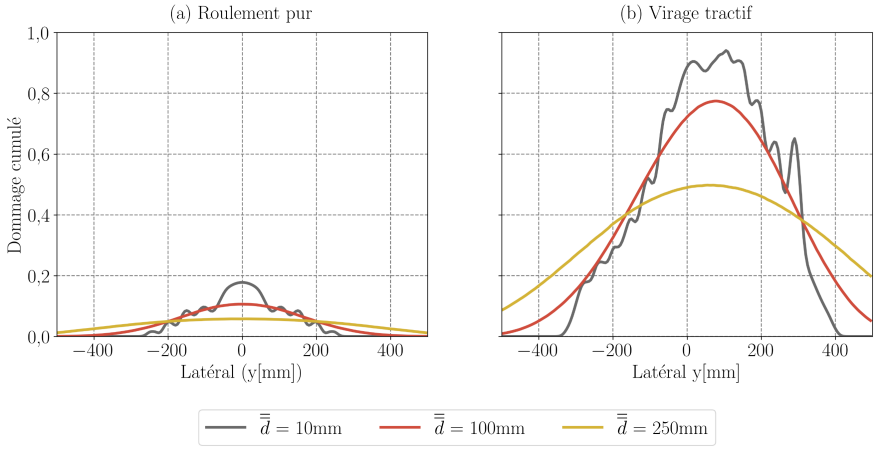


FIGURE 4. Dommage cumulé en surface après 100 000 passages d'essieux

La FIGURE 5 résume les durées de vie obtenues pour une couche de surface soumise aux deux conditions de chargement et au balayage transversal.

La durée de vie vis-à-vis de la fissuration descendante a été déterminée comme étant le nombre de passages d'essieux générant un niveau d'endommagement localisé valant 0,50. Ce seuil correspond à une chute du module d'Young de 50 % localement en surface conduisant à l'initiation des fissures.

D'après les résultats présentés sur cette figure, lorsque l'écart-type du balayage est restreint et que les passages d'essieux sont proches du centre de la voie, la défaillance de la couche de surface sera

atteinte rapidement. Cette tendance est d'avantage significative pour le cas du roulement pur. La durée de vie vis-à-vis de la fissuration descendante est limitée à 280 000 passages d'essieux lors d'un trafic canalisé. Elle passe à 865 000 passages d'essieux en augmentant l'écart-type du balayage transversal.

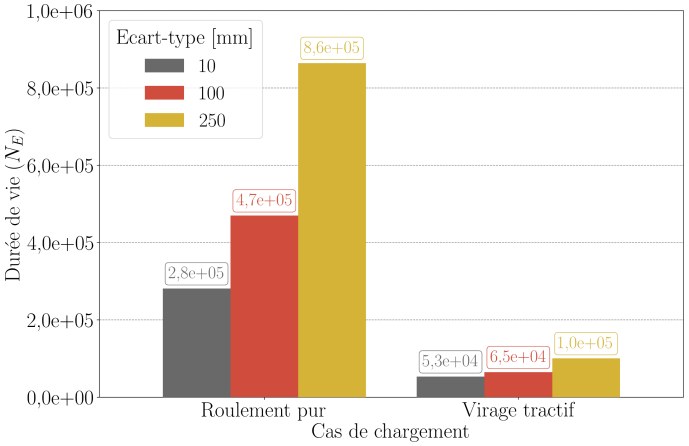


FIGURE 5. Durée de vie de la couche de surface selon le cas de chargement et le balayage transversal

Ces observations révèlent l'influence des aspects géométriques sur la durabilité de la couche de surface, l'amplitude du balayage transversal étant corrélée à la largeur de la voie, au nombre de voies et à l'intensité du trafic. De plus, la prise en compte de l'incertitude liée au balayage transversal permettra d'optimiser et de fiabiliser le dimensionnement des chaussées. En effet, les sollicitations caractérisant un virage en giratoire de petit rayon à vitesse modérée ne sont pas prises en compte dans le cadre de la méthode de dimensionnement courante. Nos simulations numériques suggèrent une fissuration en surface s'initiant après environ 53 000 passages d'essieux de référence lorsque que celui-ci est dans un virage et en trafic canalisé. Ces conditions de trafic sont critiques et conduisent à une durée de vie infime par rapport au cas de référence en dimensionnent de chaussées routières classiques. Considérant un giratoire de rayon R = 15 m parcouru à 20 km/h, la durabilité de la couche de surface vis-à-vis de la fissuration descendante vaut entre 6 % et 36 % de la durée de vie de la même structure en tracé rectiligne.

V. CONCLUSIONS

Cet article introduit une approche numérique semi-analytique sur la dégradation en surface de chaussées routières intégrant l'interaction pneu-chaussée et l'incertitude sur la localisation des charges. Le contact roulant tractif est importé dans le modèle en estimant la géométrie réelle d'un jumelage de poids lourd. Cette méthode a été couplée à un critère d'endommagement en déformation permettant d'aborder la détérioration en surface vis-à-vis de l'endommagement par fissuration en élasticité. A l'aide d'une méthode stochastique, la durabilité de la couche de surface a été évaluée sous l'effet du balayage transversal des roues.

Les simulations numériques ont alors démontré que le balayage transversal a une influence significative sur l'endommagement et prolonge la durée de vie de la chaussée. Les résultats du transfert de l'incertitude sont donc intéressants pour les gestionnaires pour l'optimisation des

calculs de dimensionnent. La chaussée d'un giratoire se montre particulièrement sensible à la dégradation en surface. Un scénario combinant sollicitations tractives en virage et trafic peu dispersé, qui est peu réaliste mais couramment utilisé, peut prévoir l'apparition de fissures prématurées en surface de la chaussée.

L'approche numérique démontre enfin le besoin d'adapter les méthodes actuelles de dimensionnement prenant en compte la fissuration en surface et les cas de chargements particuliers. Puisque l'effet de l'aléa n'est pas négligeable, l'introduction de la fiabilité au dimensionnement des couches de surface est nécessaire. C'est pourquoi le transfert des incertitudes inhérentes aux caractéristiques structurelles et les magnitudes de chargements seront abordées en perspective de cette étude de manière à faire progresser les méthodes de dimensionnement des chaussées vis-à-vis de la fissuration en surface.

REFERENCES

Al-Qadi, I.L., Wang, H., 2011. Prediction of tire pavement contact stresses and analysis of asphalt pavement responses: A decoupled approach. Presented at the Asphalt Paving Technology: Association of Asphalt Paving Technologists-Proceedings of the Technical Sessions, pp. 289–315.

Ambassa, Z., Allou, F., Petit, C., Medjo Eko, R., 2013. Evaluation de l'agressivité du trafic sur des chaussées bitumineuses en carrefour giratoire. Bull. Lab. Ponts Chaussées 171–188.

Blab, R., Litzka, J., 1995. Measurements of the lateral distribution of heavy vehicles and its effects on the design of road pavements. Road Transp. Technol. 4.

Buiter, R., Cortenraad, W., Eck, A. van, Rij, H.V., 1989. Effects of transverse distribution of heavy vehicles on thickness design of full-depth asphalt pavements. Transp. Res. Rec.

Cardoso Da Silva, D., Rakotovao Ravahatra, N., Picoux, B., Reynaud, P., Yotte, S., Petit, C., 2024. Semi-analytical modelling of realistic tire-pavement contact: an analysis of pavement surface cracking damage under critical driving conditions. Road Mater. Pavement Des. 1–24. https://doi.org/10.1080/14680629.2024.2386017

De Beer, M., Fisher, C., Jooste, F.J., 1997. Determination of pneumatic tyre/pavement interface contact stresses under moving loads and some effects on pavements with thin asphalt surfacing layers. Presented at the 8th International Conference on Asphalt Pavements, University of Washington, Seattle, pp. 179–227.

Dinegdae, Y.H., Birgisson, B., 2018. Effects of truck traffic on top-down fatigue cracking performance of flexible pavements using a new mechanics-based analysis framework. Road Mater. Pavement Des. 19, 182–200. https://doi.org/10.1080/14680629.2016.1251958

Gallego, L., Nelias, D., Deyber, S., 2010. A fast and efficient contact algorithm for fretting problems applied to fretting modes I, II and III. Wear 268, 208–222. https://doi.org/10.1016/j.wear.2009.07.019

Hammoum, F., Chabot, A., St-Laurent, D., Chollet, H., Vulturescu, B., 2010. Effects of accelerating and decelerating tramway loads on bituminous pavement. Mater. Struct. 43, 1257–1269. https://doi.org/10.1617/s11527-009-9577-9

Hastings, W.K., 1970. Monte Carlo sampling methods using Markov chains and their applications. Biometrika 57, 97–109. https://doi.org/10.1093/biomet/57.1.97

Hernandez, J.A., Al-Qadi, I.L., 2017. Tire–pavement interaction modelling: hyperelastic tire and elastic pavement. Road Mater. Pavement Des. 18, 1067–1083. https://doi.org/10.1080/14680629.2016.1206485

Highway, A.A. of S., Officials, T., 2015. Mechanistic-empirical Pavement Design Guide: A Manual of Practice. American Association of State Highway and Transportation Officials.

Hiller, J.E., Roesler, J.R., 2005. Determination of Critical Concrete Pavement Fatigue Damage Locations Using Influence Lines. J. Transp. Eng. 131, 599–607. https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-947X(2005)131:8(599)

Huang, K., Onifade, I., Birgisson, B., 2021. Calibration of mechanics-based pavement predictive framework for top-down cracking performance of flexible pavement considering wheel wander effect. Constr. Build. Mater. 306, 124792. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124792

Jacq, C., Nelias, D., Lormand, G., Girodin, D., 2002. Development of a three-dimensional semi-analytical elastic-plastic contact code. J. Tribol. 124, 653–667. https://doi.org/10.1115/1.1467920

Kalker, J.J., 1990. Three-Dimensional Elastic Bodies in Rolling Contact, Solid Mechanics and Its Applications. Springer Netherlands.

Liu, P., Wang, D., Oeser, M., 2015. Application of semi-analytical finite element method coupled with infinite element for analysis of asphalt pavement structural response. J. Traffic Transp. Eng. Engl. Ed. 2, 48–58. https://doi.org/10.1016/j.jtte.2015.01.005

Luo, X., Gu, F., Ling, M., Lytton, R.L., 2018. Review of mechanistic-empirical modeling of top-down cracking in asphalt pavements. Constr. Build. Mater. 191, 1053–1070. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.005

Manyo, E.Y., Reynaud, P., Picoux, B., Tautou, R., Allou, F., Petit, C., Nelias, D., 2022. Tire–pavement tractive rolling contact under turning conditions: towards pavement top-down cracking. Int. J. Pavement Eng. 23, 841–850. https://doi.org/10.1080/10298436.2020.1775231

Manyo, E.Y., Reynaud, P., Picoux, B., Tautou, R., Nelias, D., Allou, F., Petit, C., 2021. Towards fast modelling of the tire-pavement contact. Eur. J. Environ. Civ. Eng. 25, 2396–2412. https://doi.org/10.1080/19648189.2019.1628812

Mazars, J., 1986. A description of micro- and macroscale damage of concrete structures. Eng. Fract. Mech. 25, 729–737. https://doi.org/10.1016/0013-7944(86)90036-6

McGarvey, T.W., 2016. Vehicle lateral position depending on road type and lane width: vehicle position surveys carried out on the Swedish road network (No. VTI Rapport 892A). Swedish National Road and Transport Research Institute.

Metropolis, N., Rosenbluth, A.W., Rosenbluth, M.N., Teller, A.H., Teller, E., 1953. Equation of state calculations by fast computing machines. J. Chem. Phys. 21, 1087–1092.

Myers, L.A., Roque, R., Birgisson, B., 2001. Propagation Mechanisms for Surface-Initiated Longitudinal Wheelpath Cracks. Transp. Res. Rec. J. Transp. Res. Board 1778, 113–122. https://doi.org/10.3141/1778-14

Myers, L.A., Roque, R., Ruth, B.E., Drakos, C., 1999. Measurement of Contact Stresses for Different Truck Tire Types To Evaluate Their Influence on Near-Surface Cracking and Rutting. Transp. Res. Rec. J. Transp. Res. Board 1655, 175–184. https://doi.org/10.3141/1655-23

Nélias, D., Antaluca, E., Boucly, V., Cretu, S., 2007. A Three-Dimensional Semianalytical Model for Elastic-Plastic Sliding Contacts. J. Tribol. 129, 761–771. https://doi.org/10.1115/1.2768076

Oubahdou, Y., Wallace, E.R., Reynaud, P., Picoux, B., Dopeux, J., Petit, C., Nelias, D., 2021. Effect of the tire – Pavement contact at the surface layer when the tire is tilted in bend. Constr. Build. Mater. 305, 124765. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124765

Panagiotopoulos, P.D., 1975. A nonlinear programming approach to the unilateral contact-, and friction-boundary value problem in the theory of elasticity. Ing.-Arch. 44, 421–432. https://doi.org/10.1007/BF00534623

SETRA-LCPC, 1994. Guide technique de conception et dimensionnement des structures de chaussée.

Sinanmis, R., Woods, L., 2021. Relationship between channelisation and geometric characteristics of road pavements. Int. J. Pavement Eng. 22, 1446–1453. https://doi.org/10.1080/10298436.2019.1696463

Svasdisant, T., Schorsch, M., Baladi, G.Y., Pinyosunun, S., 2002. Mechanistic Analysis of Top-Down Cracks in Asphalt Pavements. Transp. Res. Rec. J. Transp. Res. Board 1809, 126–136. https://doi.org/10.3141/1809-15

Wallace, E.R., Chaise, T., Nelias, D., 2020. Three-dimensional rolling/sliding contact on a viscoelastic layered half-space. J. Mech. Phys. Solids 143, 104067. https://doi.org/10.1016/j.jmps.2020.104067

Wang, L.B., Myers, L.A., Mohammad, L.N., Fu, Y.R., 2003. Micromechanics Study on Top-Down Cracking. Transp. Res. Rec. J. Transp. Res. Board 1853, 121–133. https://doi.org/10.3141/1853-14

Évaluation expérimentale de l'atténuation et du déphasage thermique d'une paroi en terre crue sous divers climats : analyse comparative de plusieurs méthodes

Yassine Elias BELARBI

Nantes Université, École Centrale Nantes, CNRS, GeM, UMR 6183, F- 44600 Saint-Nazaire, France

RESUME Dans le contexte actuel de transition énergétique et environnementale, les matériaux géosourcés et biosourcés suscitent un intérêt grandissant. La bauge, mode constructif composée de terre crue et de fibres végétales, illustre bien cette tendance et se distingue par ses qualités thermiques et écologiques. Toutefois, l'évaluation rigoureuse de son comportement en régime variable soulève encore plusieurs interrogations, en particulier lorsqu'il s'agit de déterminer les propriétés dynamiques comme le déphasage et l'atténuation du signal thermique (température). Dans cette étude, un mur en bauge a été soumis à des conditions climatiques contrôlées au sein d'une enceinte bi-climatique. Les températures ont été enregistrées à différentes profondeurs, puis analysées à l'aide d'une méthode expérimentale reposant sur la décomposition en série de Fourier – méthode qui avait été validée au préalable. Les résultats ainsi obtenus ont été comparés à ceux d'une approche analytique conforme à la norme NF EN ISO 13786. Les divergences observées entre ces deux méthodes mettent en évidence l'importance de certains facteurs, dont le couplage HAM, ainsi que les variations de teneur en eau qui peuvent influer sur les propriétés thermiques réelles de la bauge. Ces constats invitent à une certaine prudence face aux données parfois diffusées par certains fournisseurs de matériaux, et soulignent la nécessité d'intégrer de manière précise la dynamique hygrothermique dans l'évaluation des matériaux géosourcés et biosourcés. Ainsi il a pu être montré la norme NF EN ISO 13786 surestime le déphasage thermique, avec 4,64 heures pour la norme contre 1,08–1,12 heures pour la décomposition en série de Fourier à 2,5 cm de profondeur, L'atténuation présente aussi également des écarts selon la méthode de détermination, avec 0,86 pour la norme contre 0,60–0,63 pour la décomposition en séries de Fourier à 2,5 cm de profondeur.

Mots-clefs Terre crue, propriétés hygrothermiques, propriétés dynamiques, chambre bi-climatique, déphasage, atténuation

Nomenclature

A	Amplitude	[-]	φ	Humidité Relative	[%]
a_0, a_n et b_n	Coefficients de Fourier	[°C]	λ	Conductivité Thermique	[W/m.K]
e	Épaisseur de la couche du mur	[m]	σ	Ecart-Type	[-]
f	Atténuation	[-]	τ	Déphasage	[h]
M	Valeur Moyenne	[-]	ε	Erreur relative	[-]
P_v	Pression de vapeur	[Pa]	ω_n	Pulsation	[rad/s]

P_{vsat}	Pression de vapeur saturante	[Pa]		
μ	Facteur de résistance e à la diffusion de vapeur d'eau	[-]		
R_s	Résistance thermique des couche d'air	[m²K/W]	**Indice**	
T	Temperature	[°C]	*i*	Intérieur
t	Temps	[s]	*e*	extérieur
w	Teneur en eau	[kg/kg]	*s*	Surface
Y_{12}	Transmission thermique périodique	[W/m²K]	*t*	Thermique
Z	Matrice de transfert		*w*	Hydrique
Φ	Déphasage	[h]	*n*	harmonique *n*

I. INTRODUCTION

Le secteur du bâtiment reste à ce jour un grand consommateur de ressources naturelles et d'énergie, représentant environ 37 % des émissions mondiales de gaz à effet de serre (United Nations Environment Programme, 2024). Des initiatives internationales, comme les engagements renforcés discutés lors de la COP28 (United Nations, 2023), visent à limiter ces émissions en réduisant notamment l'empreinte carbone liée à la production et à l'utilisation des matériaux (ciment, acier, aluminium, etc.). Sur le plan opérationnel, les efforts de décarbonation portent de plus en plus sur l'amélioration des performances énergétiques des bâtiments, avec une attention particulière aux déperditions thermiques par les parois, qui peuvent représenter de 15 % à 40 % des pertes (United Nations, 2023). À cet égard, la France a lancé l'initiative « Building Breakthrough » durant la COP28 (Environment, 2023), afin de tendre vers des bâtiments zéro émission d'ici 2030. De nombreuses études ont déjà exploré le comportement thermique des parois, en particulier des parois multicouches, en évaluant des indicateurs dynamiques tels que le déphasage et l'atténuation (Jin et al., 2012; Larsen et al., 2009). Plus récemment, la littérature s'est également focalisée sur les parois intégrant des produits isolants multicouches (Mavromatidis et al., 2012), ou encore sur les variations de paramètres thermophysiques (capacité thermique, masse surfacique, résistance thermique) influençant la performance globale du bâtiment L'intérêt pour les matériaux géosourcés et biosourcés, comme le béton de chanvre ou la terre crue, traduit une volonté de limiter l'impact carbone du bâtiment tout en améliorant son efficacité énergétique. Les propriétés thermiques dynamiques telles que le déphasage et l'atténuation sont importantes pour évaluer le comportement dynamique des murs des bâtiments. Ces caractéristiques déterminent la capacité d'un matériau à réguler le transfert de chaleur en réponse aux fluctuations de la température extérieure, exerçant ainsi une influence sur le confort thermique intérieur et l'efficacité énergétique des bâtiments. Ces propriétés peuvent être définies comme suit :

- le déphasage correspond au décalage temporel des fluctuations des températures et de densité de flux thermique observables de part et d'autre d'une paroi sollicitée par un signal purement sinusoïdal
- L'atténuation thermique se réfère à la réduction de l'amplitude des variations de température à travers un matériau. Il correspond au rapport entre les amplitudes des températures intérieure et extérieure pour une période donnée.

Les fiches techniques des fabricants de matériaux biosourcés et/ou géosourcés mettent souvent en avant des valeurs de propriétés thermiques dynamiques prometteuses (déphasage, atténuation…) obtenues via la norme NF EN ISO 13786 ("NF EN ISO 13786," 2017). Toutefois ces dernières

peuvent différer des mesures *in situ* ou des résultats de simulation selon les valeurs des propriétés utilisées pour les calculer.

Dans ce contexte, notre étude porte sur un mur en bauge (terre crue + paille) soumis à des sollicitations thermo-hygrométriques dans une enceinte bi-climatique contrôlée. Nous nous sommes tout particulièrement intéressés à quantifier le déphasage et le facteur d'atténuation . Pour ce faire, deux approches de calcul sont comparées :

- la méthode analytique issue de la norme NF EN ISO 13786 ("NF EN ISO 13786," 2017),
- une méthode de décomposition en série de Fourier appliquée aux températures mesurées expérimentalement.

L'objectif est de souligner les éventuelles divergences entre ces méthodes et de mettre en relief l'importance d'une caractérisation dynamique adaptée aux matériaux terre ainsi que dans une plus vaste mesure aux matériaux biosourcés et géosourcés La littérature fait état de méthodes expérimentales (souvent méthode d'Asan et al.) appliquées à des profils de température issus de simulations pour déterminer les propriétés dynamiques(Asadi et al., 2023; Asan and Sancaktar, 1998; Fathipour and Hadidi, 2017; Quagraine et al., 2020). Cette étude présente comme originalité le fait l'usage d'une méthode expérimentale directement sur des profils de température mesurés, permettant une confrontation avec lla méthode analytique de la norme NF EN ISO 13786. Les résultats obtenus permettront de mieux appréhender le potentiel de la bauge pour la construction mais aussi les méthodes de caractérisations des propriétés thermiques dynamiques qui traduisent en partie le confort intérieur.

Ce travail a été mené dans le cadre d'une thèse de doctorat intitulée « *Etude expérimentale et numérique du comportement hygrothermique et de la performance énergétique des bâtiments en terre crue sous différents climats* » qui a été soutenue le 9 décembre 2024 au GeM et qui a été financée par l'ADEME et la région Pays de la Loire.

II. MATERIAUX ET METHODES

A. Matériaux

Dans cette étude, un mur en bauge (terre crue et fibres de paille) a été élaboré et testé en conditions contrôlées. La terre provient du quartier éco-responsable de Guérande, près de Saint Nazaire (France), et a déjà fait l'objet de recherches antérieures (Ji et al., 2023; Tchiotsop et al., 2022).

Les propriétés thermiques et hydriques de la bauge ont été caractérisées lors d'une campagne antérieure et sont présentées dans le Tableau 1 (Belarbi et al., 2022). Les mesures montrent notamment une conductivité thermique de 0,18 W/(m.K) pour un matériau sec, une capacité calorifique de 870 J/(kg.K) à 23 °C et une valeur de tampon hydrique (MBV) de 1,4 g/(m²·%HR).

TABLEAU 1. Propriétés de la formulation de bauge (terre+paille) (Belarbi et al., 2022)

Propriété	Unités	Valeurs
Densité	[kg/m^3]	1654
Conductivité thermique sèche à 23°C	[W/(m·K)]	0.18

Chaleur spécifique sèche à 23°C	[J/(kg K)]	870
Perméabilité à la vapeur d'eau δ_p	[10^{-11} kg/(m.s.Pa)]	1.08
Facteur de résistance à la diffusion de vapeur d'eau	[-]	17.6
MBV	[g/(m2·%RH)]	1.4

FIGURE 1. Image du mur en bauge entre les 2 enceintes climatiques

B. Procédure expérimentale

Afin d'étudier la réponse hygrothermique de ce mur, deux chambres climatiques bi-ambiance (Figure 1) ont été utilisées. Elles permettent de simuler, d'un côté, un climat extérieur variable (température et humidité imposées) et, de l'autre, un espace intérieur maintenu à 25 °C et 50 % d'humidité relative.

Des capteurs de température et d'humidité relative (FHA 646 R), positionnés en diagonale, enregistrent les évolutions temporelles de température de d'humidité relative : en surface à 2,5, 5 et 7,5 cm de profondeur de la paroi ainsi que dans chaque ambiance. Leur précision varie entre ±0,2 K et ±0,6 K pour la température, et ±2 % pour l'humidité relative. Les données sont recueillies par des modules d'acquisition Almemo®.

Trois climats ont été simulés sur des cycles journaliers de 24 h durant 5 jours, après 2 jours de stabilisation thermique : un climat tropical (Douala, Cameroun), un climat désertique (Riyad, Arabie Saoudite) et un climat océanique (Nantes, France). L'objectif est d'évaluer l'influence des conditions climatiques extérieures sur le déphasage et l'atténuation thermique, tout en soulignant l'importance de l'humidité relative. En effet, la norme NF EN ISO 13786 ne prend pas en compte le transfert de vapeur d'eau à travers la paroi.

Les analyses menées à partir de ces données expérimentales permettront de comparer, sur une période de 24 h, les propriétés thermiques dynamiques du mur en bauge et d'évaluer les différences entre la méthode de la norme (analytique) avec une méthode basée sur les résultats expérimentaux.

III. DETERMINATION DU DEPHASAGE ET DE L'ATTENUATION

Dans cette partie, les 2 méthodes de détermination du déphasage et de l'atténuation thermique sont présentées plus en détails.

A. Méthode de la norme NF EN ISO 13786

La norme NF EN ISO 13786 s'appuie sur la méthode proposée par Carslaw et Jaeger (Carslaw, H. S and Jaeger, J.C, 1959) (section 3.7, pp. 109-112, 2e édition – 1959) et suppose des conditions aux limites sinusoïdales. Elle ne prend pas en compte le transfert d'humidité ni l'évolution des propriétés hygrothermiques du matériau lié à la teneur en eau.

La matrice Z décrit le comportement d'une couche de matériau homogène. Pour une paroi multicouche, la matrice de transfert globale Z_{total} résulte du produit matriciel des matrices de transfert de chacune des couches (Z_1,Z_2,…,Z_n) ainsi que des matrices de transfert pour les échanges en surfaces intérieure (Z_{si}) et extérieure (Z_{se}) (Eq. (1)). En particulier, Z_s dépend de la résistance thermique R_s de la couche d'air, qui inclut la convection et le rayonnement. Les termes R_{si} et R_{se} peuvent être calculés ou pris directement dans la norme NF EN ISO 6946.

$$Z_{total} = Z_{se}Z_nZ_{n-1}\dots Z_1Z_{si} \; with \;\; Z_s = \begin{bmatrix} 1 & -R_s \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \tag{1}$$

L'**atténuation thermique f_T** est définie comme le rapport entre la transmittance périodique (Y_{12}) et la transmittance thermique globale (U_{total}) (Eq. (2)). Le **déphasage Φ_T** (Eq. (3)) est calculé sur la base de la variation d'amplitude de la température entre l'intérieur et l'extérieur sur 24 h permettant ainsi d'apprécier les fluctuations quotidiennes (alternance jour/nuit). Ces deux propriétés dynamiques dépendent aussi de la période des fluctuations qui impactera les valeurs obtenues.

Il est possible de déterminer ces deux grandeurs pour une période donnée (T) des fluctuations sinusoïdales.

$$f_T = \frac{|Y_{12}|}{U_{total}} \text{où } Y_{12} = -\frac{1}{Z_{12}} \text{ and } \frac{1}{U_{total}} = R_{si} + \sum_{i=1}^{n} \frac{e_i}{\lambda_i} + R_{se} \tag{2}$$

$$\Phi_T = \frac{T}{2\pi} arg Z_{12} \tag{3}$$

Les caractéristiques thermiques ainsi obtenues sont indépendantes du climat : la matrice de transfert ne dépend que des propriétés physiques des couches constitutives de la paroi et de la période considérée. Elle ne dépend ni de la valeur absolue de la température ni de l'amplitude de ses variations.

B. Décomposition en séries de Fourier

L'emploi de la décomposition en séries de Fourier pour déterminer le déphasage et l'atténuation est moins fréquemment évoqué dans la littérature, bien que certaines études la mentionnent

(Mazzeo et al., 2016). Selon la théorie de Fourier, tout signal périodique X(t) peut se décomposer en une somme unique de fonctions sinusoïdales (Eq. (4)), chacune caractérisée par une amplitude, un déphasage et une pulsation liée à la fréquence de la composante harmonique *n*.

$$X(t) = a_0 + \sum_{n=1}^{+\infty} \sqrt{{a_n}^2 + {b_n}^2} cos[\omega_n(t - \tau_n)] \quad (4)$$

où

$a_0 = \frac{1}{T}\int_{-T/2}^{+T/2} X(t)dt$

$a_n = \frac{2}{T}\int_{-T/2}^{+T/2} X(t)cos(\omega_n t)dt$

$b_n = \frac{2}{T}\int_{-T/2}^{+T/2} X(t)sin(\omega_n t)dt$

$\omega_n = \frac{2\pi n}{T}$

And

$cos\tau_n = \frac{a_n}{\sqrt{{a_n}^2 + {b_n}^2}}$

$$sin\tau_n = \frac{b_n}{\sqrt{{a_n}^2 + {b_n}^2}}$$

Si l'on impose une excitation périodique sur l'une des faces de la paroi, les températures mesurées à la surface extérieure et à la surface intérieure restent périodiques de même période. Le calcul par séries de Fourier (appliqué séparément aux deux signaux) permet d'identifier, pour chaque harmonique, l'amplitude $A_n = \sqrt{{a_n}^2 + {b_n}^2}$ et le déphasage τ_n. La différence de déphasage entre deux signaux (extérieur/intérieur) pour la même harmonique *n* fournit le déphasage thermique Φ_T. L'atténuation f_T s'obtient en prenant le rapport des amplitudes pour la même harmonique.

Dans le but de vérifier la fiabilité de la méthode de Fourier pour l'évaluation du déphasage et de l'atténuation d'un mur de terre crue (20 cm d'épaisseur, modélisé en différences finies) a été soumis à une variation extérieure constituée de trois composantes sinusoïdales (périodes de 24 h, 6 h et 1 h) et à une température intérieure fixée à 20 °C et une température extérieure variant suivant l'Equation 4. Les coefficients d'échange convectif-radiatif (h_i=7,7 W/m².K et h_e=25 W/m².K) ont été appliqués par la méthode des nœuds fictifs ("Frontmatter," 2012).

$$T(x;t) = 10 + 5\sin\left(\frac{2\pi t}{24 \times 3600}\right) + \sin\left(\frac{2\pi t}{6 \times 3600}\right) + 0.2\sin\left(\frac{2\pi t}{1 \times 3600}\right) \quad (5)$$

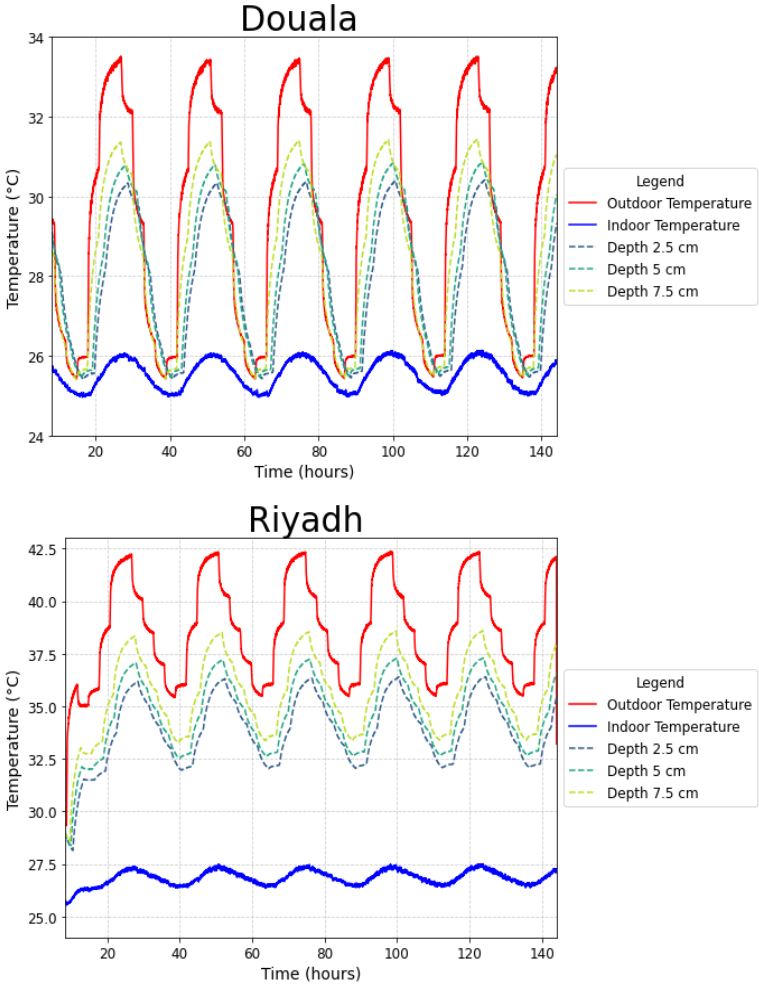
La méthode de Fourier a ensuite été mise en œuvre sur les températures calculées. Pour simuler des incertitudes de mesure, une erreur absolue (ε) comprise entre 0 °C et 2 °C a été ajoutée de manière aléatoire à la température. Mille tests ont été générés pour chaque niveau d'incertitude, offrant un échantillon statistique des valeurs obtenues pour le déphasage l'atténuation. Cette étude,

disponible dans le manuscrit de thèse détaille cette partie confirmant la robustesse de la méthode de Fourier pour des mesures dont l'incertitude demeure inférieure à 1 °C.

IV. RESULTATS ET DISCUSSIONS

A. Résultats

Les profils de température ont été obtenus pour les 3 climats étudiés (Figure 3). Ainsi nous avons pu constater que, dans le cas de Riyad, avec un climat désertique et des températures extrêmes, la chaleur pénètre davantage dans la paroi. Pour les trois profondeurs, on observe des températures maximales atteignant entre 36 °C et 38°C, Pour Douala, la température dans paroi atteint des valeurs maximales autour de 30-31°C Enfin, sous le climat océanique de Nantes (14 °C à 22 °C à l'extérieur), la paroi maintient des températures proches de l'intérieur (23 °C à 26 °C), durant la journée mais des valeurs minimales variant entre 16 et 18°C sont constatés pour les trois profondeurs



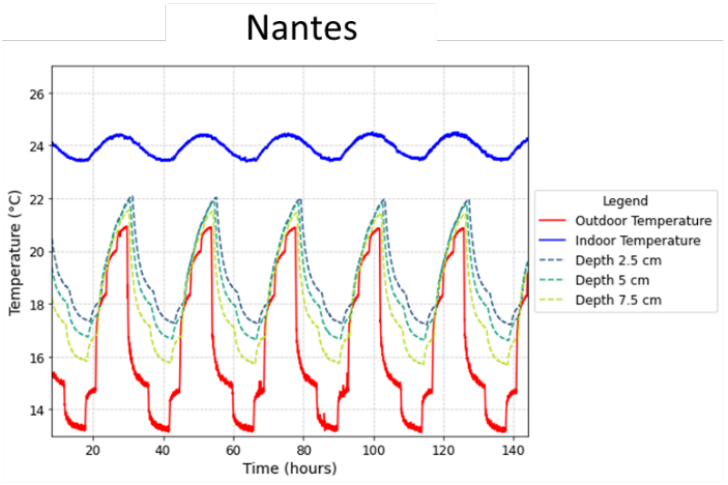


FIGURE 3. Réponse thermique de la paroi en bauge pour les sollicitations climatiques de Douala, Riyad et Nantes.

Les résultats obtenus via la norme NF EN ISO 13786 (Figure 4 et Figure 5), indique un déphasage d'environ **6,5 heures** et une atténuation de l'ordre de **0,71** pour toute la paroi de **10 cm**. Lorsque l'on décompose le mur en sous-couches, on constate que ces valeurs évoluent en fonction de la profondeur. Ainsi, à **2,5 cm** depuis la face intérieure, le déphasage atteint **4,64 heures** et l'atténuation s'élève à **0,86** ; à 5 cm, on observe **2,5 heures** et **0,96** ; enfin, à **7,5 cm**, le déphasage descend à **0,96 heure**, tandis que l'atténuation atteint **1**. Cette progression traduit la simplification retenue par la norme : elle considère des propriétés thermiques fixes sans prise en compte de l'impact de l'évolution de la teneur en eau sur les propriétés hygrothermiques ni le couplage thermique et hydrique.

Les calculs montrent (Figure 4 et Figure 5), à **2,5 cm**, des déphasages compris entre **1,08 h** et **1,12 h** selon le climat, et une atténuation variant entre **0,60** et **0,63**. À **5 cm**, le déphasage s'établit autour de **0,98 h** à **1,02 h**, avec une atténuation avoisinant **0,65** à **0,67**. Enfin, pour la profondeur la plus proche de la face extérieure (**7,5 cm**), les valeurs de déphasage descendent à **0,63 h–0,76 h**, tandis que l'atténuation s'élève entre **0,73** et **0,75**. Par comparaison avec les résultats issus de la norme, le déphasage y est fortement surestimé (parfois d'un facteur quatre), et l'atténuation est souvent en décalage avec l'expérimentation. Cette différence peut être possiblement due à l'absence de prise en compte des transferts d'humidité dans le modèle analytique, alors même que la terre crue est un matériau hygroscopique dont la conductivité et la capacité thermique évoluent selon la teneur en eau (Belarbi et al., 2024).En pratique, la méthode de Fourier rend mieux compte de ces variations, fournissant des valeurs plus basses pour le déphasage et un facteur d'atténuation plus fidèle à la réalité de la paroi. Sur le plan climatique, les tests effectués montrent que la bauge présente des performances relativement similaires dans les trois environnements étudiés, malgré des amplitudes thermiques et des taux d'humidité différents. On observe certes quelques écarts mineurs (par exemple un déphasage légèrement plus élevé à Douala, potentiellement lié à l'humidité accrue), mais ces variations entre climats restent bien en deçà de l'écart constaté avec la norme. L'ensemble de ces observations démontre l'importance d'intégrer une approche expérimentale, ou à tout le moins un modèle numériquement couplé de chaleur-humidité, pour caractériser correctement les propriétés dynamiques d'un mur en bauge

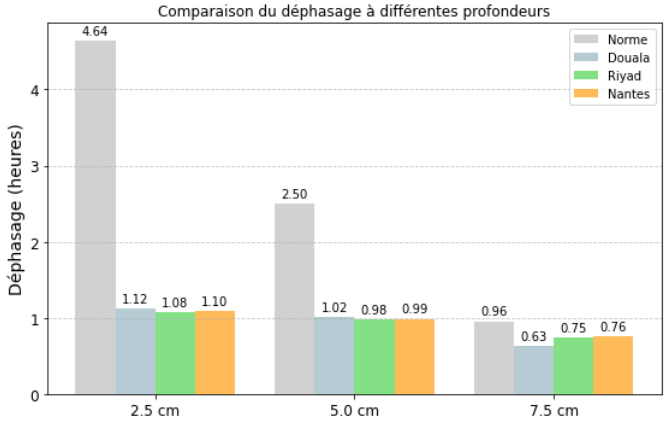


FIGURE 4. Valeurs de déphasage obtenues avec la méthode de la norme et pour les trois climats avec la décomposition en séries de Fourier

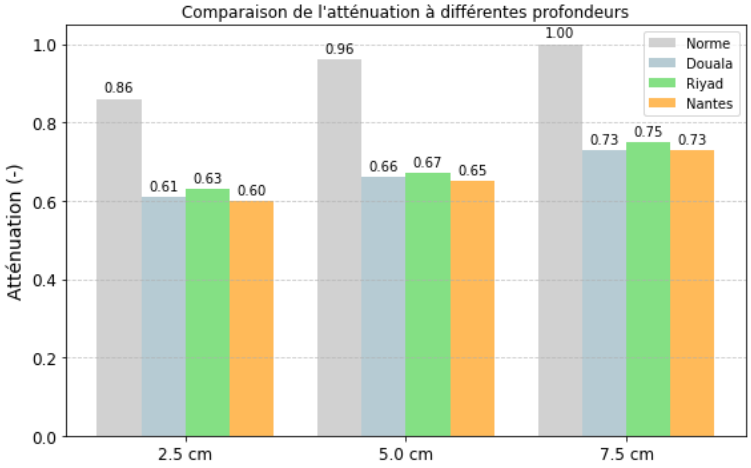


FIGURE 5. Valeurs d'atténuation obtenues avec la méthode de la norme et pour les trois climats avec la décomposition en séries de Fourier

B. Discussions

Cette étude explore la mise en œuvre de différentes méthodes pour déterminer les paramètres dynamiques (déphasage et atténuation) d'une paroi soumise à des fluctuations périodiques de température et de pression de vapeur dans trois climats distincts. Le Tableau 2 récapitule les atouts et limites de chaque approche : la méthode analytique de la norme NF EN ISO 13786, et la méthode de décomposition en séries de Fourier.

En ce qui concerne l'atténuation, la méthode analytique de la norme ne permet pas une estimation satisfaisante dès lors que les transferts d'humidité deviennent déterminants. Les valeurs obtenues diffèrent notablement de celle issue obtenue avec l'autre méthode, basée sur des mesures réelles, parviennent à des résultats relativement cohérents entre elles. L'impact du transfert de masse sur les échanges thermiques est ainsi pris en compte par la méthode basée sur les résultats expérimentaux de la décomposition de Fourier, expliquant leur plus grande fiabilité.

En ce qui concerne le déphasage, les résultats calculés selon la norme NF EN ISO 13786 s'avèrent, nettement supérieurs à ceux issus des méthodes expérimentales, pouvant aller de deux à quatre fois plus élevés à 2,5 cm et 5 cm de profondeur. Le constat est plus nuancé à 7,5 cm de profondeur. Les valeurs de déphasage calculées par la décomposition en série de Fourier montrent, en revanche, une bonne concordance pour les trois climats, soulignant les limites de l'approche normative dès lors que les interactions hygrothermiques ne sont pas prises en considération.

TABLEAU 2. Bilan des avantages et inconvénients des méthodes étudiés

Méthode	Avantages	Inconvénients
Norme NF EN ISO 13786	Analytique	Ignore le couplage HAM Surestime le déphasage Sensible aux incertitudes liées à la mesure des propriétés thermiques Ne considère pas l'évolution des propriétés en fonction de la teneur en eau
Décomposition en séries de Fourier	Analyse de Fréquence Calcul automatique Robuste Expérimental Pas d'influence de l'incertitude de la mesure des propriétés comme dans le cas de la norme Considère les propriétés en fonction de l'évolution de la teneur en eau	Calcul sur un intervalle de temps

V. CONCLUSIONS

Cette étude a permis d'examiner les différences entre la méthode analytique issue de la norme NF EN ISO 13786 et l'approche expérimentale basée sur la décomposition en séries de Fourier pour l'évaluation des propriétés thermiques dynamiques d'une paroi en bauge soumise à des sollicitations climatiques variées. Les résultats obtenus suggèrent que les valeurs obtenues via la norme offrent des valeurs de déphasage thermique plus importantes, notamment aux faibles profondeurs (proche de l'ambiance intérieur), et ne pas toujours refléter les valeurs du facteur d'atténuation observées expérimentalement. Cette divergence pourrait être liée à l'absence de prise en compte des transferts d'humidité et des variations des propriétés hygrothermiques du matériau en fonction de sa teneur en eau.

La décomposition aux séries de Fourier, appliquée aux profils de températures expérimentaux, semble mieux représenter le comportement thermique du mur dans des conditions réelles. En effet des valeurs similaires de déphasage et d'atténuation ont été obtenues via une autre méthode expérimentale. Toutefois, la robustesse de cette méthode reste conditionnée à la précision des données expérimentales et à la stabilité des mesures sur la durée des essais.

Les résultats obtenus montrent également que les performances thermiques dynamiques du mur en bauge peuvent varier légèrement selon le climat étudié. Dans le cas du climat tropical de Douala, le déphasage légèrement plus élevé pourrait traduire une interaction entre l'humidité ambiante et les propriétés thermiques du matériau. À l'inverse, l'atténuation légèrement supérieure observée sous climat désertique pourrait s'expliquer par les amplitudes thermiques marquées entre le jour et la nuit. Ces observations suggèrent que l'évaluation des performances thermiques dynamiques de la bauge, et plus largement des matériaux hygroscopiques, gagnerait à intégrer explicitement les interactions entre chaleur et humidité.

En conclusion, si la norme NF EN ISO 13786 fournit un cadre analytique accessible pour l'évaluation des propriétés thermiques dynamiques, son application aux matériaux hygroscopiques comme la bauge pourrait nécessiter des ajustements ou certaines vigilances vis-à-vis des propriétés utilisées. L'utilisation de méthodes complémentaires, telles que la décomposition en séries de Fourier, pourrait ainsi offrir une meilleure compréhension des performances réelles de ces matériaux dans des conditions de fonctionnement variées.

REFERENCES

Asadi, I., Hashemi, M., Sajadi, B., Mahyuddin, N.B., Baghban, M.H., Esfandiari, M., Maghfouri, M., Yan, K., 2023. Evaluating the time lag and decrement factor of mortar and concrete containing OPBC as an agricultural by-product lightweight aggregate. Case Studies in Thermal Engineering 41, 102609. https://doi.org/10.1016/j.csite.2022.102609

Asan, H., Sancaktar, Y.S., 1998. Effects of Wall's thermophysical properties on time lag and decrement factor. Energy and Buildings 28, 159–166. https://doi.org/10.1016/S0378-7788(98)00007-3

Belarbi, Y.E., Ferroukhi, M.Y., Issaadi, N., Poullain, P., Bonnet, S., 2024. Assessment of hygrothermal performance of raw earth envelope at overall building scale. Energy and Buildings 310, 114119. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2024.114119

Belarbi, Y.E., Sawadogo, M., Poullain, P., Issaadi, N., Hamami, A.E.A., Bonnet, S., Belarbi, R., 2022. Experimental Characterization of Raw Earth Properties for Modeling Their Hygrothermal Behavior. Buildings 12, 648. https://doi.org/10.3390/buildings12050648

Carslaw, H. S, Jaeger, J.C, 1959. Conduction of Heat in Solids, second edition. ed. Oxford University Press.

Environment, U.N., 2023. Building Materials And The Climate: Constructing A New Future [WWW Document]. UNEP - UN Environment Programme. URL http://www.unep.org/resources/report/building-materials-and-climate-constructing-new-future (accessed 12.7.23).

Fathipour, R., Hadidi, A., 2017. Analytical solution for the study of time lag and decrement factor for building walls in climate of Iran. Energy 134, 167–180. https://doi.org/10.1016/j.energy.2017.06.009

Frontmatter, 2012. , in: Heat Conduction. John Wiley & Sons, Ltd, pp. i–xxx. https://doi.org/10.1002/9781118411285.fmatter

Ji, Y., Poullain, P., Leklou, N., 2023. The selection and design of earthen materials for 3D printing. Construction and Building Materials 404, 133114. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.133114

Jin, X., Zhang, X., Cao, Y., Wang, G., 2012. Thermal performance evaluation of the wall using heat flux time lag and decrement factor. Energy and Buildings 47, 369–374. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2011.12.010

Larsen, S.F., Filippín, C., Lesino, G., 2009. Thermal behavior of building walls in summer: Comparison of available analytical methods and experimental results for a case study. Build. Simul. 2, 3–18. https://doi.org/10.1007/S12273-009-9103-6

Mavromatidis, L.E., EL Mankibi, M., Michel, P., Santamouris, M., 2012. Numerical estimation of time lags and decrement factors for wall complexes including Multilayer Thermal Insulation, in two different climatic zones. Applied Energy 92, 480–491. https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2011.10.007

Mazzeo, D., Oliveti, G., Arcuri, N., 2016. Influence of internal and external boundary conditions on the decrement factor and time lag heat flux of building walls in steady periodic regime. Applied Energy 164, 509–531. https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2015.11.076

NF EN ISO 13786 [WWW Document], 2017. . Afnor EDITIONS. URL https://www.boutique.afnor.org/fr-fr/norme/nf-en-iso-13786/performance-thermique-des-composants-de-batiment-caracteristiques-thermique/fa188135/80286 (accessed 1.23.25).

Quagraine, K.A., Ramde, E.W., Fiagbe, Y.A.K., Quansah, D.A., 2020. Evaluation of time lag and decrement factor of walls in a hot humid tropical climate. Thermal Science and Engineering Progress 20, 100758. https://doi.org/10.1016/j.tsep.2020.100758

Tchiotsop, J., Issaadi, N., Poullain, P., Bonnet, S., Belarbi, R., 2022. Assessment of the natural variability of cob buildings hygric and thermal properties at material scale: Influence of plants add-ons. Construction and Building Materials 342, 127922. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127922

United Nations, C.C., 2023. United Nations Climate Change COP 28 [WWW Document]. URL https://unfccc.int/fr/news/l-accord-de-la-cop28-marque-le-debut-de-la-fin-de-l-ere-des-combustibles-fossiles (accessed 7.3.24).

United Nations Environment Programme, 2024. 2023 Global Status Report for Buildings and Construction: Beyond foundations - Mainstreaming sustainable solutions to cut emissions from the buildings sector. United Nations Environment Programme. https://doi.org/10.59117/20.500.11822/45095

REMERCIEMENTS

L'auteur remercie l'ADEME ainsi que la région Pays de la Loire qui ont financés ce travail doctoral.

Étude des mécanismes de régénération de l'hydraulicité de bétons recyclés dans le cadre d'une approche d'économie circulaire

ABIDAR Abdellatif

ESTP Grande école d'ingénieurs de la construction

RESUME Le béton, matériau incontournable de la construction moderne, génère une importante quantité de déchets lors de la démolition des bâtiments en fin de vie. Cette problématique de gestion des déchets de construction appelle des solutions durables, notamment le recyclage du béton. Cette démarche réduit les déchets en décharge, préserve les ressources naturelles et encourage une construction durable.

Cette thèse explore le recyclage du béton dans une approche d'économie circulaire, en se concentrant sur la régénération des propriétés hydrauliques des matériaux cimentaires. L'étude, structurée en trois étapes, examine d'abord une phase pure de C_3S, puis le ciment Portland, et enfin les bétons recyclés, afin de comprendre les mécanismes de cette régénération. Le processus proposé repose sur un traitement thermique des poudres de matériaux cimentaires, à des températures de 400 à 800 °C. Des techniques telles que la RMN ^{29}Si et la DRX ont permis d'étudier les mécanismes de régénération.

Les traitements thermiques appliqués aux différentes phases à partir de 600 °C ont révélé la formation de Bélite. Plus précisément, le polymorphe β-C_2S s'est formé dans le cas de la phase pure, tandis que les polymorphes α'-C_2S et β-C_2S se sont formés dans le cas de la pâte de ciment Portland. Les traitements thermiques appliqués sur les bétons de retour et de déconstruction ont révélé des mécanismes similaires, avec la formation de Bélite observée à partir de 700 °C. Ces découvertes ont été confirmées par la DRX et la spectroscopie RMN ^{29}Si, cette dernière ayant également montré que les C-S-H sont complètement décomposés à 600 °C.

Mots-clefs Recyclage du béton, économie circulaire, régénération de l'hydraulicité.

I. INTRODUCTION

Le développement durable représente un enjeu majeur pour les matériaux de construction, en raison de leur contribution importante aux émissions de CO_2, à la consommation énergétique, à l'utilisation intensive de matières premières et à la production de déchets.

Dans ce contexte, le recyclage des bétons constitue une solution prometteuse pour réduire l'impact environnemental. Les granulats recyclés peuvent être utilisés dans la fabrication de nouveaux bétons (Pandurangan et al., 2016) ou comme matériaux pour la construction de chaussées (Agrela

et al., 2012). Toutefois, des traitements supplémentaires sont souvent nécessaires pour améliorer leurs propriétés et assurer leur performance.

Parmi les stratégies explorées, la réutilisation des fines de béton recyclé (Silva et al., 2019) représente une alternative intéressante. Ces fines peuvent être valorisées comme matière première pour la fabrication de clinker, comme ajout cimentaire ou comme liant hydraulique.

Cependant, le recyclage industriel de ces matériaux reste encore limité, notamment pour les fractions les plus fines. En particulier, la poudre fine inférieure à 1 mm, produite durant le processus de recyclage et principalement constituée de pâte de ciment durcie et non hydratée, n'est généralement pas valorisée dans les installations industrielles actuelles (Katz and Kulisch, 2017; Kwon et al., 2015). Récemment, la restauration de l'hydraulicité des matériaux cimentaires par activation thermique a été étudiée comme une méthode de production de nouveaux liants hydrauliques. La réversibilité de l'hydratation est observée depuis longtemps dans des études portant sur le comportement des structures en béton après un incendie (Poon et al., 2001). La reprise de résistance ne peut pas être expliquée uniquement par la présence de particules de ciment non hydratées dans la pâte hydratée.

Les études sur le traitement thermique du ciment et du béton recyclé révèlent une divergence quant aux polymorphes de C_2S formés. Certains travaux indiquent la formation majoritaire de la phase α'-C_2S à des températures intermédiaires, tandis que d'autres observent principalement la β-C_2S dès 500 °C ou après 800 °C. D'autres recherches mentionnent également la présence de phases telles que α'_H-C_2S, γ-C_2S ou α'_L-C_2S. Ces divergences montrent qu'il n'y a pas de consensus clair sur le ou les polymorphes prédominants, suggérant que leur formation dépend de plusieurs facteurs encore débattus dans la littérature (Carriço et al., 2020a, 2020b; Real et al., 2020) .

C'est dans ce contexte que s'inscrit la présente étude, qui vise à mieux comprendre le mécanisme de régénération de l'hydraulicité des fines de bétons recyclés. Pour ce faire, nous analyserons d'abord le processus de déshydratation des phases pures, telles que le C_3S hydraté, principal composé des ciments, à travers des traitements thermiques à différentes températures. Une fois les mécanismes de déshydratation maîtrisés, nous étudierons un ciment témoin dont la composition chimique et minéralogique est bien définie, avant d'aborder un matériau plus complexe intégrant des phases supplémentaires au-delà de la pâte de ciment durcie. Diverses techniques, comme la DRX, l'IR, la RMN, la MEB, la calorimétrie et la fluorescence X, ont été utilisées pour caractériser ces mécanismes. Cet article se concentre sur deux techniques d'analyse particulièrement intéressantes : la diffraction des rayons X (DRX) et la résonance magnétique nucléaire (RMN), dont les résultats sont présentés et discutés en détail.

II. Matériaux et méthodes

A. Les matériaux

Dans la première phase de notre étude, nous avons utilisé un C_3S pur synthétisé par Lafarge Holcim. Pour la seconde phase, nous avons opté pour l'utilisation d'un ciment Portland de type « CEM I 52.5 N CE CP2 NF Holcim ».

Enfin, pour la dernière phase, nous avons employé des granulats issus de bétons de retour (BR) et de déconstruction (BD), de classe granulométrique 0/4, provenant respectivement des installations de Lafarge situées à Saint-Fons et à Petit-Craz.

Les compositions chimiques des différents matériaux, déterminées par fluorescence X (FRX), sont présentées dans le TABLEAU 1 ci-dessous.

TABLEAU 1. Composition chimique des matériaux utilisés (% massique)

	CaO	**SiO_2**	**Al_2O_3**	**F_2O_3**	**SO_3**	**MgO**	**K_2O**	**TiO_2**	**Cl**	**MnO**	**SrO**	**P_2O_5**
C_3S	80.38	19.17	-	-	0.06	-	0.12	-	0.08	-	-	0,13
CEM I	68.48	15.16	3.88	3.59	4.99	1.55	1.28	-	-	-	-	0.30
BR	50.77	37.07	4.88	2.45	1.22	1.70	1.44	0.35	0.06	0.07	0.08	-
BD	37.97	48.81	5.54	2.66	1.00	1.60	1.67	0.33	0.06	0.13	0.08	-

B. Méthodes expérimentales

Le processus débute par la préparation de la matière première, consistant à concasser les deux types de bétons et les pâtes préalablement préparées (pâte de C_3S : PP et de CEM I : PC), suivie d'un tamisage à 125 µm.

- Le C_3S pur mélangée à de l'eau selon un rapport eau/liant (w/b) de 0,6 pour garantir une hydratation maximale. Le mélange est homogénéisé mécaniquement à l'aide d'un agitateur, puis coulé dans des moules en silicone de dimensions cubiques (20 mm × 20 mm × 20 mm). Après 24 heures, les cubes sont démoulés et immergés dans de l'eau à 20 °C pour durcir pendant 28 jours.
- Pour la préparation des pâtes de ciment, un rapport eau/ciment de 0,5 est utilisé. La pâte est coulée dans des moules en polystyrène de 40 cm × 40 cm × 160 cm. Après 24 heures de durcissement, les moules sont démoulés et les échantillons immergés dans de l'eau à 20 °C pendant 28 jours.
- Une fois le durcissement terminé, les cubes de pâte de C_3S et les prismes de pâte de ciment sont séchés à 50 °C pendant 48 heures. Les pâtes de ciment sont d'abord fragmentées, puis concassées à plusieurs reprises, tout comme les bétons recyclés, à l'aide d'un concasseur, avec une réduction progressive de l'ouverture de la mâchoire de 10 mm à 0,5 mm. Les produits obtenus sont tamisés à une granulométrie de 125 µm. Les refus de tamis sont systématiquement concassés à nouveau afin de maximiser la quantité de produit passant à travers le tamis.

La deuxième étape consiste en un traitement thermique des poudres de béton recyclé ainsi que des deux types de pâtes (C_3S et ciment) à différentes températures (400 °C, 500 °C, 600 °C, 700 °C et 800 °C) pendant une heure dans un four électrique, suivi d'un refroidissement à l'air ambiant (sans qu'aucune trempe ne soit appliquée). Le temps de traitement débute après un préchauffage d'environ 20 minutes à la température cible. Un thermomètre infrarouge est utilisé en continu pour surveiller les températures à la surface et à l'intérieur des creusets rectangulaire, et la température finale mesurée est à ± 15 °C de la température cible.

C. Méthodes de caractérisation physico-chimique

La composition chimique des matières premières est déterminée à l'aide du spectromètre de fluorescence X "Bruker S2 Ranger". Pour identifier les phases cristallines des échantillons anhydres et hydratés, le diffractomètre à rayons X "Bruker Phaser D2" est utilisé. Ce dernier fonctionne avec un rayonnement CuKα, sous une tension de 30 kV et un courant de 10 mA. Le balayage des échantillons est effectué dans une plage de 5 à 70° 2θ, avec un pas de 0,02° et un temps de mesure par pas de 0,2 seconde.

L'analyse des diffractogrammes de diffraction des rayons X est réalisée à l'aide du logiciel DIFFRAC.EVA de Bruker, en se référant à la base de données ICDD PDF-4 (International Center of Diffraction Data).

Les spectres RMN à angle magique (MAS) du ^{29}Si ont été acquis à l'aide d'un spectromètre Bruker NEO 300 MHz avec des rotors de 7 mm. La fréquence de rotation MAS a été fixée à 5 kHz. L'excitation a été réalisée par une impulsion unique de type $\pi/2$, et une décorrélation ^{1}H a été appliquée pendant l'acquisition. Contrairement aux autres échantillons étudiés, le C_3S pur ne contient pas d'atomes d'hydrogène.

Le temps de répétition entre les scans a été fixé à 20 ou 30 secondes, après vérification de l'exactitude des intensités relatives des pics. Les spectres ont été référencés au tétraméthylsilane (TMS) à 0 ppm.

III. Résultats et discussions

A. Caractérisation par la Diffraction des rayons X

Les diffractogrammes obtenus après les traitements thermiques révèlent plusieurs modifications des produits, comme illustré dans la FIGURE 1.

À 400 °C, les diffractogrammes de la pâte de ciment et de la pâte de C_3S traitées à cette température (PC400 et PP400) présentent de légères différences par rapport à ceux des pâtes initiales de ciment et de C_3S. Les pics caractéristiques de l'Ettringite (PDF # 04-011-5267) dans la pâte de ciment disparaissent. À cette température, une légère augmentation des pics de Calcite selon PDF # 00-001-0837 est observée dans les deux pâtes après le traitement thermique. Cette augmentation pourrait indiquer une carbonatation, probablement résultant de la réaction de la Portlandite avec le CO_2 présent dans l'air, selon la réaction suivante :

$$Ca(OH)_2+CO_2 \rightarrow CaCO_3+H_2O \qquad \text{Équation 1}$$

Les diffractogrammes PC500 et PP500, obtenus après un traitement thermique à 500 °C, révèlent une augmentation de l'intensité des pics de Calcite, indiquant une carbonatation continue pendant les traitements thermiques (Song et al., 2018). De plus, on observe la disparition des pics associés à la Portlandite dans le cas du PP500 et l'émergence de pics d'oxyde de calcium selon PDF # 00-004-0777, résultant de la déshydroxylation de la Portlandite à cette température. Ce phénomène est particulièrement notable dans la plage de températures située entre 400 et 500 °C. On observe également l'apparition de la Brownmillerite à partir de 500 °C, comme montré par le diffractogramme PC500.

À partir de 600 °C, comme le montrent les diffractogrammes du PP600 et du PC600, on constate une augmentation significative de l'intensité des pics liés à l'oxyde de calcium.

Dans le produit PC600, de nouveaux pics apparaissent dans la plage 2θ de 30 à 34°, pouvant être attribués à la formation d'une nouvelle phase bélitique, α'-C_2S selon le PDF # 04-012-6734 sans qu'il soit possible de distinguer s'il s'agit de la variante α'_H ou α'_L. Dans l'autre cas, le diffractogramme du PP600 a révélé la formation d'une seule phase bélitique, β-C_2S selon PDF # 01-083-0460.

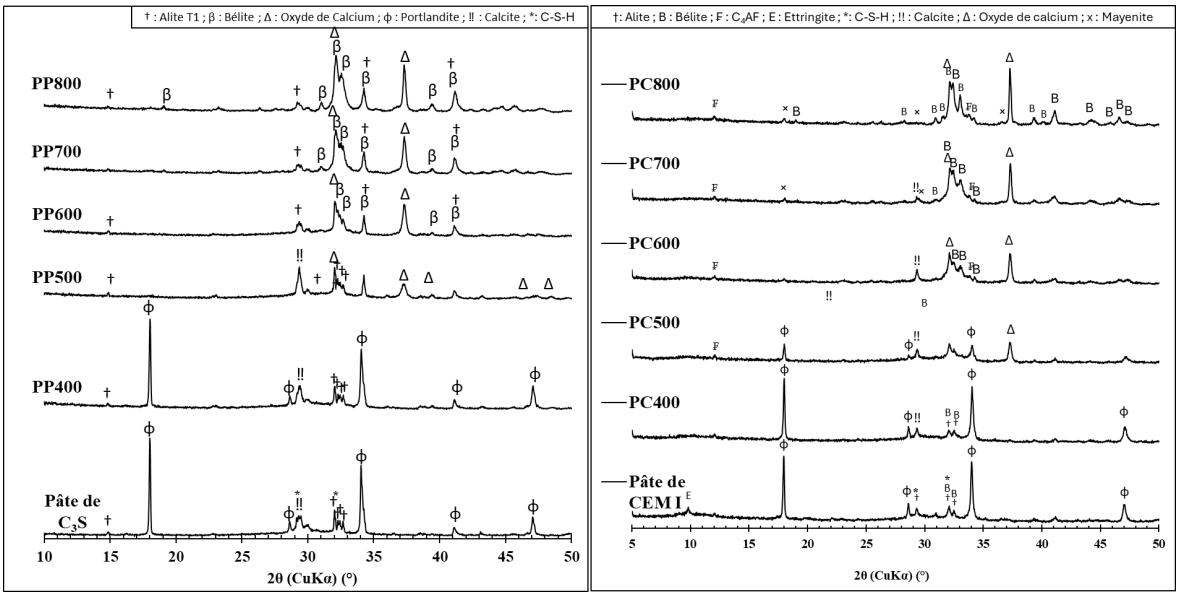


FIGURE 1. Diffractogrammes des différentes pâtes après traitements thermiques à diverses températures.

(à gauche : pâte de C_3S ; à droite : pâte de CEM I)

Une augmentation de l'intensité des pics associés aux phases bélitiques et à l'oxyde de calcium est observée, tandis que les pics de Calcite diminuent considérablement en raison de la décarbonatation du $CaCO_3$, qui commence à partir de 700 °C. À cette température, un nouvel aluminate de calcium, la Mayénite ($Ca_{12}Al_{14}O_{33}$), se forme.

Lorsqu'un traitement thermique à 800 °C est appliqué aux pâtes, la disparition de la Calcite est confirmée par l'absence de son pic dans les diffractogrammes PP800 et PC800. Les pics liés à la phase bélitique présentent également une augmentation notable de leur intensité à cette température.

La FIGURE 2 présente les diffractogrammes du PP800 et du PC800, servant de base à l'analyse des différences observées dans la plage de 30 à 35°.

En comparant les diffractogrammes du PP800 et du PC800 dans la plage de 30 à 35° (FIGURE 2), des différences significatives sont observées. Notamment, les pics à 31.7° et 33.1° apparaissent dans le diffractogramme du PC800 mais sont absents dans celui du PP800, confirmant la formation de deux polymorphes distincts pour PC800. Ces résultats indiquent qu'un traitement thermique appliqué à une pâte pure conduit à la formation d'un seul polymorphe, le β-C_2S, comme en témoigne l'apparition de son pic distinctif à 34.25°. En revanche, lorsque le traitement est appliqué à une phase plus complexe contenant d'autres composés que le C_3S, deux polymorphes distincts (β-C_2S et α'_H-C_2S) sont observés. Cette disparité suggère que la présence d'impuretés favorise la formation du polymorphe α'_H-C_2S.

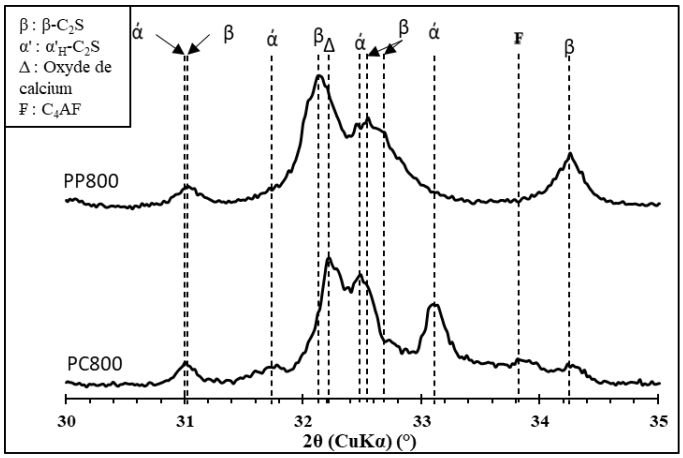


FIGURE 2. Vue détaillée de la plage 30-35° des liants produits à partir des pâtes de C_3S (PP800) et des pâtes de ciment Portland (CEM I) traitées à 800 °C (PC800).

Des analyses par diffraction des rayons X (DRX) ont été effectuées sur la poudre de béton recyclé provenant à la fois du béton de retour (BRNT) et du béton de déconstruction (BDNT), avant et après traitement thermique sont présentés dans la FIGURE 3. Les analyses DRX montrent des similitudes, notamment avec des minéraux dominants tels que la calcite et le quartz, associés à des pics d'intensité élevée. Le quartz provient du sable siliceux et des gravillons, tandis que la calcite résulte des granulats silico-calcaires ou de la carbonatation du ciment. Une différence notable réside dans la présence de Portlandite dans le BRNT, absente dans le BDNT. Ce qui indique probablement une carbonatation complète du béton de déconstruction, contrairement au béton de retour.

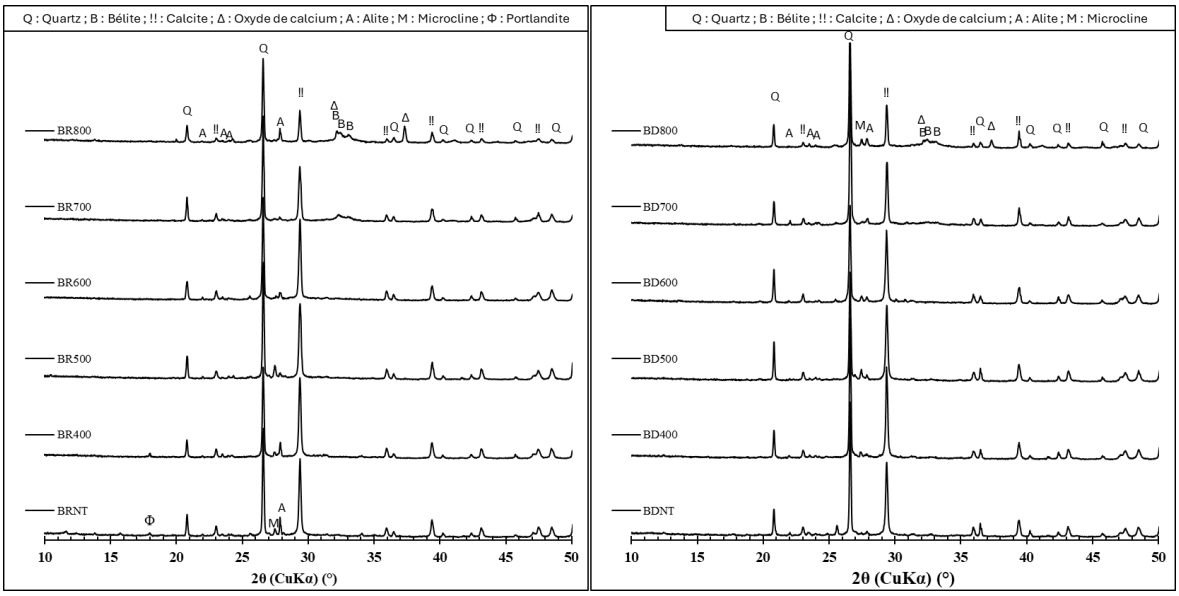


FIGURE 3. Diffractogrammes des différents bétons après traitements thermiques à diverses températures.

(à gauche : Béton de retour ; à droite : béton de déconstruction)

Le diffractogramme du béton de retour traité à 500 °C montre la disparition complète du pic de la Portlandite, qui n'était pas présente initialement dans le béton de déconstruction (BDNT). Cette disparition est le signe d'une réaction de déshydroxylation de la Portlandite, où ce dernier se

décompose sous l'effet de la chaleur (Castellote et al., 2004). Par ailleurs, une légère diminution de la Calcite à partir de 700 °C, due à la décarbonatation, a été remarquée dans les deux cas. Lorsqu'un traitement thermique est appliqué à 700 °C, une bosse apparaît entre 30 et 35°, correspondant à la formation de la Bélite, résultat de la décomposition des C-S-H (Real et al., 2020). Cette bosse est plus prononcée dans le cas du béton recyclé que dans celui du béton de déconstruction, ce qui pourrait être attribuable à la quantité de matière régénérée à cette température.

À 800 °C, la bosse se résout en pics qui augmentent en intensité, et elle est accompagnée de la formation de chaux libre. Comme démontré dans la FIGURE 3, le polymorphe formé dans les deux cas est l'α'_H-C_2S. L'absence de pics correspondant au polymorphe β-C_2S pourrait s'expliquer par sa taille nanométrique, ce qui entraîne l'apparition d'une bosse dans la plage de 30 à 35°.

Ces résultats confirment que les mêmes mécanismes observés lors du traitement des pâtes de ciment, qui se produisent également dans les bétons recyclés, entraînent la formation du polymorphe α'_H-C_2S. La principale différence concerne la température de formation du C_2S, qui s'élève à 700 °C dans ce cas, contre 600 °C dans les autres études portant sur le C_3S et le ciment.

B. Caractérisation par la résonance magnétique nucléaire (RMN)

Dans cette section, nous analysons les spectres RMN ^{29}Si des pâtes de ciment de C_3S après traitement thermique. Trois températures (600, 700 et 800 °C) ont été retenues pour les pâtes de ciment, tandis que la pâte de C_3S a été étudiée uniquement à 800 °C. Ces températures ont été sélectionnées en fonction des résultats de la diffraction des rayons X, qui ont révélé la formation de la Bélite dans cette plage thermique. Les spectres correspondants sont présentés dans la FIGURE 4.

Les silicates de calcium hydratés (C-S-H) sont caractérisés par les groupes Q^1 et Q^2, correspondant respectivement aux extrémités et aux centres des chaînes (Alonso and Fernandez, 2004; Cong and James Kirkpatrick, 1996; Walkley and Provis, 2019). Dans les deux pâtes de 28 jours, un pic Q^1 est observé à -79 ppm, tandis qu'un pic Q^2 est situé autour de -84 ppm.

Conformément aux analyses DRX, les pics Q^0 identifiés dans la pâte de C_3S sont associés au silicate de calcium C_3S anhydre. D'autres pics Q^0 liés aux phases anhydres ont également été observés, notamment un pic à -71 ppm attribué au β-C_2S et une large bande à -73 ppm, associée au C_3S. De plus, un épaulement autour de -81 ppm, attribué selon la littérature à Q^2(1Al), fournit des indications importantes sur l'incorporation de l'aluminium dans les phases C-S-H. Cela suggère la formation de C-(A)-S-H dans le ciment Portland hydraté (Skibsted and Andersen, 2013; Walkley and Provis, 2019). Le spectre du liant traité à 600 °C (PC600) a révélé quatre pics de résonance situés à δ(^{29}Si) de -69, -71 et -72 (Q^0), ainsi qu'à -78 (Q^1) ppm. Les pics Q^0 correspondent à la présence des différentes polymorphes de la Bélite, tandis que le pic Q^1 est associé aux dimères de tétraèdres de silicates. La confirmation des pics Q^0 est en accord avec les résultats de la DRX qui ont identifié la Bélite. Le pic à -71 ppm est généralement attribué au β-C_2S anhydre, comme confirmé par le spectre RMN-MAS ^{29}Si du PP800 qui montre un pic principal Q'^0 étroit à un δ(^{29}Si) de -71 ppm (Scrivener et al., 2016). Les sites Q^2 n'ont pas été détectés, suggérant une décomposition complète des C-S-H (silicates de calcium hydratés) pour former de nouvelles phases lors du traitement à 600 °C.

En traitant les pâtes de ciment à 700 °C, le pic correspondant au Q^1 a complètement disparu avec une diminution brusque de celui situé à -72 ppm. Lorsque les pâtes de ciment ont été soumises à

un traitement à 800 °C, ce dernier pic a également disparu. Cette observation est cohérente avec la formation progressive des deux polymorphes de C_2S, comme indiqué par la DRX.

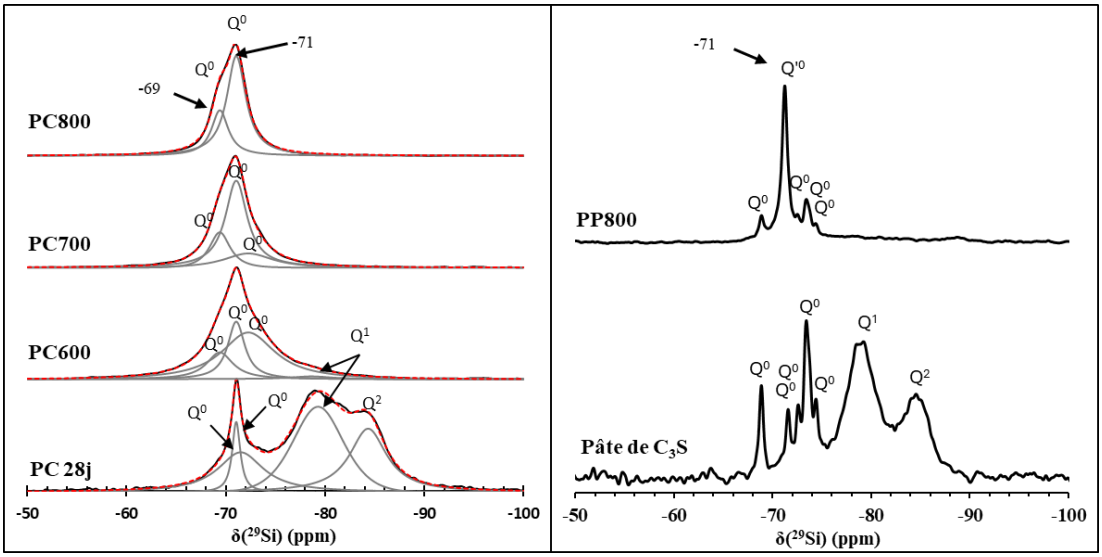


FIGURE 4. Spectres ^{29}Si-RMN des pâtes aux traitements thermiques. La ligne continue représente le spectre expérimental, la ligne grise représente la décomposition, et les lignes pointillées rouges représentent les pics cumulés de décomposition.

(à gauche : Pâte de ciment ; à droite : Pâte de C_3S)

Cependant, le pic situé à -69 ppm peut être attribué à la phase α'_H-C_2S, puisque celle-ci est identifiée seule avec la phase β-C_2S d'après l'analyse DRX effectuée sur le PC800. Selon la littérature, la position du pic à -72 ppm se trouve dans les intervalles des unités Q^0 et Q^1 (Walkley and Provis, 2019). Dans une étude réalisée par Alonso et Fernandez (Alonso and Fernandez, 2004), l'application d'un traitement thermique à 450 °C sur des pâtes de ciment a entraîné l'émergence d'un nouveau pic de résonance à -74,2 ppm, identifié comme étant associé à des tétraèdres de type Q^1. D'autres études suggèrent également que ce pic pourrait être attribué à la présence du γ-C_2S (A.-R.Grimmer et al., 1985; Ishida et al., 1992). Ce dernier n'a pas été détecté par la diffraction des rayons X dans la limite de résolution du diffractomètre. Une étude menée par Sasaki et al. (Sasaki et al., 1997) a soumis des C-S-H synthétiques à des traitements thermiques. Ils ont observé l'apparition d'un pic à -73 ppm après un traitement thermique à 550 °C, qu'ils ont attribué au β-C_2S au lieu de γ-C_2S.

Selon les résultats bibliographiques, le pic observé à -72 ppm peut être attribué à un β-C_2S désordonné, étant donné que le polymorphe gamma n'a pas été détecté par la diffraction des rayons X. De plus, la présence de ce pic à 700 °C semble exclure l'hypothèse selon laquelle le pic est associé à des tétraèdres de type Q^1, car la décomposition du C-S-H est déjà complète à ce stade, comme le suggère la littérature (Carriço et al., 2020; Real et al., 2020). La comparaison des aires des pics à -71 et -69 ppm, correspondant respectivement aux polymorphes β-C_2S et α'_H-C_2S, indique une prédominance du polymorphe β-C_2S dans la plage de températures étudiée (600 à 800 °C), étant donné que l'aire du pic est proportionnelle au nombre de sites d'atomes de silicium présents.

III. Conclusion

Cette étude a mis en évidence la possibilité de régénérer des liants fonctionnels à partir de matériaux cimentaires par traitement thermique, constitue une alternative durable pour la valorisation des déchets de construction. Les résultats fournissent des informations essentielles sur les transformations des phases dans divers matériaux cimentaires exposés à des températures comprises entre 400 et 800 °C.

Les observations expérimentales montrent que le traitement thermique peut provoquer la formation de nouvelles phases régénérées à partir de ces matériaux, conduisant à des conclusions significatives. Lors des deux premières étapes, l'oxyde de calcium a été formé par la décomposition de la Portlandite et du $CaCO_3$, un phénomène observé uniquement à 800 °C dans le cas des bétons recyclés.

Le traitement thermique a également engendré la formation de deux polymorphes, le β-C_2S et l'α'_H-C_2S. Alors qu'un traitement thermique à 600 °C appliqué sur la pâte de C_3S pure a conduit à la formation d'un seul polymorphe (le β-C_2S). Pour ce qui est de la pâte de ciment Portland, deux polymorphes ont été identifiés, à savoir le β-C_2S et l'α'_H-C_2S, ce dernier étant particulièrement réactif. En outre, la Mayénite ($Ca_{12}Al_{14}O_{33}$) a été formée, accompagnée de la reformation du C_4AF. Les traitements thermiques appliqués sur les deux types de bétons ont abouti à la formation de la Bélite à partir de 700 °C, tandis que le polymorphe α'_H-C_2S a été détecté par la DRX.

Afin de compléter cette étude, il est essentiel de caractériser les liants issus des bétons recyclés par spectroscopie RMN-MAS ^{29}Si, afin de valider les résultats obtenus par diffraction des rayons X. De plus, il est nécessaire de poursuivre cette démarche en réalisant une analyse du cycle de vie (ACV) ou une étude de la consommation énergétique, accompagnée d'une quantification des émissions de CO_2 générées lors du processus de recyclage des bétons. Cette approche permettra d'évaluer l'impact de l'utilisation des matériaux recyclés tant sur le plan énergétique qu'environnemental.

REFERENCES

Agrela, F., Barbudo, A., Ramírez, A., Ayuso, J., Carvajal, M.D., Jiménez, J.R., 2012. Construction of road sections using mixed recycled aggregates treated with cement in Malaga, Spain. Resour Conserv Recycl 58, 98–106. https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2011.11.003

Alonso, C., Fernandez, L., 2004. Dehydration and rehydration processes of cement paste exposed to high temperature environments. J Mater Sci 39, 3015–3024. https://doi.org/10.1023/b:jmsc.0000025827.65956.18

A.-R.Grimmer, F.von Lampe, M.Mägi, E.Lippmaa, 1985. HIGH-RESOLUTION SOLID-STATE 29Si NMR OF POLYMORPHS OF Ca2SiO 4. Cem Concr Res 15, 467–473. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0008-8846(85)90120-6

Carriço, A., Bogas, J.A., Guedes, M., 2020a. Thermoactivated cementitious materials – A review. Constr Build Mater 250, 118873. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118873

Carriço, A., Real, S., Bogas, J.A., Costa Pereira, M.F., 2020. Mortars with thermo activated recycled cement: Fresh and mechanical characterisation. Constr Build Mater 256. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119502

Castellote, M., Alonso, C., Andrade, C., Turrillas, X., Campo, J., 2004. Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. Cem Concr Res 34, 1633–1644. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00229-1

Cong, X., James Kirkpatrick, R., 1996. 29Si MAS NMR study of the structure of calcium silicate hydrate. Advanced Cement Based Materials 3, 144–156. https://doi.org/10.1016/S1065-7355(96)90046-2

Ishida, H., Okada, Y., Mitsuda, T., 1992. Highly Reactive β-Dicalcium Silicate: II, Hydration Behavior at 25°C Followed by 29Si Nuclear Magnetic Resonance. Journal of the American Ceramic Society 75, 359–365.

Katz, A., Kulisch, D., 2017. Performance of mortars containing recycled fine aggregate from construction and demolition waste. Materials and Structures/Materiaux et Constructions 50. https://doi.org/10.1617/s11527-017-1067-x

Kwon, E., Ahn, J., Cho, B., Park, D., 2015. A study on development of recycled cement made from waste cementitious powder. Constr Build Mater 83, 174–180. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.02.086

Pandurangan, K., Dayanithy, A., Om Prakash, S., 2016. Influence of treatment methods on the bond strength of recycled aggregate concrete. Constr Build Mater 120, 212–221. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.093

Poon, C.S., Azhar, S., Anson, M., Wong, Y.L., 2001. Strength and durability recovery of fire-damaged concrete after post-fire-curing. Cem Concr Res 31, 1307–1318. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00582-8

Real, S., Bogas, J.A., Carriço, A., Hu, S., 2021. Mechanical characterisation and shrinkage of thermoactivated recycled cement concrete. Applied Sciences (Switzerland) 11. https://doi.org/10.3390/app11062454

Real, S., Carriço, A., Bogas, J.A., Guedes, M., 2020. Influence of the treatment temperature on the microstructure and hydration behavior of thermoactivated recycled cement. Materials 13. https://doi.org/10.3390/ma13183937

Sasaki, K., Masuda, T., Ishida, H., Mitsuda, T., 1997. Synthesis of calcium silicate hydrate with Ca/Si = 2 by mechanochemical treatment. Journal of the American Ceramic Society 80, 472–476. https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1997.tb02853.x

Scrivener, K., Snellings, R., Lothenbach, B., 2016. A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials.

Silva, R. V., de Brito, J., Dhir, R.K., 2019. Use of recycled aggregates arising from construction and demolition waste in new construction applications. J Clean Prod 236, 117629. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.117629

Skibsted, J., Andersen, M.D., 2013. The effect of alkali ions on the incorporation of aluminum in the calcium silicate hydrate (C-S-H) phase resulting from portland cement hydration studied by 29Si MAS NMR. Journal of the American Ceramic Society 96, 651–656. https://doi.org/10.1111/jace.12024

Song, H., Jeong, Y., Bae, S., Jun, Y., Yoon, S., Eun Oh, J., 2018. A study of thermal decomposition of phases in cementitious systems using HT-XRD and TG. Constr Build Mater 169, 648–661. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.001

Walkley, B., Provis, J.L., 2019. Solid-state nuclear magnetic resonance spectroscopy of cements. Mater Today Adv. https://doi.org/10.1016/j.mtadv.2019.100007

Carbonatation naturelle et accélérée d'un géopolymère à base de métakaolin

Sara KOUBEISSY

Univ. Lille, CNRS, Centrale Lille, UMR 9013 - LaMcube - Laboratoire de mécanique Multiphysique Multiéchelle, Lille, 59000, France

RESUME Cette étude explore le comportement à la carbonatation d'échantillons de géopolymères formulés dans le cadre du projet PREDIS. Les échantillons ont été exposés à une carbonatation naturelle ainsi qu'à une carbonatation accélérée sous quatre conditions distinctes : (1) 1% de CO_2, 65% HR, 20°C ; (2) 1% de CO_2, 65% HR, 40°C ; (3) 1% de CO_2, 65% HR, 50°C et (4) 5% de CO_2, 65% HR, 20°C, afin de déterminer si la carbonatation accélérée est représentative des mécanismes observés en conditions naturelles ainsi que d'évaluer l'influence de la température et de la concentration en CO_2 sur le processus de carbonatation. Les résultats montrent qu'en carbonatation accélérée, une augmentation du diamètre moyen des pores a été observée, suggérant une réorganisation du réseau poreux plutôt qu'un simple comblement. De plus, les carbonates de potassium n'ont été détectés qu'après séchage et exposition à l'air, révélant une précipitation différée et un comportement spécifique aux conditions accélérées. L'analyse des propriétés de transfert et de la résistance en compression met en évidence des différences significatives entre la carbonatation naturelle et accélérée, confirmant que la carbonatation accélérée ne reflète pas fidèlement le comportement des géopolymères en conditions naturelles.

Mots-clefs Géopolymères, carbonatation naturelle, carbonatation accélérée, température, bicarbonates de potassium.

I. INTRODUCTION

Le béton conventionnel, largement utilisé dans la construction (Joshua et al., 2018), repose principalement sur le ciment Portland, un matériau dont la production est responsable d'importantes émissions de CO_2 : 4.3 Gt en 2020 comparé à 4.2 Gt en 2019 (Gijbels et al., 2020). Le CO_2 est considéré comme le principal gaz à effet de serre responsable du réchauffement climatique à l'échelle mondiale, et les émissions liées à la production de ciment ne cessent d'augmenter sous l'effet de la demande croissante en matériaux de construction. Face à ces enjeux environnementaux, les matériaux alcali-activés (MAA), y inclus les géopolymères (GP), émergent comme une alternative prometteuse, offrant une empreinte carbone réduite tout en présentant des propriétés mécaniques et de durabilité intéressante (Singh and Middendorf, 2020).

Toutefois, la question de leur durabilité face aux mécanismes de dégradation reste un défi majeur. Parmi ces mécanismes, la carbonatation est une pathologie bien connue dans le béton à base de ciment Portland. Lorsque le dioxyde de carbone atmosphérique réagit avec la matrice cimentaire, il déclenche une série de réactions chimiques qui modifient les propriétés du matériau, causant ainsi la décomposition des hydrates du béton, principalement la portlandite et le C-S-H, ce qui altère la microstructure et la résistance du matériau (Johannesson and Utgenannt, 2001). Ce phénomène entraîne des effets préoccupants tels que la diminution la corrosion des armatures en

acier (Belda Revert et al., 2018; Stefanoni et al., 2018) et la réduction de la porosité et de la perméabilité (Dewaele et al., 1991).

Avec l'émergence des MAA**,** la recherche sur la carbonatation s'est principalement concentrée sur les systèmes riches en calcium, tels que les laitiers et leurs mélanges avec des cendres volantes ou du métakaolin (Nedeljković et al., 2018; Nguyen et al., 2022; Zhang et al., 2020). En revanche, l'impact de la carbonatation sur les géopolymères pauvres en calcium activés au potassium, notamment ceux à base de métakaolin, demeure un sujet peu exploré. Quelques études existantes se sont surtout intéressées aux MAA et GP activés au sodium, en analysant la composition chimique de la solution interstitielle, l'évolution du pH et la nature des carbonates formés au cours du processus de carbonatation (Bernal et al., 2012; Pouhet and Cyr, 2016).

Vu le développement croissant du béton géopolymère dans des applications variées, allant des infrastructures routières aux revêtements de protection (Almutairi et al., 2021) et à l'immobilisation des déchets (Cantarel et al., 2015), sa durabilité face à la carbonatation doit être étudiée plus en profondeur pour mieux comprendre ses implications sur les propriétés mécaniques et microstructurales du matériau et anticiper son comportement à long terme. Cette étude vise à analyser l'impact de la carbonatation, aussi bien naturelle qu'accélérée, sur une formulation à base de métakaolin activée par du potassium, un sujet encore peu exploré dans la littérature. Elle cherche également à évaluer dans quelle mesure la carbonatation accélérée des géopolymères est représentative du comportement observé dans des conditions naturelles, sachant que certaines études rapportent une carbonatation rapide des GP.

.II. MATÉRIAUX ET MÉTHODES

A. Matériaux

Les géopolymères fabriqués sont formulés à partir de métakaolin et activés par des solutions basiques à base de potassium. Le métakaolin utilisé est le Metamax, une poudre blanche calcinée par voie rotative et fournie par BASF®. Sa composition chimique est présentée dans le Tableau 1.

TABLEAU 1. Composition chimique de la poudre de métakaolin obtenue par fluorescence X (% massique) et sa surface spécifique.

Teneur (%)	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	TiO_2	K_2O	CaO	MgO	PAF	**Surface spécifique (m^2/g)**
Metamax	51,48	43,99	0,34	1,47	0,06	0,00	0,00	2,66	**13,5**

L'activation alcaline est assurée par une solution commerciale à base de silicate de potassium, le BETOL® 5020T, fournie par Woellner® (Allemagne). Cette solution se compose de 30 % de SiO_2, 18,5 % de K_2O et 51,5 % d'eau. Afin d'ajuster la stœchiométrie du mélange, des pastilles de KOH (pureté > 99 %), obtenues auprès de VWR International (USA), ainsi que de l'eau déionisée, sont ajoutées à la formulation.

B. Stœchiométrie et cure

La formulation utilisée a été développée par les partenaires de l'université NNL (National Nuclear Laboratory) dans le cadre du projet PREDIS. Elle est caractérisée par les ratios molaires suivants :

$$SiO_2 : K_2O = 1,2 \; ; \; K_2O : Al_2O_3 = 1,2 \; ; \; H_2O : K_2O = 1,2$$

Après un mélange à 2000 tours/minute pendant 5 minutes, les échantillons sont soumis à une phase de cure de 28 jours dans une enceinte climatique à 20°C et 90 % d'humidité relative (HR).

C. Conditions de carbonatation

La carbonatation naturelle est évaluée dans des conditions de 0,1 % de CO_2, 60 % d'humidité relative (HR) et 20°C. Pour la carbonatation accélérée (CA), quatre conditions différentes sont appliquées :

- 1 % de CO_2, 60 % HR et 20°C (Condition 1 suivant la norme EN 13295, (Standards, 2004)),
- 1 % de CO_2, 60 % HR et 40°C (Condition 2),
- 1 % de CO_2, 60 % HR et 50°C (Condition 3),
- 5 % de CO_2, 60 % HR et 20°C (Condition 4).

D. Méthodes expérimentales

Le résumé des différentes essais réalisés dans cette étude sont résumés dans le Tableau 2.

TABLEAU 2. Résumé des différents essais utilisés dans l'étude.

Essais réalisés	Description de l'essai
Indicateur colorés	Après carbonatation, les échantillons cylindriques (D = 2,7) ont été coupés en deux et traités avec des indicateurs colorés. La phénolphtaléine (rose pour pH > 9, incolore en dessous) et le jaune d'alizarine (orange pour pH > 12, jaune en dessous) ont permis de visualiser et d'évaluer la profondeur de carbonatation.
Essai à la compression	La résistance à la compression a été évaluée sur des échantillons cubiques de 4 cm de côté à l'aide d'une machine INSTRON 5500R d'une capacité de 45 kN.
DRX	La diffraction des rayons X a été réalisée avec un diffractomètre Bruker Advance D8 en configuration Bragg-Brentano (2θ : 5°–60°, pas de 0,05°, temps d'acquisition de 20 s par pas). Les résultats ont été traités avec le logiciel DIFFRAC.EVA.
Isotherme de sorption	L'adsorption d'azote a été réalisée sur des échantillons cylindriques (D = 2,7) à l'aide d'une machine Micromeritics ASAP2020 à 77 K, dans un intervalle de pression relative de 0,001 à 0,995 P/P_0. Après concassage et tamisage (63–400 µm), les échantillons ont été dégazés sous vide à 130 °C pendant 12 h.
FTIR	Les échantillons ont été analysés à l'aide d'une cellule ATR. Les mesures ont été effectuées dans la plage de longueurs d'onde de 500 à 4000 cm^{-1}, avec 20 acquisitions par mesure.
Perméabilité accessible	Les tests de perméabilité au gaz ont été réalisés sur des échantillons cylindriques (D = 3,6) séchés à 40°C. Une pression de gaz constante (argon) de 0,5 MPa a

au Gas	également été appliquée sous des pressions de confinement de 1, 2 et 5 MPa pour analyser la perméabilité et détecter la présence de fractures.

III. RÉSULTATS

A. Profondeur, vitesse et évolution minéralogique de la carbonatation

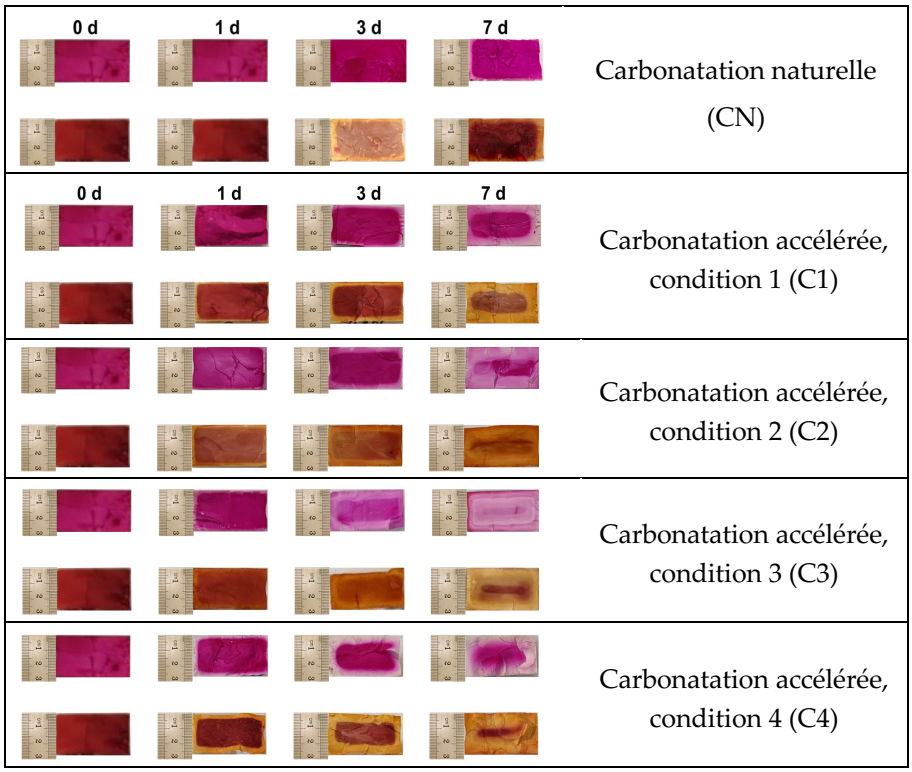


FIGURE 1. Front de carbonatation mesuré à l'aide des deux indicateurs sous différentes conditions de carbonatation.

La Figure 1 illustre la profondeur de carbonatation des GP. La zone non-carbonatée est identifiée par une coloration rose lorsque la phénolphtaléine est utilisée (pH > 9) et par une coloration orange lorsque l'alizarine jaune est employée (pH > 12). Cette zone est principalement observée au centre de l'échantillon ou dans l'échantillon de référence testé avant carbonatation (0 jour).

La carbonatation naturelle progresse lentement au cours des premiers jours. Après 7 jours, la profondeur de carbonatation reste limitée, avec un cœur encore alcalin selon la phénolphtaléine. L'alizarine jaune, plus sensible aux variations de pH, indique une diminution plus rapide du pH en surface (<12), révélant une différence due aux seuils de virage des deux indicateurs.

Les échantillons exposés à des concentrations plus élevées de CO_2 et à des températures accrues présentent une profondeur de carbonatation nettement plus importante. En particulier, et d'après les Figure 1 et 2, la comparaison entre C1 et C4 ainsi qu'entre C1, C2 et C3 met en évidence l'effet du taux de CO_2 (3,64 comparé à 1,86 mm/jour1/2) et de la température (2,27 et 3,24 mm/jour1/2 comparé à 1.86 mm/jour1/2) sur la vitesse de carbonatation.

En comparaison avec les MAA en carbonatation accélérée, la condition C1 (E/C = 0.65) présente une vitesse de carbonatation de 1.86 mm/jour$^{1/2}$, tandis qu'une formulation de MAA riche en calcium (E/C = 0.55) atteint 3.02 mm/jour$^{1/2}$ (Nguyen et al., 2024). Cette différence montre que, malgré un rapport E/C plus élevé, les géopolymères carbonatent moins rapidement que les MAA riches en calcium, soulignant ainsi leur meilleure résistance à la carbonatation sous des conditions accélérées. Enfin, l'effet de la concentration en CO_2 et de la température suit une tendance similaire à celle rapportée pour le ciment Portland (Xu et al., 2022), indiquant que les mécanismes de carbonatation restent comparables malgré des différences de composition chimique et de structure des liants. Toutefois, les coefficients ont été déterminés à l'aide d'une courbe de tendance passant par zéro. Cependant, des facteurs de correction devront être appliqués en fonction de la géométrie cylindriques des échantillons testés afin d'assurer une comparaison rigoureuse des vitesses de carbonatation.

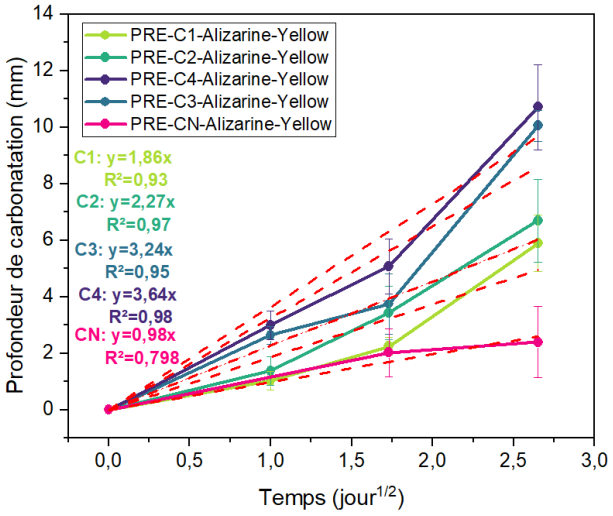


FIGURE 2. Profondeur de carbonatation déterminée à l'aide de l'alizarine comme indicateur coloré.

Après carbonatation, l'analyse par DRX ne révèle aucune formation de carbonates de potassium, que ce soit dans les échantillons soumis à une carbonatation naturelle ou accélérée (Figure 3a). Seule la présence de l'anatase a été détectée, provenant de la poudre de Metamax. Ce résultat est en accord avec la littérature, qui indique que les carbonates de potassium sont très solubles dans l'eau vis-à-vis les carbonates de sodium (1,12 g/L comparé à 0,21 g/L) et donc plus difficiles à détecter. De plus, certains carbonates de potassium peuvent précipiter sous une forme amorphe ou faiblement cristallisée, contribuant ainsi à l'augmentation du signal amorphe (Figure 3).

Cependant, après un certain temps, une fine poudre blanche, semblable à des efflorescences, apparait sur la surface des échantillons ayant subi la carbonatation accélérée suivi d'un séchage et d'une exposition à l'air ambiant, ce qui suggère une cristallisation progressive des carbonates. Le séchage à 40°C s'est avéré crucial pour stabiliser ces phases secondaires et a été réalisé préalablement aux essais de transfert. Lors de la réanalyse par DRX, des bicarbonates de potassium $KHCO_3$ ont été détectés (Figure 3b), confirmant des observations similaires rapportées par Gao et al. (Gao et al., 2013). À l'appui de ces résultats, les analyses FTIR réalisées sur ces échantillons confirment également la formation des bicarbonates (voir Annexe A). Ces observations indiquent que la formation des carbonates de potassium semble favorisée par des

cycles d'humidité et de séchage, suggérant qu'à plus long terme, des carbonates plus stables pourraient apparaître, influençant potentiellement la microstructure du matériau. De plus, la détection de ces phases uniquement dans les échantillons soumis à la carbonatation accélérée, même à long terme, montre que les carbonates peuvent se former différemment selon les conditions de carbonatation naturelle ou accélérée, traduisant ainsi un comportement distinct entre les deux types de carbonatation.

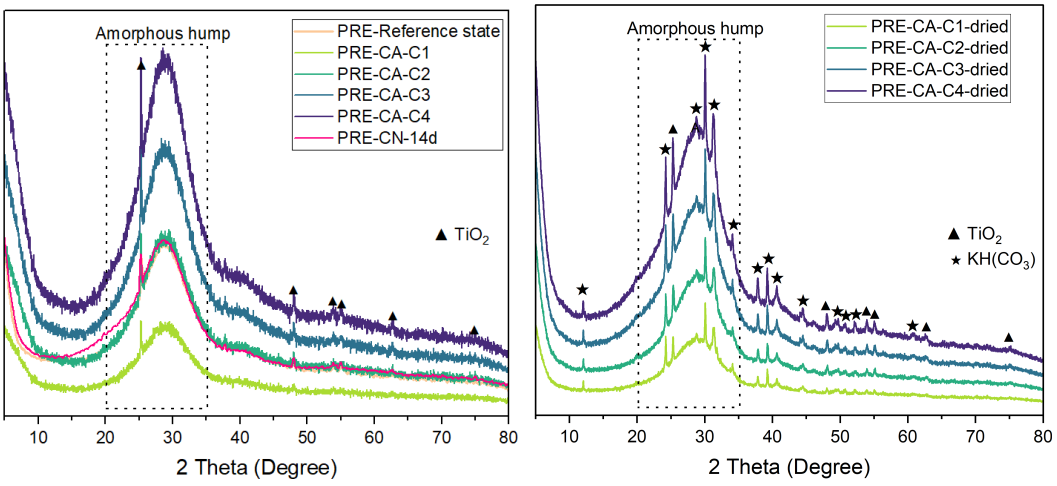


FIGURE 3. Diffraction des rayons X (DRX) des échantillons analysés immédiatement après carbonatation (a) et après séchage et exposition à l'air ambiant (b).

B. Effet de la carbonatation sur les propriétés de transfert : porosité et perméabilité

Les courbes d'adsorption d'azote et les distributions de taille des pores montrent l'évolution de la porosité des géopolymères après carbonatation naturelle et accélérée (Figure 4). Dans le cas de la carbonatation naturelle, l'adsorption d'azote diminue progressivement avec le temps, indiquant une réduction de la porosité après 7 et 14 jours. L'échantillon CN-14d présente une adsorption plus faible que l'état de référence et que CN-7d, suggérant un remplissage partiel des pores par les produits de carbonatation. L'analyse BJH confirme cette tendance avec une diminution de la proportion de mésopores, traduisant un réarrangement progressif de la structure poreuse.

En carbonatation accélérée (Figure 4b), l'adsorption d'azote est certes moins importante, mais le diamètre médian des pores augmente. Cette évolution pourrait résulter d'une modification de la microstructure de la matrice due au séchage, entraînant un retrait, suivi d'une fissuration. La précipitation des carbonates, combinée aux conditions agressives de carbonatation (température), pourrait favoriser l'apparition de microfissurations dans les géopolymères (Trincal et al., 2022). Ces observations indiquent que la carbonatation accélérée ne se limite pas à un simple remplissage des pores comme dans le cas de la carbonatation naturelle, mais entraîne également une modification plus profonde de la structure et de la connectivité poreuse.

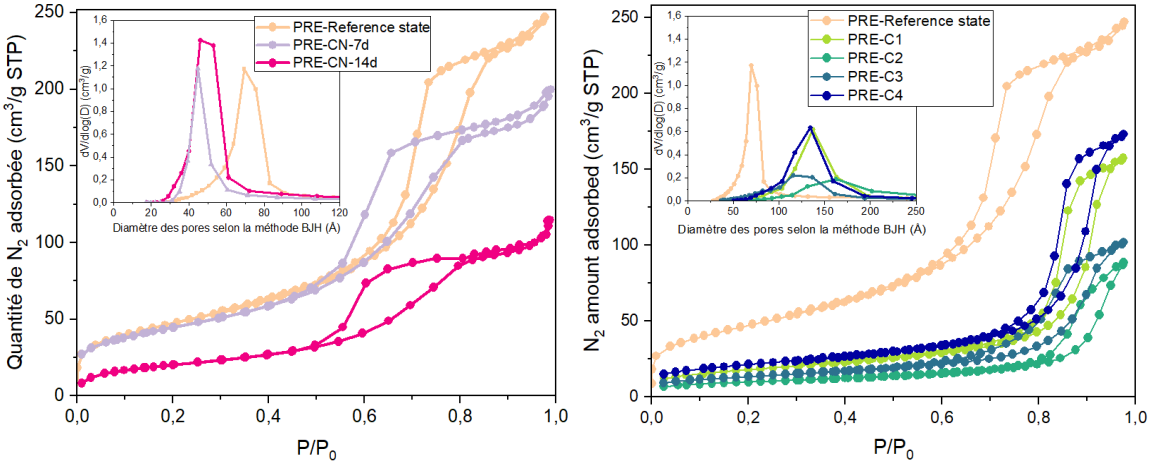


FIGURE 4. Isothermes de sorption d'azote et distribution des pores selon la méthode BJH des géopolymères après carbonatation naturelle (a) et accélérée (b).

L'analyse des courbes de perméabilité (Annexe B) montre que la carbonatation naturelle entraîne une réduction légère de la perméabilité à 50 bars, suggérant un comblement progressif des pores et une stabilisation de la microstructure. En revanche, la carbonatation accélérée conduit à une augmentation de la perméabilité, soulignant le même effet observé au niveau de l'augmentation du diamètre médian des pores (Figure 4b). La normalisation des valeurs de perméabilité (Figure 5) met en évidence l'impact du séchage et de la désaturation sur l'évolution de la microstructure. Des fissurations apparaissent dans les deux types de carbonatation en raison de ces facteurs, mais la carbonatation accélérée se distingue par une augmentation de la perméabilité, suggérant un effet plus agressif. Ce phénomène indique que la carbonatation accélérée modifie plus profondément la microstructure, influençant la perméabilité et la durabilité du matériau. Ces résultats soulignent l'effet combiné des carbonates formés et de la température de séchage, jouant un rôle clé dans l'évolution de la carbonatation.

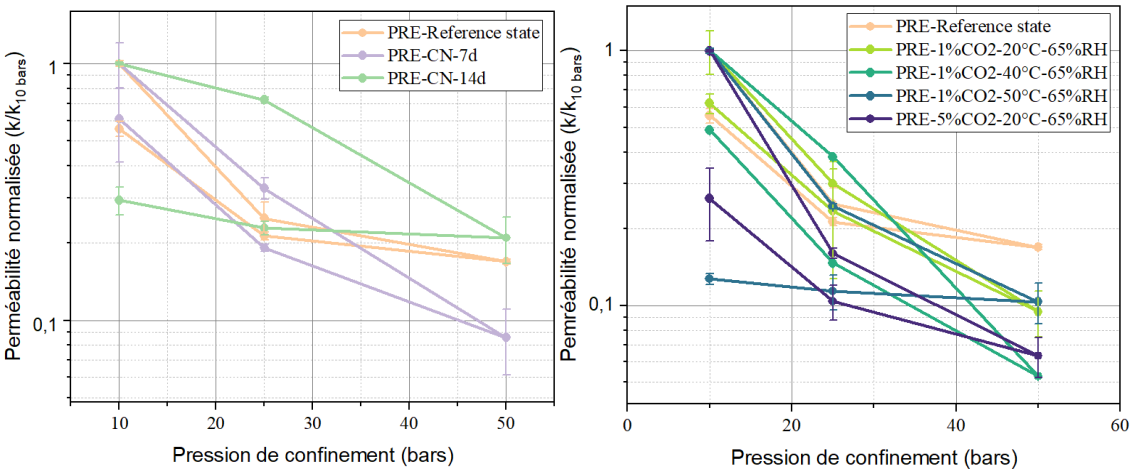


FIGURE 5. Perméabilité normalisée en fonction de la pression de confinement (bars) après carbonatation naturelle (a) et accélérée (b). Une pression de gaz constante (argon) de 0,5 MPa est appliquée sous des pressions de confinement de 1, 2 et 5 MPa.

C. Corrélation de la résistance en compression avec les propriétés de transfert

La Figure 6a illustre l'évolution de la résistance en compression des échantillons soumis à une carbonatation naturelle. Une légère augmentation de la résistance est observée entre l'état de référence et les échantillons CN-7d et CN-14d. Cependant, cette variation indique que la carbonatation naturelle n'a pas eu d'impact significatif sur la résistance en compression.

En revanche, la Figure 6b met en évidence une amélioration notable de la résistance en compression pour tous les échantillons après carbonatation accélérée. Dès 3 jours, une augmentation significative est observée dans toutes les conditions. Après 7 jours, cette amélioration semble atteindre un plateau pour les conditions 1 % CO_2 à 40°C, 1 % CO_2 à 50°C et 5 % CO_2 à 20°C, suggérant que la carbonatation a stabilisé la résistance mécanique dans ces environnements. Toutefois, pour 1 % CO_2 à 20°C, la résistance continue d'augmenter, indiquant que le processus de carbonatation et son influence sur la résistance mécanique se poursuivent au-delà de cette période. La carbonatation accélérée semble augmenter la résistance à la compression en densifiant la microstructure par la précipitation des carbonates.

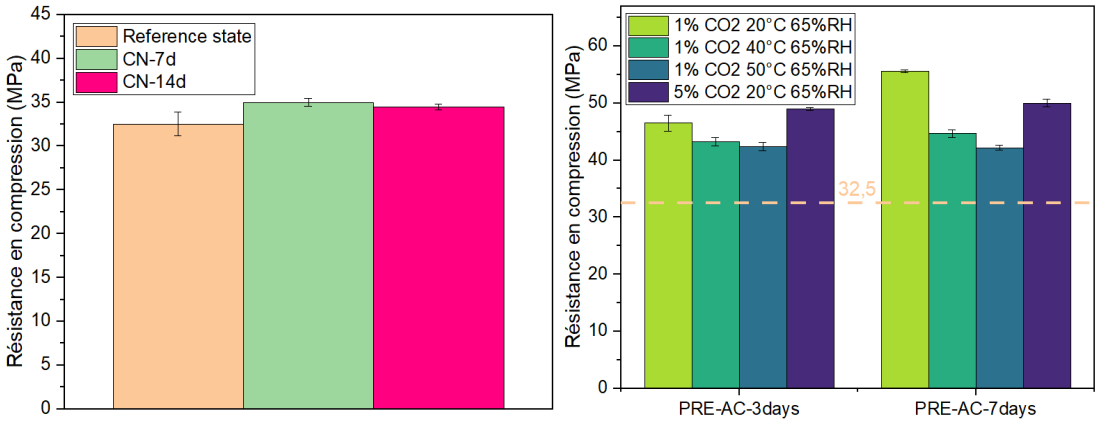


FIGURE 6. Résistance en compression des échantillons soumis à une carbonatation naturelle (a) et accélérée (b).

IV. CONCLUSIONS

Cette étude sur la carbonatation des géopolymères a permis de mettre en évidence des effets notables sur l'évolution microstructurale, les propriétés de transfert et les transformations chimiques, notamment la formation de bicarbonates.

- La carbonatation naturelle est un processus lent qui réduit progressivement la taille des pores, entraînant une légère diminution de la perméabilité
- La formation de bicarbonates sous conditions accélérées souligne des différences dans les produits de réaction entre carbonatation naturelle et accélérée.
- Une température plus élevée accélère la cinétique de la carbonatation accélérée.
- En carbonatation accélérée, la formation des carbonates et les fissurations entraînent une réorganisation du réseau poreux, augmentant la perméabilité et altérant ainsi les propriétés de transfert du matériau.
- Ces résultats montrent que la carbonatation accélérée est plus agressive et ne reflète pas fidèlement l'évolution du matériau en conditions naturelles.

RESUME TRAVAUX DE THESES

En plus de ce travail sur la carbonatation des géopolymères, ma thèse s'est également intéressée à l'influence des **précurseurs** (taille des particules, surface spécifique, etc.) sur les **performances des géopolymères**, ainsi qu'à l'effet de la **carbonatation accélérée et naturelle** sur différentes formulations, y compris celles présentées dans cette étude. J'ai également étudié la **carbonatation naturelle et accélérée de géopolymères contenant 30 % d'huile modèle de déchets radioactifs**, afin d'évaluer l'impact de cette encapsulation sur leur comportement. Par ailleurs, une autre partie de mes recherches a porté sur la **lixiviation des géopolymères avec et sans huile** dans des milieux acides, basiques et neutres. Enfin, mon travail de thèse a également abouti à **l'optimisation d'une formulation**, intégrant les contraintes liées aux performances mécaniques, à la durabilité et à la rétention des liquides organiques dans la matrice géopolymère.

REFERENCES

Almutairi, A.L., Tayeh, B.A., Adesina, A., Isleem, H.F., Zeyad, A.M., 2021. Potential applications of geopolymer concrete in construction: A review. Case Stud. Constr. Mater. 15, e00733. https://doi.org/10.1016/j.cscm.2021.e00733

Belda Revert, A., De Weerdt, K., Hornbostel, K., Geiker, M.R., 2018. Carbonation-induced corrosion: Investigation of the corrosion onset. Constr. Build. Mater. 162, 847–856. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.066

Bernal, S.A., Provis, J.L., Brice, D.G., Kilcullen, A., Duxson, P., van Deventer, J.S.J., 2012. Accelerated carbonation testing of alkali-activated binders significantly underestimates service life: The role of pore solution chemistry. Cem. Concr. Res. 42, 1317–1326. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.07.002

Cantarel, V., Nouaille, F., Rooses, A., Lambertin, D., Poulesquen, A., Frizon, F., 2015. Solidification/stabilisation of liquid oil waste in metakaolin-based geopolymer. J. Nucl. Mater. 464, 16–19. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.04.036

Dewaele, P.J., Reardon, E.J., Dayal, R., 1991. Permeability and porosity changes associated with cement grout carbonation. Cem. Concr. Res. 21, 441–454. https://doi.org/10.1016/0008-8846(91)90092-V

Gao, X.X., Michaud, P., Joussein, E., Rossignol, S., 2013. Behavior of metakaolin-based potassium geopolymers in acidic solutions. J. Non-Cryst. Solids 380, 95–102. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2013.09.002

Gijbels, K., Krivenko, P., Kovalchuk, O., Pasko, A., Schreurs, S., Pontikes, Y., Schroeyers, W., 2020. The influence of porosity on radon emanation in alkali-activated mortars containing high volume bauxite residue. Constr. Build. Mater. 230, 116982. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116982

Johannesson, B., Utgenannt, P., 2001. Microstructural changes caused by carbonation of cement mortar. Cem. Concr. Res. 31, 925–931. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00498-7

Joshua, O., Matawal, P.D., Akinwumi, T., 2018. DEVELOPMENT OF A FULLY POZZOLANIC BINDER FOR SUSTAINABLE CONSTRUCTION: WHOLE CEMENT REPLACEMENT IN CONCRETE APPLICATIONS. Int. J. Civ. Eng. Technol. 9.

Nedeljković, M., Šavija, B., Zuo, Y., Luković, M., Ye, G., 2018. Effect of natural carbonation on the pore structure and elastic modulus of the alkali-activated fly ash and slag pastes. Constr. Build. Mater. 161, 687–704. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.005

Nguyen, T.N., Phung, Q.T., Frederickx, L., Jacques, D., Dauzeres, A., Elsen, J., Pontikes, Y., 2024. Microstructural evolution and its impact on the mechanical strength of typical alkali-activated slag subjected to accelerated carbonation. Dev. Built Environ. 19, 100519. https://doi.org/10.1016/j.dibe.2024.100519

Nguyen, T.N., Phung, Q.T., Yu, Z., Frederickx, L., Jacques, D., Sakellariou, D., Dauzeres, A., Elsen, J., Pontikes, Y., 2022. Alteration in molecular structure of alkali activated slag with various water to binder ratios under accelerated carbonation. Sci. Rep. 12, 5524. https://doi.org/10.1038/s41598-022-09491-4

Pouhet, R., Cyr, M., 2016. Carbonation in the pore solution of metakaolin-based geopolymer. Cem. Concr. Res. 88, 227–235. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.05.008

Singh, N.B., Middendorf, B., 2020. Geopolymers as an alternative to Portland cement: An overview. Constr. Build. Mater. 237, 117455. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117455

Standards, E., 2004. BS EN 13295:2004 Products and systems for the protection and repair of concrete structures.Test methods. Determination of resistance to carbonation [WWW Document]. Httpswwwen-Stand. URL https://www.en-standard.eu/bs-en-13295-2004-products-and-systems-for-the-protection-and-repair-of-concrete-structures-test-methods-determination-of-resistance-to-carbonation/ (accessed 2.10.25).

Stefanoni, M., Angst, U., Elsener, B., 2018. Corrosion rate of carbon steel in carbonated concrete – A critical review. Cem. Concr. Res. 103, 35–48. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.10.007

Trincal, V., Benavent, V., Lahalle, H., Balsamo, B., Samson, G., Patapy, C., Jainin, Y., Cyr, M., 2022. Effect of drying temperature on the properties of alkali-activated binders - Recommendations for sample preconditioning. Cem. Concr. Res. 151, 106617. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106617

Xu, Z., Zhang, Z., Huang, J., Yu, K., Zhong, G., Chen, F., Chen, X., Wengen, Y., Wang, Y., 2022. Effects of temperature, humidity and CO2 concentration on carbonation of cement-based materials: A review. Constr. Build. Mater. 346, 128399. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.128399

Zhang, X., Long, K., Liu, W., Li, L., Long, W.-J., 2020. Carbonation and Chloride Ions' Penetration of Alkali-Activated Materials: A Review. Molecules 25, 5074. https://doi.org/10.3390/molecules25215074

ANNEXE A : Courbes FTIR des échantillons après carbonatation accélérée

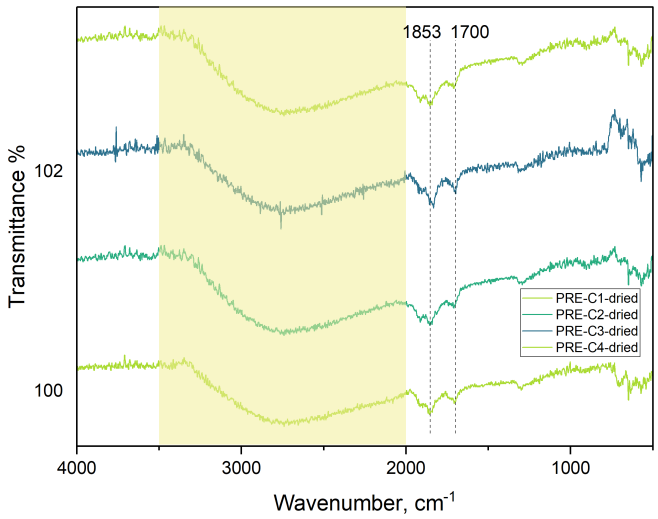


FIGURE A. Spectres FTIR des géopolymères carbonatés de manière accélérée après exposition à différentes conditions suivie d'un séchage et d'une mise à l'air ambiant.

ANNEXE B : Courbes de perméabilité en variant la pression de confinement non-normalisés

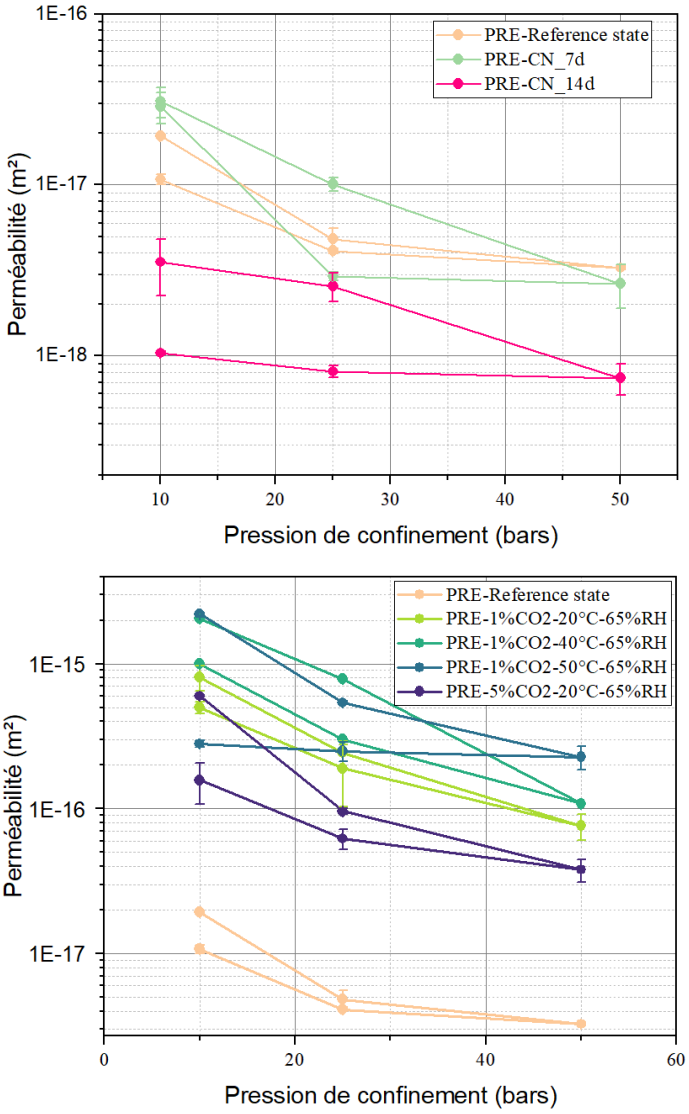


FIGURE B. Mesure de la perméabilité en fonction de la pression de confinement après carbonatation naturelle (a) et accélérée (b). Une pression de gaz constante (argon) de 0,5 MPa est appliquée sous des pressions de confinement de 1, 2 et 5 MPa.

Impact des sédiments de balayage sur les matériaux cimentaires et alcalin-activé : Étude de la porosité, de la microstructure et du comportement rhéologique

Auteur Mohamed Afif Zeggar *, 1,2, Walid Maherzi 1,2, Nassim Sebaibi 3, Nor-Edine Abriak 1 ;2, Mahfoud Benzerzour 1,2

Affiliation1 IMT Nord Europe, Institut Mine-Télécom, Centre for Materials and process, F-59000, Lille, France

2 LGCgE, Laboratoire de Génie Civil et géoEnvironnement, F-59000, Lille, France

3 BUILDERS Ecole d'ingénieurs, Research Unity "Builders Lab", Campus Caen, ComUE NU, Epron, France

RESUME L'industrie de la construction génère une forte empreinte carbone, incitant à la valorisation des **sédiments de balayage** comme alternative durable. Cette étude explore leur incorporation dans des **géopolymères** et des **coulis de remblais** pour réduire l'impact environnemental tout en optimisant les performances des matériaux. L'ajout de **15 % à 50 % de sédiments** dans les géopolymères améliore la résistance mécanique grâce à la formation de **gels C-A-S-H et N-A-S-H**. L'analyse rhéologique révèle une stabilisation de la viscosité avec l'augmentation des sédiments. Pour les coulis, la fraction **< 500 µm** perturbe l'écoulement, mais l'ajout de **cendres volantes** améliore la fluidité. Une substitution de **20 % de ciment par des sédiments calcinés** accélère l'hydratation et optimise la portance immédiate. Ces résultats confirment le potentiel des sédiments de balayage pour des matériaux de construction plus écologiques et performants..

Mots-clefs Valorisation des sediments, Géopolymères , Optimisation rhéologique , Substitution du ciment , Durabilité des matériaux

I. INTRODUCTION

L'industrie de la construction est confrontée à une double problématique : la raréfaction des matières premières et l'impact environnemental lié à la fabrication du ciment Portland, responsable de près de 8 % des émissions mondiales de CO_2. Face à cette situation, l'exploration de solutions alternatives, notamment à travers l'utilisation des géopolymères et des matériaux cimentaires autoplaçants, devient essentielle. La valorisation des sédiments de balayage apparaît comme une réponse prometteuse pour réduire la consommation de ressources naturelles et limiter l'empreinte carbone des matériaux de construction.

Dans cette optique, les géopolymères apparaissent comme une alternative crédible au ciment Portland, offrant une meilleure durabilité et un impact environnemental réduit. L'incorporation des sédiments de balayage dans ces matériaux soulève alors des questions sur leurs effets structurels et mécaniques.

Les géopolymères sont obtenus par activation alcaline de matériaux aluminosilicatés, tels que les cendres volantes ou le métakaolin, permettant la formation de gels C-A-S-H et N-A-S-H. Contrairement aux matériaux cimentaires classiques, leur durcissement repose sur un processus de polymérisation impliquant la rupture et la recombinaison des liaisons Si–O et Al–O. L'incorporation des sédiments de balayage dans ces formulations a démontré des effets positifs sur la résistance mécanique et les propriétés rhéologiques du matériau.

L'ajout progressif de sédiments à hauteur de 15 %, 30 % et 50 % en remplacement des cendres volantes dans les géopolymères a permis d'optimiser la résistance à la compression à 7, 28 et 60 jours. Ces améliorations sont principalement dues à la formation de structures gelifiées, qui renforcent la cohésion et la stabilité du matériau durci. De plus, les études rhéologiques montrent que l'augmentation de la teneur en sédiments influence la viscosité et la thixotropie du matériau, facilitant ainsi sa mise en œuvre. Toutefois, la présence de matière organique dans certains sédiments peut ralentir la réaction de géopolymérisation, nécessitant un traitement préalable pour assurer une compatibilité optimale.

Si les géopolymères démontrent un fort potentiel dans la réduction de l'empreinte carbone du secteur du bâtiment, les matériaux cimentaires autoplaçants représentent une autre alternative innovante en termes de mise en œuvre et de maniabilité. L'intégration des sédiments de balayage dans ces formulations pose toutefois des défis techniques qui nécessitent une évaluation approfondie.

Les coulis et bétons autoplaçants (BAP) sont utilisés pour les structures complexes, nécessitant un remplissage homogène sans vibration. Grâce à leur forte fluidité, ils assurent une mise en œuvre simplifiée et permettent un remplissage des coffrages sans compromettre leurs performances mécaniques. Cependant, l'incorporation de sédiments bruts peut modifier l'écoulement et la stabilité du matériau, en particulier lorsque la fraction inférieure à 500 μm contient une proportion élevée de matière organique, retardant ainsi la prise du ciment.

L'étude de l'impact des sédiments sur les propriétés rhéologiques a révélé que l'augmentation de leur teneur modifie la viscosité et le seuil de cisaillement du coulis cimentaire. Pour pallier ces effets, l'ajout de cendres volantes et de fillers calcaires permet d'améliorer l'ouvrabilité en réduisant la demande en eau. De plus, une substitution de 20 % du ciment par des sédiments calcinés favorise une prise plus rapide et une meilleure portance immédiate (IPI), essentielle pour la mise en œuvre des remblais fluides.

L'influence des sédiments sur la cinétique d'hydratation du ciment a également été étudiée à travers différents modèles, notamment ceux de Roussel et Perrot, mettant en évidence la relation entre l'évolution des paramètres rhéologiques et la formation des liaisons intergranulaires. L'utilisation de sédiments calcinés accélère la précipitation des hydrates, tandis que les sédiments bruts ralentissent cette réaction en raison des impuretés organiques qu'ils contiennent.

Ainsi, qu'il s'agisse de géopolymères ou de matériaux cimentaires autoplaçants, l'optimisation des formulations à base de sédiments de balayage permet d'envisager des solutions de construction plus durables et performantes. Toutefois, la compatibilité chimique et la maîtrise des propriétés rhéologiques restent des paramètres essentiels à considérer pour garantir une mise en œuvre efficace et une durabilité accrue.

L'intégration des sédiments de balayage dans les géopolymères et les matériaux cimentaires autoplaçants représente une approche prometteuse pour réduire l'impact environnemental de l'industrie de la construction tout en valorisant des déchets urbains. L'optimisation des formulations permet de tirer parti des propriétés chimiques et minéralogiques des sédiments tout en améliorant la performance mécanique et rhéologique des matériaux. Toutefois, une caractérisation approfondie et un traitement préalable des sédiments restent nécessaires pour garantir une compatibilité optimale avec les liants et assurer une mise en œuvre efficace sur le terrain.

II. FORMAT

A. Matériaux

Trois sources d'aluminosilicates ont été employées : des cendres volantes de type F, du laitier de haut fourneau et des sédiments calcinés. Le sédiment valorisé A été broyés à l'aide d'un broyeur à disques vibrant Retsch RS200, fonctionnant à 750 tours/minute pendant 1 minute et 30 secondes. Ce processus vise à augmenter les sites de nucléation, améliorant ainsi leur réactivité et l'effet de la calcination. La température de calcination, choisie sur la base des mesures de l'analyse thermogravimétrique (ATG), a été fixée à 880 °C pour une durée d'une heure. L'activateur alcalin utilisé est le silicate de soude $Na_2SiO_3,5H_2O$ sous forme de poudre, un type d'activateur déjà employé dans plusieurs formulations de géopolymères (Cong Ma, 2019).

La densité réelle de FASB est de 2,5 g/cm³ avec une taille moyenne de grains d'environ 8,4 µm, tandis que pour le GGBS, la densité est de l'ordre de 2,5 avec une taille moyenne de grains de 8,89 µm. Pour les sédiments MM, la taille moyenne est de 9,655 µm et de 13,92 µm avec une densité de 2,625 g/cm³ et de 2,661 g/cm³, respectivement. La composition en oxydes des différents minéraux a été analysée par fluorescence X (XRF), et les résultats montrent que les CV possèdent une teneur très élevée en SiO2, représentant près de la moitié, soit 51 %, tandis que pour le sédiment MM, elle est d'environ 47,29 %. Pour le laitier, le CaO est le plus dominant avec un pourcentage de l'ordre de 50,16 % et de 31,04 % pour le sédiment MM.

TABLEAU 1. Compositions chimiques des matériaux

Composition	MM	CV	LHF
CaO	31,04%	3,62%	50,16%
SiO_2	47,29%	42,77%	27,32%
Fe_2O_3	5,72%	17,44%	0,84%
MgO	5,80%	2,50%	7,80%
Al_2O_3	6,06%	19,47%	7,14%
K_2O	1,79%	8,70%	0,95%

SO_3	0,95%	1,64%	2,16%
TiO_2	0,66%	2,44%	1,58%
Cl	0,24%	0,36%	0,14%
MnO	0,10%	0,24%	1,58%
Cr_2O_3	0,12%	0,09%	
SrO	0,04%	0,10%	0,24%
ZnO	0,05%	0,06%	
Densité	2,77	2,5	2,85
BET m^2/g	1,749	2,6	0,5
Granularité (d50)	13,92	8,4	8,89

B) Méthodes

La préparation des mortiers de géopolymère implique un protocole similaire à celui des mortiers à base de ciment Portland conventionnel. Les matériaux en poudre, tels que la cendre volante, les sédiments calcinés, le laitier, et l'activateur alcalin (silicate de sodium), sont d'abord mélangés à sec pour une distribution uniforme. Après ajout d'eau, le mélange est agité pour faciliter la réaction chimique de géopolymérisation. Du sable normalisé est ensuite ajouté pour obtenir un mortier géopolymère ternaire. La pâte fraîche est versée dans des moules et soumise à des vibrations pour assurer l'homogénéité. Les moules sont placés dans une chambre de durcissement à température et humidité contrôlées pour le développement des propriétés du géopolymère.

TABLEAU 2. Formulations des géopolymères

Désignation	Powder proportions			Activator(kg)	Water/binder
	GGBS (%)	FA (%)	SED (%)		
F1	40%	60%	15%	160	0,48
F2	40%	60%	30%	160	0,48
F3	40%	60%	50%	160	0,48
F4	40%	60%	50%	160	0,48

Les caractéristiques mécaniques des géopolymères ont été évaluées par des tests de résistance à la compression non confinée (UCS) et de résistance à la flexion sur des échantillons de 4x4x16 cm^3, conformément à la norme NF EN 196–1, en utilisant une presse mécanique Instron 5500R - 150 kN. Ces tests ont visé à examiner la performance mécanique des échantillons à divers intervalles de temps (7, 28 jours) après leur sortie de la salle de durcissement standard. Les résultats, basés sur les moyennes d'au moins trois échantillons reproductibles, ont exclu les données avec des écarts-types supérieurs à 10 %, assurant ainsi la précision et la fiabilité de l'évaluation des propriétés mécaniques pour identifier la formulation optimale des géopolymères.

Pour analyser la porosité, un facteur déterminant pour la durabilité et l'interaction avec l'environnement externe, la porosimétrie à intrusion de mercure (MIP) a été utilisée sur des échantillons séchés au four à une température inférieure à 60 °C après 28 jours de durcissement.

Cette méthode, réalisée avec un Micromeritics Autopore V 9600, suit la norme ISO 15901-1:2016 et permet d'évaluer précisément la perméabilité des mortiers de géopolymère.

doivent utilisées un éditeur d'équation et être numérotées consécutivement par des chiffres entre parenthèses sur le côté droit de la page. Elles doivent également être séparées du texte par un espace.

Préparation de coulis

La préparation des coulis a été effectuée en suivant un protocole de malaxage bien défini. Ce dernier permet d'assurer une bonne homogénéité et de garantir une certaine répétabilité (figure...). En premier lieu, les cendres volantes ainsi que les sédiments sont mélangés en ajoutant un tiers de l'eau totale. Par la suite, les fibres sont ajoutées. La friction des granulats permet de disperser les fibres de manière homogène, suivie de 10 minutes de repos, ce qui permet au mélange d'absorber l'eau ajoutée et donc de saturer. Cela mène à la 3ème phase qui se résume par l'ajout du ciment et du reste de l'eau afin d'arriver à formuler un coulis qui pourra par la suite être caractérisé pour ses propriétés à l'état frais

Aspect du comportement considéré	Caractérirques mécanique
Indice portant immédiat	IPI >10
résistance à la compression simple	0,5<Rc<1 Mpa
affaissement au cone dAbrams	h> 15mm
Résistance à l'immersion à l'eau	Rci/Rc60>0,8

Les tests de résistance à la compression non confinée (UCS) et de résistance à la flexion ont été effectués sur des échantillons de 4x4x16 cm^3 conformément à la norme NF EN 196–1 en utilisant une presse mécanique Instron 5500R - 150 kN. Ces tests avaient pour but d'évaluer la performance mécanique des échantillons dans le temps

les échantillons ont été sortis de la salle de durcissement standard pour les mesures de résistance à la compression à, 28 et 60 jours de durcissement. Les tests ont été réalisés conformément à la norme Les résultats finaux de résistance sont les valeurs moyennes d'au moins trois échantillons reproductibles, et il est à noter que les résultats mesurés présentant des écarts-

types moyens supérieurs à 10 % doivent être éliminés.

Ces procédures d'essai permettent une évaluation précise et fiable des propriétés mécaniques des géopolymères et facilitent la sélection de la meilleure formulation pour une performance mécanique optima

	Content formulation by wt(%)				
	Raw Sediment (S1)	Fly ash	Calcined sediment (S2)	OPC	W/B
A2*	100%	-	-	7%	0.27
B2*	90%	10%	-	7%	0.27

B2*15SedC	90%	10%	1%	6%	0.27
B2*30SedC	90%	10%	2.1	4.9%	0.27
B2*40SedC	90%	10%	2.8%	4.2%	0.27
A3*	80%	-	-	7%	0.27
B3*	100%	10%	-	7%	0.29
B3*15SedC	90%	10%	1%	6%	0..29
B3*30SedC	90%	10%	2.1	4.9%	0.29
B3*40SedC	90%	10%	2.8%	4.2%	0.29

RESULTATS

A. Résistance mécanique

L'étude a mis en évidence une amélioration considérable des performances mécaniques des géopolymères grâce à l'ajout de sédiments calcinés. Cette incorporation a favorisé une augmentation significative de la résistance à la compression et à la flexion entre 7 et 28 jours de cure, en raison de la présence de **CaO et MgO**, éléments jouant un rôle clé dans le renforcement de la structure du matériau. L'approche d'activation mécanochimique, telle que décrite par **Matalkah et al.**, repose sur un broyage à sec des cendres volantes avec des activateurs spécifiques (**CaO, MgO, NaOH**), ce qui a entraîné une nette amélioration des propriétés du matériau en termes de résistance à l'humidité, de raffinement microstructural et de performances mécaniques. De nombreuses études ont par ailleurs montré que l'ajout de **MgO** contribue à densifier la matrice en favorisant la formation de **l'hydrotalcite $Mg_6Al_2CO_3(OH)_{16}\cdot 4H_2O$**, un composé jouant un rôle structurant dans l'organisation interne du matériau (Mehmet Kaya 2022, Chantale Njiomou Djangang 2020).

L'augmentation des résistances observées s'explique non seulement par la formation de **phases C-A-S-H et N-A-S-H**, mais aussi par une accélération du processus de durcissement du matériau. L'introduction de **sédiments calcinés riches en CaO** favorise l'élévation du pH du système, facilitant ainsi la dissolution des cendres volantes et renforçant la dynamique de polycondensation. Ce phénomène entraîne la formation de structures consolidantes, à savoir **C-A-S-H, N-A-S-H et l'hydrotalcite**, qui participent activement à l'accroissement de la cohésion et de la stabilité du matériau.

Ces observations mettent en avant l'intérêt des **sédiments calcinés** dans l'élaboration de géopolymères aux **propriétés optimisées**, en soulignant l'interdépendance des constituants du liant et leur influence sur l'évolution de la résistance mécanique. La présence simultanée de plusieurs phases minérales confère au matériau une structure plus homogène et durable, améliorant ainsi ses performances et son potentiel d'utilisation dans diverses applications.

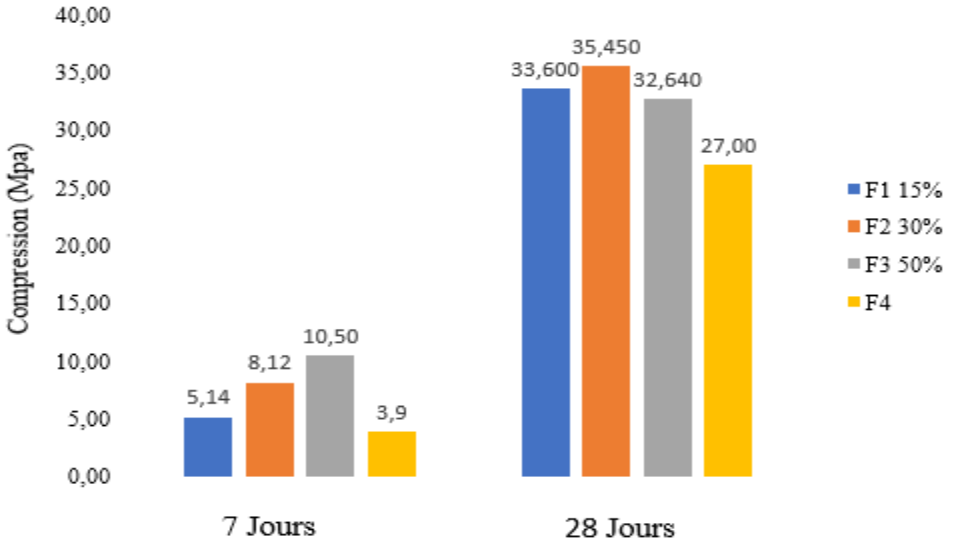


Figure 1. Résistance à la compression à 7 et 28 jours pour chaque type de liant

Mesure des propriétés mécaniques

Il est possible d'établir une relation entre le degré de structuration des différentes formulations à l'état frais et leurs valeurs de l'Indice Portant Immédiat (IPI). A partir du tableau ci-dessous les observations suggèrent que les valeurs de l'IPI sont en partie influencées par l'interaction entre le liant (composé de ciment et de sédiment calciné) d'une part, et l'effet de remplissage, qui contribue dans une certaine mesure à l'amélioration de la densité du mélange granulaire, d'autre part figure 2.

En réalité, l'augmentation du rapport Eau/Sédiment (E/S) réduit l'impact de la distribution granulométrique (en diminuant les frottements entre particules), mettant ainsi davantage en évidence l'influence du liant. Il a été constaté que les formulations B2*15SedC et B2*30SedC présentent un niveau de structuration plus élevé que celles ne contenant pas de sédiments calcinés. Cependant, dans le cas de la formulation B2*40SedC, l'effet de la granulométrie joue un rôle plus déterminant sur la thixotropie. En effet, l'augmentation du rapport E/S entraîne une diminution de la thixotropie, contrairement aux formulations B2*15SedC et B2*30SedC, qui conservent un comportement plus structuré.

	B2*	B2*15SedC	B2*30SedC	B2*40SedC
IBI	10,52	19	15	10,03
R_{c28d}(MPa)	2,11	2,01	1,87	0,98
$R_{c\ 60d}$(MPa)	3,23	3,13	2,98	1,87
imrg 32j(MPa)	3,14	3,01	2,83	1,57
Rci/Rc60	0,97	0,96	0,95	0,84

Dans cette partie de l'étude, des mélanges intégrant 10 % de cendres volantes (B2 et B3**) ont été sélectionnés pour des ratios eau/liant de 27 % et 29 % (Fig. 10). Ces compositions ont ensuite servi à examiner l'influence de l'ajout de sédiments calcinés sur le processus d'hydratation du ciment, en testant des niveaux de remplacement du ciment de 15 %, 30 % et 40 %.

L'évolution du paramètre Athix a été analysée à l'aide du modèle de Perrot, permettant de prédire le comportement des différentes formulations. Avec l'augmentation du temps de repos, une limite optimale de la teneur en poudre calcaire a pu être déterminée, correspondant à la meilleure structuration observée. En particulier, il a été constaté qu'un taux de poudre calcaire inférieur à 15 % permettait d'obtenir la structuration la plus efficace (Fig. 11).

Concernant les formulations contenant 29 % d'eau, une incorporation de 15 % de sédiments calcinés a conduit à une amélioration notable du taux de structuration Athix, atteignant une valeur de 19,37 Pa/min. Toutefois, lorsque la quantité de sédiments calcinés a été augmentée à 40 %, ce taux a chuté à 11,44 Pa/min (Fig. 2). Ces résultats suggèrent que l'accroissement du paramètre Athix ne découle pas uniquement de l'action des sédiments calcinés sur l'hydratation et la structuration du liant. Cela indique que, au-delà du phénomène d'hydratation, d'autres facteurs interviennent dans la structuration de la pâte de ciment, notamment l'effet de dilution, qui accentue les interactions entre particules.

Cet effet se manifeste particulièrement dans les formulations avec 27 % d'eau, où l'ajout de sédiments calcinés a intensifié les frottements entre les grains. La quantité d'eau présente dans ces formulations s'est avérée insuffisante pour réduire l'impact des interactions granulaires, amplifiant ainsi leur influence sur la structuration du mélange.

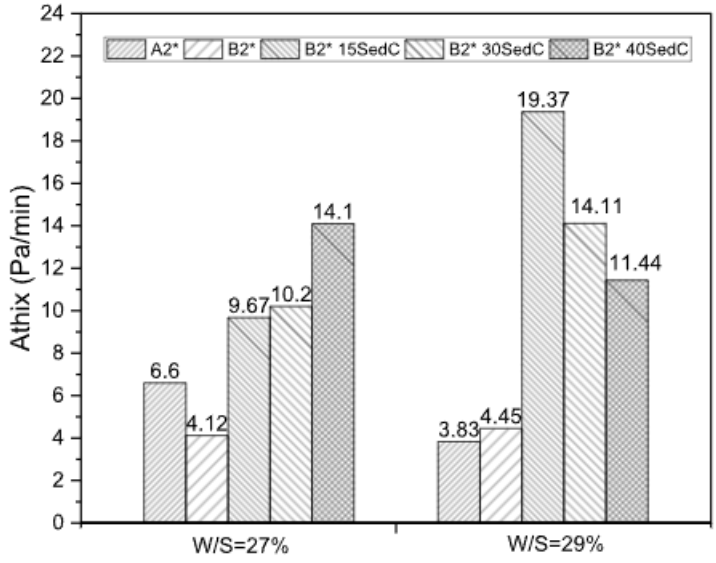


Figure 2. Athix measurement for different formulations at different water contents

Conclusion :

L'étude a démontré que l'incorporation de sédiments calcinés dans les formulations géopolymériques et cimentaires permet une amélioration significative des performances mécaniques. Grâce à leur richesse en CaO et MgO, ces sédiments favorisent une meilleure résistance à la compression et à la flexion, en particulier entre 7 et 28 jours de cure. L'activation mécanochimique, combinant le broyage des cendres volantes avec des

activateurs spécifiques, optimise la structure du matériau en améliorant sa résistance à l'humidité et en affinant sa microstructure.

Cette amélioration résulte principalement de la formation de phases consolidantes comme les C-A-S-H, N-A-S-H et l'hydrotalcite, qui renforcent la cohésion et la stabilité du matériau. De plus, l'ajout de ces sédiments contribue à élever l'alcalinité du système, favorisant la dissolution des particules réactives et accélérant la polycondensation. Toutefois, la structuration du matériau dépend du taux d'incorporation des sédiments calcinés et des conditions de cure.

L'analyse rhéologique a révélé que le rapport eau/sédiment (E/S) influence directement la mise en œuvre du matériau. Une quantité d'eau plus élevée réduit l'effet de la granulométrie et met en avant le rôle du liant, tandis qu'un excès de sédiments peut entraîner une perte de structuration en raison d'un effet de dilution. L'étude du paramètre Athix a permis d'identifier qu'un taux optimal de 15 % de sédiments calcinés améliore la structuration du matériau, alors qu'un excès (> 40 %) peut réduire la cohésion et la résistance mécanique.

En conclusion, l'ajout de sédiments calcinés représente une solution prometteuse pour le développement de matériaux de construction plus performants et respectueux de l'environnement tant pour le matériaux alcalin-activé que pour les matériaux cimentaaire ..

REFERENCES

Utiliser le style "Elsevier – Harvard (with titles)". Veuillez trouver ci-dessous quelques exemples.

J. Hamari, J. Koivisto, & H. Sarsa. (2014). Does Gamification Work? -- A Literature Review of Empirical Studies on Gamification. *47th Hawaii International Conference on System Sciences*, 3025-3034. https://doi.org/10.1109/HICSS.2014.377

Taillandier, F., & Adam, C. (2018). Games Ready to Use: A Serious Game for Teaching Natural Risk Management. *Simulation & Gaming*, 49(4), 441-470. https://doi.org/10.1177/1046878118770217

Ruben Snellings, « Properties and pozzolanic reactivity of flash calcined dredging sediments ».

Syed Ali Rizwan et al, « Blends of limestone powder and fly-ash enhance the response of self-compacting mortars », 2012

Dongbing Jiang et al, « Utilization of limestone powder and fly ash in blended cement: Rheology, strength and hydration characteristics », 2020

Behaviour of reinforced concrete affected by damage due to combined ASR and DEF: Assessment by NDT methods

Author: Goodluck Msigwa

Affiliation: Université de Toulouse; UPS, INSA; LMDC (Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions); 135, avenue de Rangueil; F-31077 Toulouse Cedex 04, France. E-mail address: msigwa@insa-toulouse.fr

ABSTRACT: Alkali silica reaction (ASR) and delayed ettringite formation (DEF) are harmful swelling pathologies that have been observed in many reinforced concrete structures. It is particularly important to understand how expansion and damage due to the combination of the two pathologies affect the durability of reinforced concrete. Non-destructive testing (NDT) methods have been used in monitoring of swelling pathologies in concrete with an advantage of using the same specimens for several measurements. This research aims to understand the combined ASR and DEF damage effect in reinforced concrete by using NDT methods. Cylindrical plain and reinforced concrete specimens with diameter 160 mm, and height 320 mm were poured. The reinforcement ratios were 1 and 0.6% in longitudinal and transverse direction respectively. For monitoring, specimens were stored in tanks at 38^0 C while fully immersed in water. The specimens' expansions were measured by length comparators. The damage was assessed using linear and non-linear resonance vibration techniques and surface cracking observations also. Overall, dynamic modulus results from linear vibration showed that at same expansion, there is more damage in ASR alone than combined ASR and DEF pathologies. In addition, the linear vibration seems to be more sensitive than non-linear vibration at small expansions. For large expansion, the opposite trend was observed as the non-linear vibration seems to be more sensitive than the linear vibration. This shows the complementarity of the two NDT methods in monitoring ASR and DEF mechanisms.

Keywords: Alkali silica reaction (ASR), Delayed ettringite formation (DEF), Non-destructive testing methods (NDT), Reinforcement, Damage

1. INTRODUCTION

ASR and DEF are harmful swelling pathologies that occur in concrete structures threatening their structural integrity and durability. ASR is a reaction between different ionic species in concrete pore solution and reactive silica contained in aggregates (Rajabipour et al., 2015). It results in ASR products and causes expansion and cracking in concrete. DEF is a pathology that occurs when ettringite is formed after hardening of concrete due to high temperature curing $>65^0$ C causing expansion and cracking in concrete (Ingham, 2012). ASR and DEF mechanisms are influenced by factors such as concrete composition (cement, aggregates); environmental conditions (temperature, moisture); and stress conditions (restrains, creep). This paper focuses on the stress conditions effects particularly restraining by the presence of rebars.

Concrete stress conditions that affect ASR and DEF damage include shrinkage, creep and internal or external confinement. In a previous research on a C section large beam undergoing both ASR

and DEF simultaneously; the surface expansions in transverse direction were 3 times those in longitudinal direction due to the high amount of reinforcement in the longitudinal direction restraining the expansion (Karthik et al., 2016). In addition, the transverse reinforcement reached yield stress earlier than the longitudinal reinforcement resulting in more expansion and damage due to the combined effect of ASR and DEF. In another study on combined ASR and DEF on prestressed reinforced concrete beams, authors showed that the beams developed cracks but did not experience significant decrease in structural properties like bending stiffness, and ultimate load (Sanjeewa et al., 2024). The retaining of the structural properties was due to the restraining provided by prestress and rebars which restrained the ASR and DEF expansions. However, authors noted that in field structures, cracks generated can allow ingress triggering corrosion of rebars which can lead to loss of structural properties. Experimental studies dedicated to the mechanical evaluation of the combined effects of ASR and DEF damage on the structural behaviour of reinforced concrete structures are still necessary especially for laboratory small scale specimens.

NDT methods have several advantages such as they can be used on testing field structures without need of much coring. In addition, NDTs have advantages in the laboratory as they can be used multiple times to characterize one specimen thus reducing the overall scattering of results due to material variations (Balayssac and Garnier, 2018). Previous researches have shown successful use of linear and non-linear vibration methods in evaluating ASR and DEF pathologies in concrete with some limitations concerning the uniformity of the moisture content and the size of the specimens (Malone et al., 2021; Metalssi et al., 2015). This success inspired the usage of linear and non-linear vibration methods in this study.

Based on the highlighted literature, this study aims to investigate the effect of combined ASR and DEF damage on reinforced concrete by using NDT methods. For this purpose, plain and reinforced concrete specimens subjected to ASR and DEF expansion were poured and stored at 38^0 C while fully immersed in water. Thereafter, NDT methods of linear and non-linear vibration were used to monitor and characterize the damage resulting from the two pathologies. The novelty of this study lies in the understanding from the material and structural point of view on how damage due to ASR and DEF acts on reinforced concrete. In addition, this study aims to check the capability of NDT methods in evaluating damage in reinforced concrete structures affected by ASR and DEF pathologies.

2. METHODOLOGY

The methodology involved casting of plain and reinforced concrete specimens with a mix design representative of the concrete used in nuclear structures in France (Maalouf, 2024). Reactive and control mixes were cast into cylindrical specimens having 160 mm in diameter and 320 mm in height. Reactive concrete mix design had reactive siliceous limestone aggregates ranging from 4 to 20 mm in sieve size and cement containing 1% by weight of Na_2O_{eq} and 2.7% by weight of SO_3 mixed at water-to-cement ratio (w/c) of 0.56 (Table 1). In addition, NaOH was added to the mix at an amount of 1.9 kg per cubic meter of cast material to accelerate ASR. The control specimens were cast with the same mix design but with non-reactive limestone aggregates. The reinforcement configuration had 4 longitudinal rebars of diameter 8 mm achieving a reinforcement ratio of 1%

with stirrups also with diameter 8mm welded at 3 levels achieving a reinforcement ratio of 0.6% (Figure 1a).

After casting, the specimens subjected to ASR and DEF were placed in a climatic chamber for thermal treatment where temperature was gradually raised to 80^0 C and then gradually lowered to 20^0 C within 7 days to achieve the DEF pathology in parallel to ASR. The thermal treatment followed the LCPC lab methodology for concrete subjected to DEF (Pavoine and Divet, 2007). The ASR-only specimens were kept in autogenous conditions at 20^0 C for the 7 days period. Then after, all specimens were cured in autogenous conditions at 20^0 C for 28 days. Thereafter, all specimens were stored in tanks while fully immersed in water. In the first 21 days all specimens were immersed at 20^0 C to have stabilized saturation before gradually increasing the temperature to 38^0 C for monitoring.

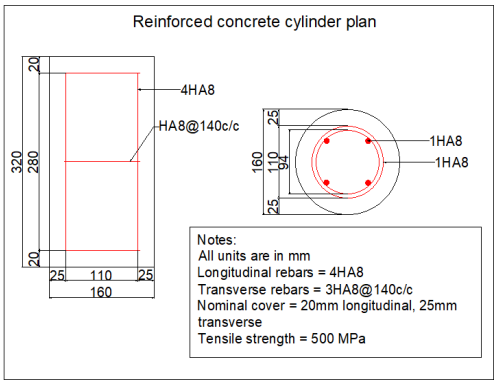
Monitoring of the expansion was done by the length expansion and mass measurements using length comparator, outside micrometre and mass balance on 3 distinct specimens for each measurement (Figure 1b). The mechanical damage was assessed using linear and non-linear impulse excitation techniques inspired from previous researchers that used these methods for monitoring ASR (Lesnicki et al., 2013; Malone et al., 2021). Grindosonic equipment was used to obtain the linear frequencies (Figure 1c). The longitudinal and transverse (flexion) frequencies were obtained from the equipment and converted to dynamic elastic modulus following the ASTM C215-19 on saturated specimens (C09 Committee, 2020). Both longitudinal and transverse frequencies led to similar values of dynamic elastic modulus. OROS compact analyser equipment associated with NVGate software (Figure 1d) were used to obtain nonlinear parameter in transverse frequency mode. The output was frequencies and their corresponding accelerations which were then used for calculation of the non-linear parameter value with MATLAB software. The non-linear parameter α' which is associated to non-linear phenomena at mesoscopic scale was calculated according to equation 1, where; f_0 is the linear resonance frequency, f is the frequency at increased excitation amplitude (Leśnicki et al., 2011).

To validate the damage assessment results, surface cracking observations were done at the end of the monitoring. The monitoring of cracks opening on the exterior surface of the specimens was done using the Dino-Lite edge digital microscope with magnification range between 20 and 220 times (Figure 1e). During measurements, the microscope was calibrated using the calibration target at 40 times magnification. Then, magnified pictures of the cracks on the exterior surface of area 1 cm^2 of the specimens were taken using the dinocapture 3.0 software. Thereafter, the dimension line feature of the software was used to quantify the cracks opening by taking measurements of the width of cracks all along the whole crack length at about every 1 mm.

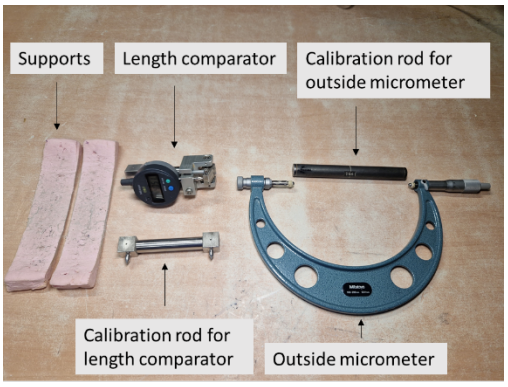
$$\frac{f_0 - f}{f_0} \sim \alpha' \tag{1}$$

TABLE 1. Concrete composition used for the reactive and control concretes

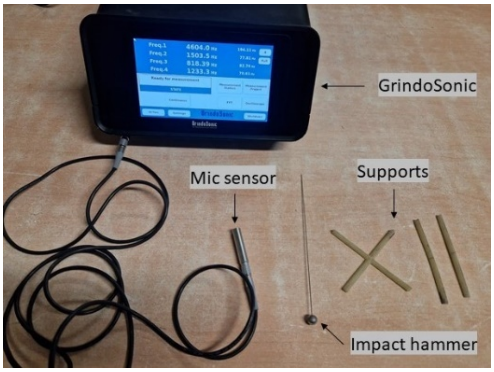
Concrete type	Constituents	Quantities (kg/m³)
Reactive	Cement CEM II/A-LL 42.5 R CE PM-CP2 NF	350
	Limestone sand (0-4 mm)	772
	Siliceous limestone gravel (4-14 mm)	316
	Siliceous limestone gravel (14-20 mm)	784
	Efficient water	195
	NaOH added	1.9
Control	Cement CEM II/A-LL 42.5 R CE PM-CP2 NF	350
	Limestone sand (0-4 mm)	772
	Limestone Gravel (4-14 mm)	316
	Limestone Gravel (14-20 mm)	784
	Efficient water	195
	NaOH added	1.9



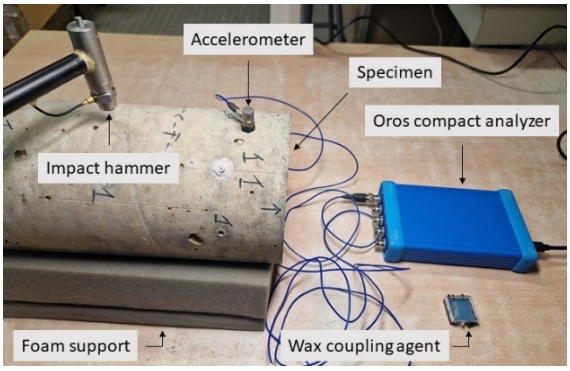
(a) longitudinal and transverse rebars details



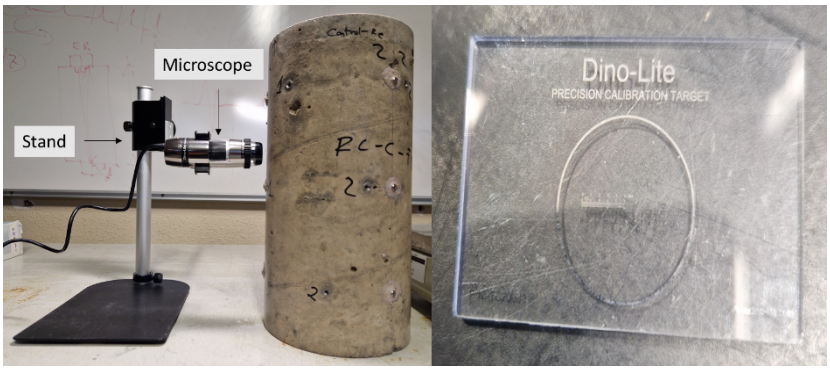
(b) Expansion measurement setup



(c) Linear vibration technique setup



(d) Non-linear vibration technique setup



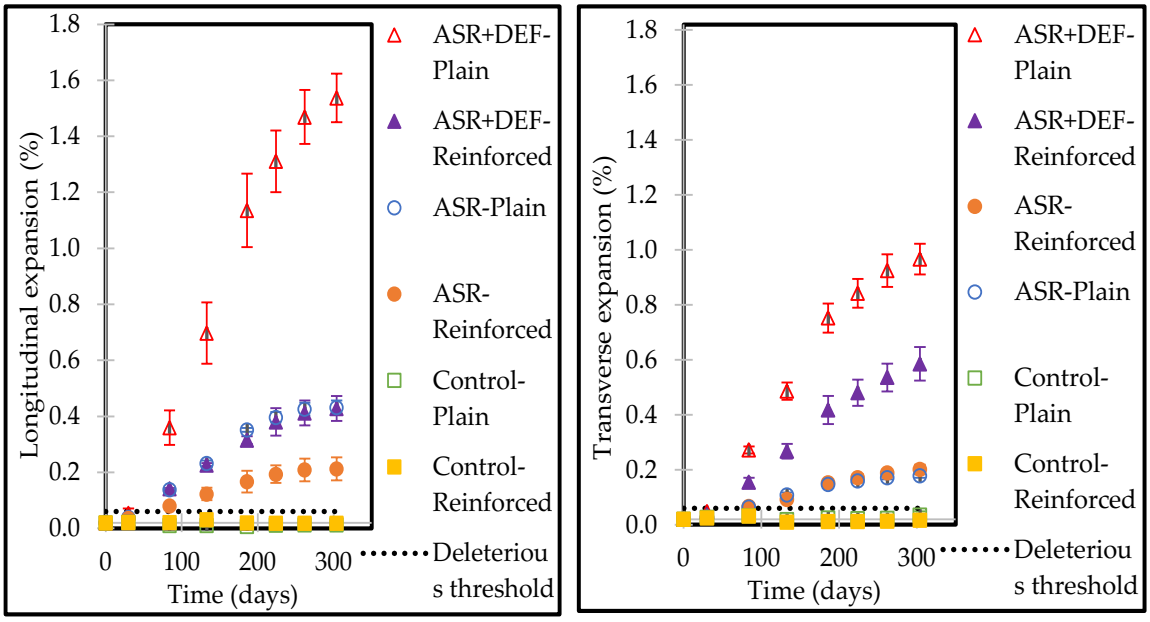
(e) Dino-lite microscope setup and the calibration target

FIGURE 1. The details and setup of measurements used in the methodology.

3. RESULTS

3.1 Length expansion

In the first 21 days after immersion in water at 20^{0}C, all specimens achieved an expansion in a range of 0.013 to 0.021% that was attributed to the water capillary imbibition. This attribute was verified by similar mass increase of 0.6% for both plain and reinforced ASR alone and control specimens. The plain and reinforced ASR and DEF specimens achieved a greater mass increase of 1% which was due to the early thermal treatment at 80^{0}C that altered the hydration products microstructure creating coarser pores that take more water (Lothenbach et al., 2007). Figure 2a shows the longitudinal expansion results after offsetting the expansion due to capillary imbibition. The deleterious threshold is the limit of 0.04% expansion above which ASR can cause structural deterioration and aggregates termed as reactive according to ASTM standards (C09 Committee, 2023). The effect of DEF is clearly seen as the plain specimens with a combination of ASR and DEF had a longitudinal expansion rate 3.75 times higher compared to ASR alone. In addition, the effect of longitudinal reinforcement is seen as the reinforced specimens subjected to ASR and DEF reached a maximum expansion that is only 27% of plain specimens. The reinforcement effect is also highlighted in the ASR alone as the reinforced specimens achieved maximum expansion that is only 50% that of plain specimens. In transverse expansion, the plain specimens undergoing ASR and DEF expansion exhibited an expansion rate 6 times higher compared to ASR alone (Figure 2b) highlighting the effect of DEF. Additionally, the reinforced specimens subjected to both ASR and DEF reached a maximum expansion that is only 60% of plain specimens which is the result of the transverse reinforcement. However, the transverse reinforcement effect is not present in ASR specimens as the reinforced and plain specimens have almost same expansion. When comparing longitudinal versus transverse expansions, the ASR alone plain specimens showed high anisotropy compared to ASR reinforced specimens. For ASR and DEF combination, the reinforced specimens had higher transverse than longitudinal expansion which is opposite trend for the plain specimens. Key observations to note here are amplification of expansion for combined ASR and DEF mechanisms, greater restraining effect on combined ASR and DEF specimens, shift of expansion to transverse direction for all reinforced specimens and high anisotropy of ASR alone specimens.



(a) Longitudinal (b) Transverse

FIGURE 2. (a) Longitudinal expansion (%) and (b) Transverse expansion (%) versus time (days) for all specimens

3.2 Dynamic elastic modulus

The dynamic elastic modulus increased for all specimens during the first 21 days of immersion in water at 20^{0}C which is attributed to the ongoing hydration of concrete and to the filling of the porosity by water. The results of longitudinal dynamic modulus after offsetting this increase are shown in Figure 3. The dynamic modulus for combined ASR/DEF plain and reinforced specimens was 10% lower compared to the ASR alone specimens since the beginning of the tests even before expansion. The control specimens had a slight increase in dynamic modulus over time due to ongoing hydration with reinforced ones achieving more higher dynamic modulus. The plain ASR and DEF specimens have the highest ultimate decrease in dynamic modulus which is as expected due to the highest expansion observed as shown in Figure 2. Another observation here is the stabilization and then beginning of slight gain in dynamic modulus at the end of expansion for all reactive specimens but more pronounced in ASR alone specimens.

The effect of restraint is seen in the ASR alone and combined ASR and DEF specimens, where, plain specimens have lower dynamic modulus compared to the reinforced specimens. However, the restraining effect is more pronounced in combined ASR and DEF mechanisms as it is twice that observed in the ASR alone mechanism. Key observations here are the low dynamic modulus in ASR and DEF specimens before pathologies expansion, lowest dynamic modulus for ASR and DEF specimens, gain in dynamic modulus at end of expansion especially for ASR alone pathology, and high restraining behaviour in combination of ASR and DEF pathologies compared to ASR alone pathology.

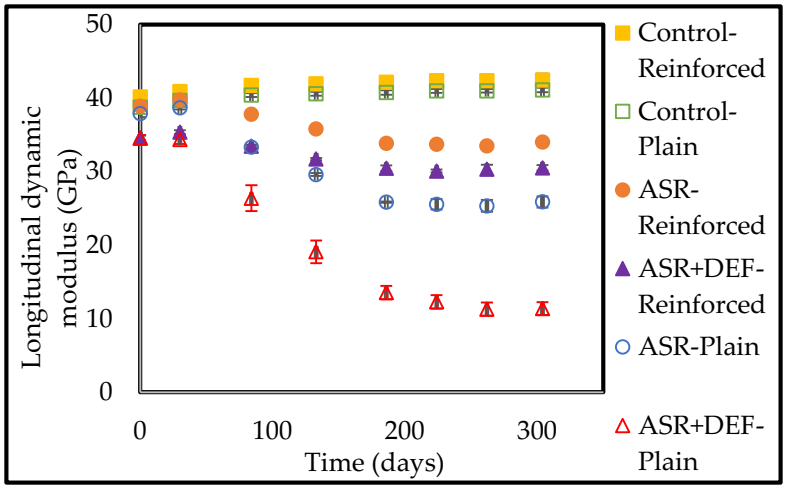


FIGURE 3. Longitudinal dynamic elastic modulus (GPa) versus time (days) for all specimens

3.3 Non-linear parameter range

The non-linear parameter ranges were stabilized in the beginning of the monitoring and started increasing for ASR alone and ASR and DEF specimens after about 100 days of monitoring (Figure 4). The non-linear parameter range increased the most for ASR and DEF plain specimens up to around 220 days and started stabilizing. For ASR alone plain specimens, the non-linear parameter range increased up to around 190 days and slightly decrease. The non-linear parameter range did not change significantly for reinforced reactive specimens and control specimens throughout the monitoring. In addition, the error bars increased with time of monitoring.

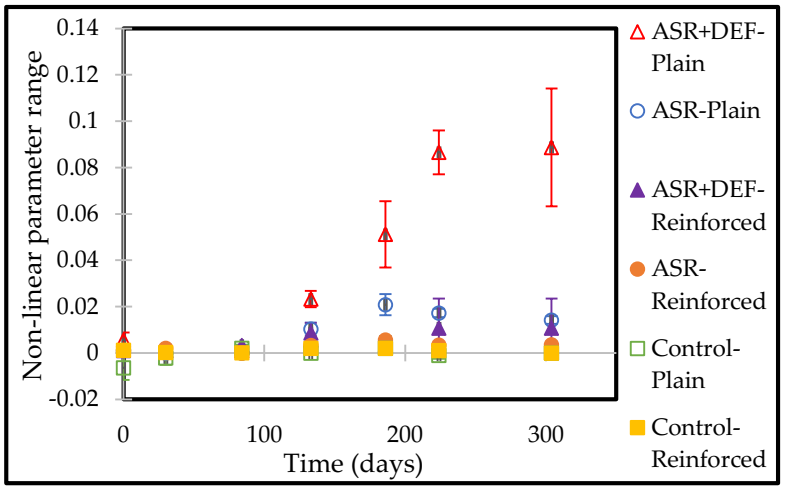
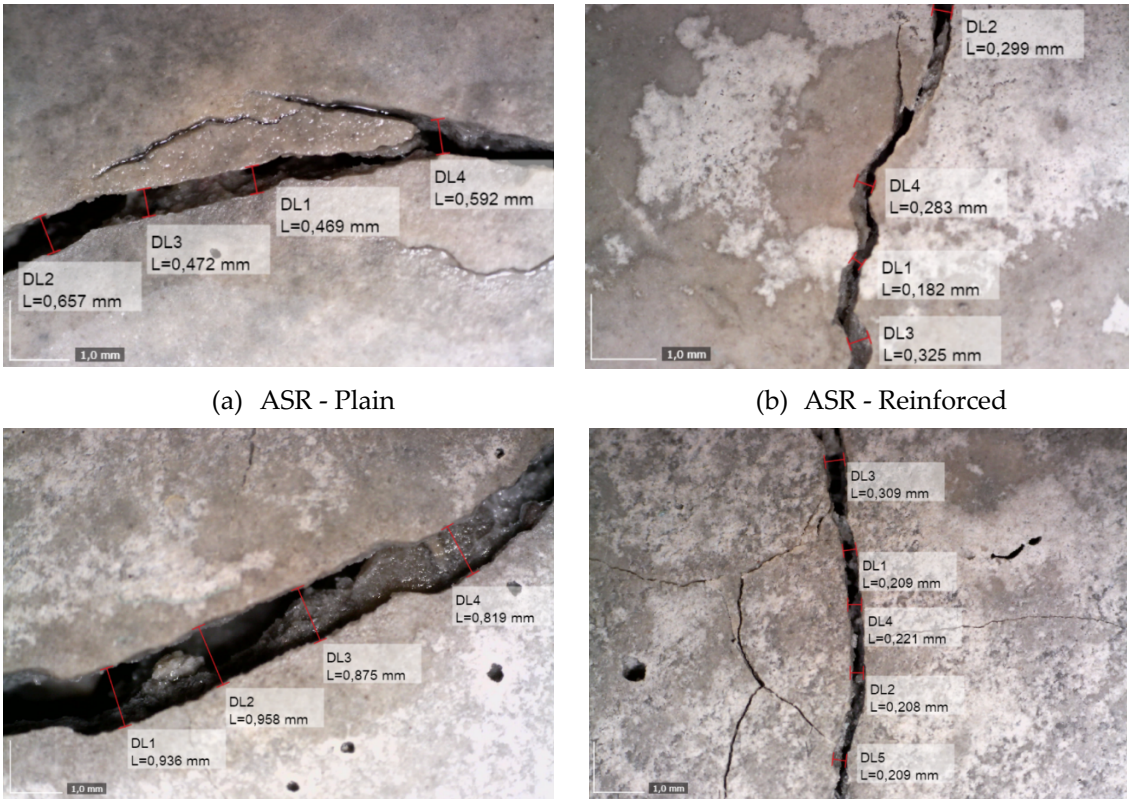


FIGURE 4. Non-linear parameter range versus time (days) for all specimens

3.4 Surface cracking observation

The surface cracking microscope images show that the plain specimens (Figure 5a and c) had horizontal cracking orientation that is perpendicular to the casting direction while the reinforced

specimens had vertical cracking orientation that is parallel to the longitudinal rebars (Figure 5b and d). The Figure 5 is a representation of crack opening for a few specimens. However, for all specimens, the reinforced specimens for ASR alone and ASR and DEF combination had cracks width of less than 400 µm which was less compared to the plain specimens showing the effect of restraining. In addition, the ASR and DEF combination in plain specimens had highest cracks width with most cracks having width above 800 µm compared to ASR alone plain specimens with most cracks with width of less than 400 µm and some with width between 400-800 µm. These results are consistent with results obtained for expansion in Figure 2.



(a) ASR - Plain (b) ASR - Reinforced

(c) ASR+DEF - Plain (d) ASR+DEF - Reinforced

FIGURE 5. Surface cracking microscopic images for selected representative specimens of all configurations

4. DISCUSSION

4.1 ASR and DEF combined expansion

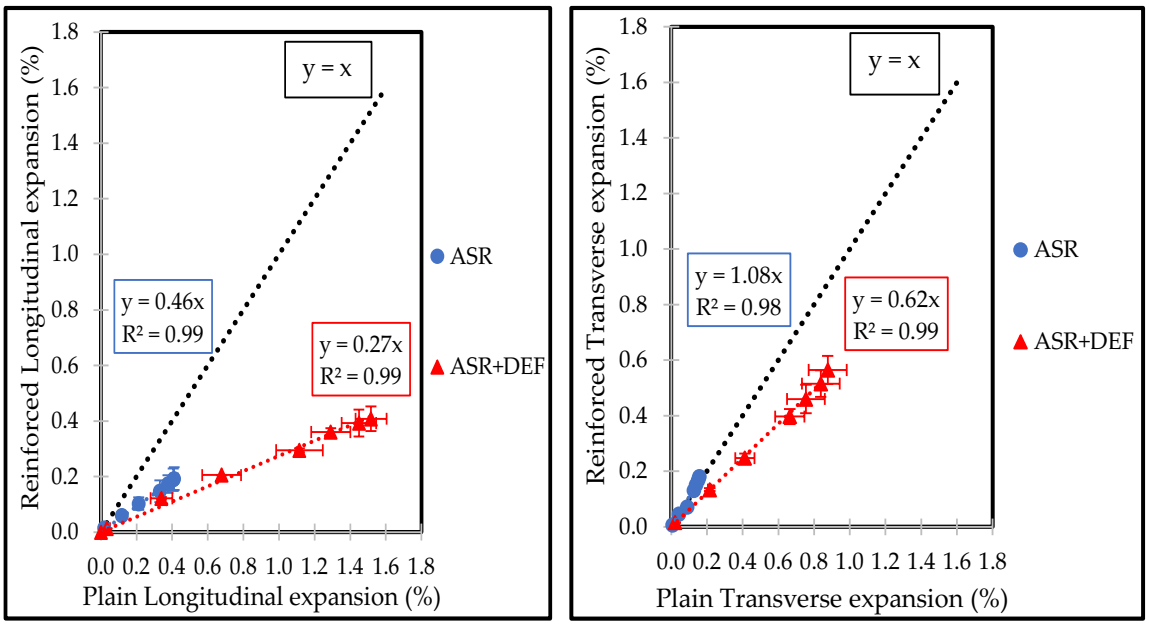
The combination of ASR and DEF reactions amplifies the expansion compared to ASR alone due to the combined pathologies acting together (Figure 2). Some authors have indicated that in combined ASR and DEF mechanisms, ASR occurs first where the ASR products lead to expansions and cause cracking in aggregates. Then the crystallized ettringite due to DEF fills and propagates the cracks causing more expansion and cracking both in cement paste and aggregate (Owsiak, 2010). Other authors have noted that DEF occurs first, where the crystallized ettringite forms the cracks and ASR

products flow into the cracks while also creating new cracks (Jensen and Sujjavanich, 2016). Regardless of which pathology occurs first, the presence of ASR or DEF amplifies the other causing more deleterious expansion than addition of ASR alone and DEF alone expansions (Sriprasong et al., 2020).

4.2 Restraint of expansion due to rebars

The low ASR and DEF expansions observed in reinforced specimens in Figure 2 is as expected. This is further shown in Figure 6a in longitudinal direction where points are below the equality line showing that reinforced specimens had low expansion compared to plain specimens for both ASR alone and combined ASR and DEF mechanisms. In addition, Figure 6b in transverse direction shows that the ASR alone points are close to the equality line showing that reinforced and plain specimens had similar expansions. The combined ASR and DEF specimens' points are below the equality line showing that reinforced specimens restrained expansions but in lower magnitude than in longitudinal direction. The effect of restraining is less in transverse direction due to shift of expansions to less restraint directions as the rebar ratio was only 0.6% in transverse direction compared to 1% in longitudinal direction. This further validates the crack patterns propagated in the direction parallel to the longitudinal rebars as seen in (Figure 5.b and d). This effect of shift of expansion has also been reported in previous researches of ASR in confined concrete (Multon and Toutlemonde, 2006; Wald et al., 2017).

Many previous researches have already shown that reinforcement restrains ASR or DEF expansions in structures (Jones and Clark, 1996; Morenon et al., 2017). One thing to note here however is how the rebars in combined ASR and DEF specimens restrain more expansion than rebars in ASR alone specimens. In longitudinal direction, rebars in combined ASR and DEF reactions led to a 73% reduction in expansion compared to ASR alone rebars that lead to only 50% expansion reduction. To understand this behaviour, stresses in concrete and steel rebars were calculated and plotted against time (Figure 7). It can be assumed that perfect bonding was obtained as the extremity of the longitudinal rebars has been welded on the transversal rebars (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**a). From the Figure 7, the combined ASR and DEF reaction leads to high tensile stress in steel that in turn leads to high compressive stress in concrete therefore restraining more expansions compared to ASR alone. For example, at around 140 days, the compressive stress in ASR and DEF concrete is already at 4 MPa compared to only 2 MPa in ASR alone concrete. Further analysis of the Figure 7 shows that ASR alone reaction never led to rebars yielding. The combined ASR and DEF reaction led to rebar yielding around 160 days. This led to stabilization of rebars effect as there is minimal increase in stress during rebars plasticity phase. This stabilization of rebars effect should have led to modification of expansion as there is minimal restraint available. However, at this stage of the reaction there are already cracks formed hence the new products might be moving to these cracks instead of forming new ones that would have led to expansion increase. Another reason for the high restraining behaviour in ASR and DEF reaction compared to ASR alone can be that in ASR, cracks begin in aggregates (Sanchez et al., 2015) which are more rigid. While, for DEF cracks begin in cement paste (Taylor et al., 2001) which are less rigid thus becoming less effective in creating expansion in presence of rebars. In summary, several mechanisms can be occurring simultaneously to explain the difference of restraint of expansion.



(a) Longitudinal (b) Transverse

FIGURE 6. Reinforced versus plain expansion (%) in (a) longitudinal and (b) transverse directions.

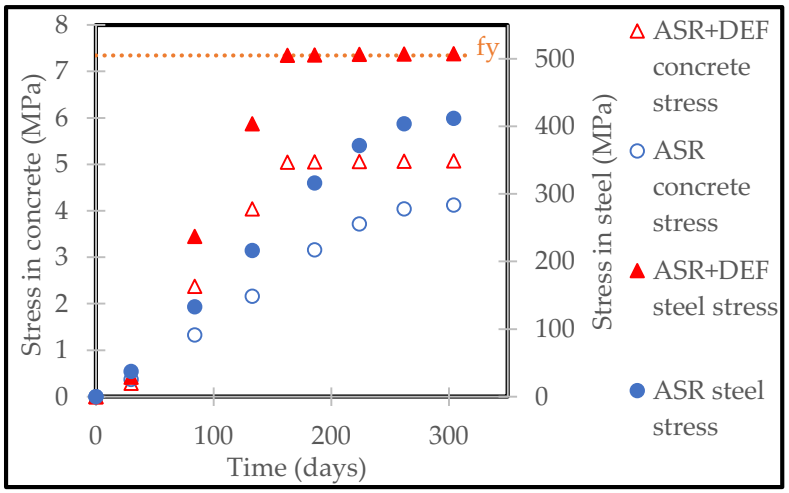


FIGURE 7. Stresses in concrete and steel (MPa) in longitudinal direction versus time (days)

4.3 Anisotropy and isotropy

To further analyse the anisotropy and isotropy behaviour, the longitudinal versus transverse expansion for all specimens are plotted in Figure 8. All plain specimens are above the equality line showing anisotropy which is more pronounced in ASR alone specimens. The reinforced specimens are at the equality line or slightly below showing no anisotropy. This is consistent with expansion behaviour in Figure 2 and cracking observations in Figure 5. Previous studies have shown that ASR

is anisotropic while DEF is isotropic (Bouzabata et al., 2012). In this study, looking at the plain specimens, ASR specimens showed anisotropy as expected. The combination of ASR and DEF also showed anisotropy although to a lesser degree than ASR alone specimens. The anisotropy observed in ASR and DEF combination can be due to that ASR occurred first consequently influencing the crack pattern as seen in Figure 5.c where the widest cracks are perpendicular to the casting direction. Another reason for the anisotropy observed can be due the specimen aspect ratio of 2:1 hence influencing the cracking perpendicular to the slender dimension due to effect of diffusive mechanisms such as alkali leaching or water diffusion.

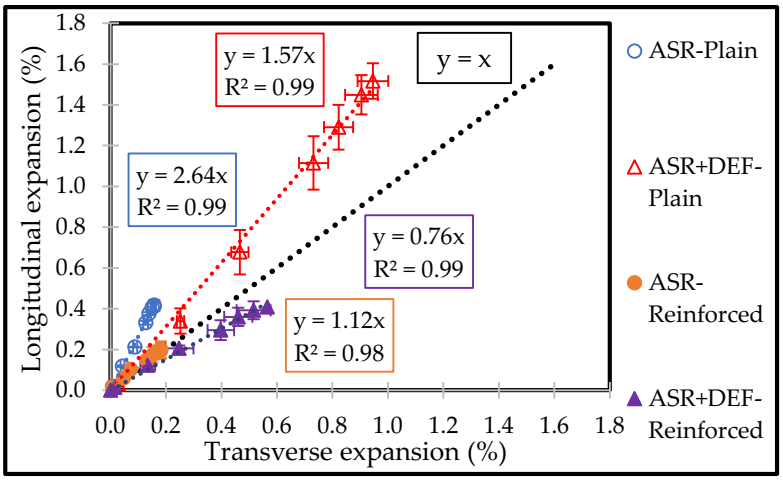


FIGURE 8. Longitudinal versus transverse expansion (%) for all specimens

4.4 Damage behaviour

The damage observed in ASR and DEF combination in Figure 3 can be grouped in two phenomena. First is the damage observed at the beginning of monitoring which is due to early age conditions and then the damage observed later in the monitoring which is due to ASR and DEF expansions. At early age, the ASR and DEF specimens were exposed to temperatures up to 80^{0}C. The specimens were kept in a climatic chamber with controlled conditions to ensure homogenous thermal treatment and saturation. The controlled conditions reduced shrinkage and thermal damage risk but heating the specimens at up to 80^{0}C led to some modification of hydration products. Higher temperatures in concrete at early age lead to denser hydration products that are more heterogeneously distributed creating coarser pores that lead to decrease in concrete mechanical properties (Lothenbach et al., 2007). Later in the monitoring, the highest damage observed in ASR and DEF specimens is due to ASR and DEF expansions and this is further validated by the wider cracks in ASR and DEF specimens compared to ASR alone specimens as observed in Figure 5.

To further analyse the damage behaviour, the normalized dynamic modulus values were plotted against the expansion (Figure 9). From the figure, it can be seen again that at the end of expansion, there is a stabilization and a slight increase in the dynamic modulus which is more pronounced in the ASR alone specimens. This slight increase in dynamic modulus can be due to that as ASR continues, ASR products formed can fill the existing cracks hence having an effect similar to hydration of increase in concrete mechanical properties (Joo and Takahashi, 2024).

Further analysis of the Figure 9 shows that for expansions below 0.4%, at same expansion level, the ASR alone specimens had more damage compared to combination of ASR and DEF specimens. This behaviour was same for both plain and reinforced specimens. This behaviour shows that the pathologies expansions cannot be directly linked to the loss in mechanical properties which was also observed in another previous research (Miura et al., 2022). At small expansions, two hypotheses can be proposed for the combined ASR and DEF mechanisms. First is that as the ASR occurs and cracking begins in aggregates, the ettringite formed after dissolution of monosulphates fills these cracks as a consequence less damage observed at time of testing. A previous study has shown that for concrete exposed in humid environment, re-crystallization of unstable phases in cement paste can occur leading to precipitation of secondary ettringite in cracks which does not cause further expansion or cracking (Johansen et al., 1993). This might be the case in this study as the concrete was fully immersed in water at 100% saturation degree. Second hypothesis is that DEF reaction begins by forming closed cracks in cement paste and around aggregates (Taylor et al., 2001) before expanding and causing further cracking unlike ASR that begins by forming open cracks in aggregates (Sanchez et al., 2015). Hence, the open cracks cause detection of more loss in dynamic modulus than the closed cracks. Both hypotheses are linked to the microstructure of the concrete thus requiring further microstructural analysis for validation. These analyses will be done in the next paper.

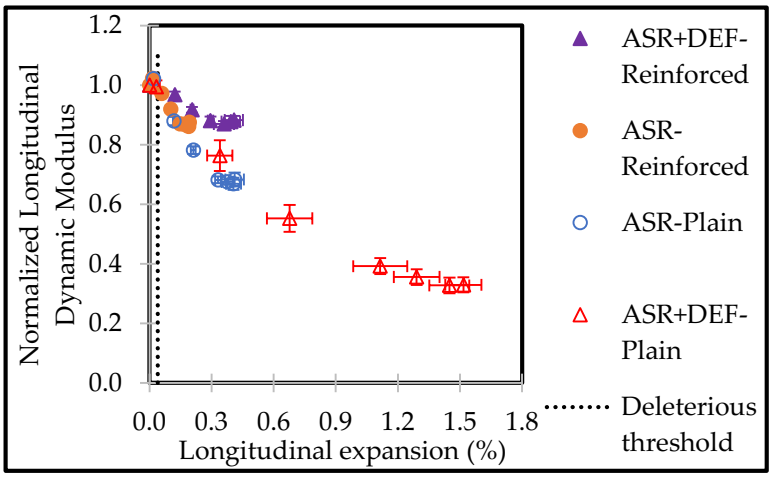


FIGURE 9. Normalized dynamic modulus versus longitudinal expansion (%) for reactive specimens

4.5 Comparison between linear and non-linear vibration techniques

An increase in non-linear parameter range means more damage at mesoscopic scale is occurring as there is a bigger shift of frequencies with the increase of applied vibration amplitude. In Figure 4, the non-linear parameter did not change in the beginning but later after 100 days showing that it was insensitive in the beginning of monitoring at small expansions less than 0.2% but more sensitive later in monitoring at large expansions. This behaviour is in contrast with linear vibration method which showed it was more sensitive in the beginning of monitoring at small expansion than later

at large expansions. The combination usage of linear and non-linear vibration can be a complementarity in monitoring ASR and DEF pathologies full damage history.

5. CONCLUSION

This research involved a study on the behaviour of reinforced concrete undergoing damage due to combined ASR and DEF mechanisms by utilizing NDT methods. In addition, the study aimed to check the capability of NDT methods in characterizing ASR and DEF mechanisms. The concrete was casted into cylindrical specimens and restrained at 1 and 0.6% of rebars ratio in longitudinal and transverse directions. Then specimens were monitored while conditioned at temperature of 38^0C and fully immersed in water. The measurements done were length expansion, linear and non-linear free-resonance vibration and surface cracking analysis. The length expansion results showed the amplification of expansion due to combined ASR and DEF reactions. Additionally, they highlighted high restraining effect on combined ASR and DEF mechanisms and a shift of expansion to transverse direction which had less restraining effect compared to the longitudinal direction. The dynamic modulus results exhibited gain in dynamic modulus at end of expansion and at same expansion, lower damage in combined ASR and DEF pathologies compared to ASR alone. In addition, the rebars restrained damage as the reinforced specimens result in higher dynamic modulus compared to the plain specimens. Interesting discussions on the results have been highlighted and some hypotheses proposed that will be useful in the understanding of combined ASR and DEF mechanisms damage on reinforced concrete. Further microstructural analyses will be done for the next paper to validate the hypotheses proposed. Lastly, the linear vibration showed more sensitivity than non-linear vibration at small expansions. For large expansion, the opposite trend was observed as the non-linear vibration showed more sensitivity than the linear vibration due to the development of damage at mesoscopic scale. This shows the complementarity of the two NDT methods in monitoring ASR and DEF mechanisms from beginning at small expansions to end at large expansions. Further analysis and development of the linear and non-linear vibration methods used in this study is required so that they can be used in monitoring ASR and DEF pathologies in field structures.

REFERENCES

Balayssac, J.-P., Garnier, V., 2018. Évaluation non destructive des ouvrages en génie civil, Illustrated édition. ed. ISTE Editions, Londres.

Bouzabata, H., Multon, S., Sellier, A., Houari, H., 2012. Swellings due to alkali-silica reaction and delayed ettringite formation: Characterisation of expansion isotropy and effect of moisture conditions. Cem. Concr. Compos. 34, 349–356. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.10.006

C09 Committee, 2023. Test Method for Determination of Length Change of Concrete Due to Alkali-Silica Reaction. https://doi.org/10.1520/C1293-20A

C09 Committee, 2020. Test Method for Fundamental Transverse, Longitudinal, and Torsional Resonant Frequencies of Concrete Specimens. ASTM International. https://doi.org/10.1520/C0215-19

Ingham, J., 2012. Briefing: Delayed ettringite formation in concrete structures. Proc. Inst. Civ. Eng. - Forensic Eng. 165, 59–62. https://doi.org/10.1680/feng.12.00001

Jensen, V., Sujjavanich, S., 2016. ASR AND DEF IN CONCRETE FOUNDATIONS IN THAILAND.

Johansen, V., Thaulow, N., Skalny, J., 1993. Simultaneous presence of alkali — silica gel and ettringite in concrete. Adv. Cem. Res. 5, 23–29. https://doi.org/10.1680/adcr.1993.5.17.23

Jones, A.E.K., Clark, L.A., 1996. The effects of restraint on ASR expansion of reinforced concrete. Mag. Concr. Res. 48, 1–13. https://doi.org/10.1680/macr.1996.48.174.1

Joo, H.E., Takahashi, Y., 2024. Crack-filling effect of gel on time-dependent mechanical behavior of concrete damaged by alkali–silica reaction. Mater. Struct. 57, 45. https://doi.org/10.1617/s11527-024-02308-y

Karthik, M.M., Mander, J.B., Hurlebaus, S., 2016. Deterioration data of a large-scale reinforced concrete specimen with severe ASR/DEF deterioration. Constr. Build. Mater. 124, 20–30. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.07.072

Lesnicki, K.J., Kim, J.-Y., Kurtis, K.E., Jacobs, L.J., 2013. Assessment of alkali-silica reaction damage through quantification of concrete nonlinearity. Mater. Struct. 46, 497–509. https://doi.org/10.1617/s11527-012-9942-y

Leśnicki, K.J., Kim, J.-Y., Kurtis, K.E., Jacobs, L.J., 2011. Characterization of ASR damage in concrete using nonlinear impact resonance acoustic spectroscopy technique. NDT E Int. 44, 721–727. https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2011.07.010

Lothenbach, B., Winnefeld, F., Alder, C., Wieland, E., Lunk, P., 2007. Effect of temperature on the pore solution, microstructure and hydration products of Portland cement pastes. Cem. Concr. Res. 37, 483–491. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.11.016

Maalouf, J., 2024. Perméabilité à l'air du béton armé endommagé par des Réactions de Gonflement Interne (RGI) (phdthesis). Université de Toulouse.

Malone, C., Zhu, J., Hu, J., Snyder, A., Giannini, E., 2021. Evaluation of alkali–silica reaction damage in concrete using linear and nonlinear resonance techniques. Constr. Build. Mater. 303, 124538. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124538

Metalssi, O.O., Godart, B., Toutlemonde, F., 2015. Effectiveness of Nondestructive Methods for the Evaluation of Structures Affected by Internal Swelling Reactions: A Review of Electric, Seismic and Acoustic Methods Based on Laboratory and Site Experiences. Exp. Tech. 39, 65–76. https://doi.org/10.1111/ext.12010

Miura, T., Sato, K., Fujishima, M., Nakamura, H., Kawabata, Y., 2022. Mechanism for reduction in compressive properties of cementitious materials in relation to internal crack patterns due to ASR and DEF expansion. Cem. Concr. Compos. 128, 104441. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2022.104441

Morenon, P., Multon, S., Sellier, A., Grimal, E., Hamon, F., Bourdarot, E., 2017. Impact of stresses and restraints on ASR expansion. Constr. Build. Mater. 140, 58–74. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.067

Multon, S., Toutlemonde, F., 2006. Effect of applied stresses on alkali-silica reaction-induced expansions. Cem. Concr. Res. 36, 912–920. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.11.012

Owsiak, Z., 2010. THE EFFECT OF DELAYED ETTRINGITE FORMATION AND ALKALI-SILICA REACTION ON CONCRETE MICROSTRUCTURE. Ceram. – Silikáty.

Pavoine, A., Divet, L., 2007. Méthode d'essai n°66 Réactivité d'un béton vis-à-vis d'une reaction sulfatique interne. Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.

Rajabipour, F., Giannini, E.R., Dunant, C.F., Ideker, J.H., Thomas, M.D.A., 2015. Alkali-silica reaction: Current understanding of the reaction mechanisms and the knowledge gaps. Cem. Concr. Res. 76, 130–146. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.05.024

Sanchez, L.F.M., Fournier, B., Jolin, M., Sorelli, L., Duchesne, J., 2015. Reliable quantification of AAR damage through assessment of the Damage Rating Index (DRI). Cem. Concr. Res. 67, 74–92. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2014.08.002

Sanjeewa, H.V.A.N., Matsumoto, A., Asamoto, S., Martin, R.-P., Toutlemonde, F., 2024. Experimental study on flexural behaviour of DEF–ASR-affected prestressed concrete beams. Eng. Struct. 319, 118835. https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2024.118835

Sriprasong, T., Asamoto, S., Raj, J.N., 2020. Study on the Combined Alkali Silica Reaction and Delayed Ettringite Formation. Int. J. Geomate 19, 84–91. https://doi.org/10.21660/2020.75.38051

Taylor, H.F.W., Famy, C., Scrivener, K.L., 2001. Delayed ettringite formation$. Cem. Concr. Res.

Wald, D.M., Allford, M.T., Bayrak, O., Hrynyk, T.D., 2017. Development and multiaxial distribution of expansions in reinforced concrete elements affected by alkali-silica reaction. Struct. Concr. 18, 914–928. https://doi.org/10.1002/suco.201600220

Des essais virtuels à la réalité - essais de compression diagonale sur des panneaux en maçonnerie

Louis COLLIN[1,2]

1. Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay, CNRS,
LMPS Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay, 91190 Gif-sur-Yvette, France
2. ERMES, EDF R&D, 91120 Palaiseau, France

ABSTRACT Lors de séismes, les murs de remplissage en maçonnerie sont sollicités en cisaillement dans le plan, ce qui se traduit par des contraintes de traction et de compression le long de leurs diagonales. L'essai de compression diagonale, normalisé par l'ASTM, reproduit ces sollicitations sur des panneaux en maçonnerie afin d'analyser les mécanismes de rupture et de déterminer leur résistance. Traditionnellement, les déformations sont mesurées avec des capteurs LVDT, mais cette méthode locale reste limitée pour des matériaux hétérogènes comme la maçonnerie. La corrélation d'images numériques (CIN), méthode sans contact, s'impose comme une alternative permettant d'étudier les champs de déplacement et de quantifier la propagation des fissures de manière plus précise. Lors des essais, les fissures s'amorcent typiquement le long des joints de mortier, formant un motif en escalier. La taille de l'éprouvette nécessite une configuration multicaméra : deux caméras captent la cinématique 3D globale, tandis que trois autres se concentrent sur des zones spécifiques, au niveau des conditions aux limites et dans la région centrale où les fissures s'amorcent. Cette approche multiéchelle améliore la résolution des mesures. En parallèle, des simulations numériques sont réalisées avec le code Cast3M, utilisant un modèle basé sur une description détaillée des blocs et joints. Une étape clé consiste à identifier les paramètres des modèles en intégrant les données expérimentales. Pour cela, des expériences virtuelles sont simulées au préalable dans Blender, un logiciel d'animation, permettant d'optimiser le positionnement des caméras, de mener des analyses de sensibilité pour valider a priori l'identifiabilité des paramètres ainsi que les incertitudes de mesure avant de réaliser les essais proprement dits.

Keywords dialogue essai-calcul, corrélation d'images numériques, analyse de sensibilité, incertitudes, modèle non-linéaire

I. INTRODUCTION

Le comportement des structures en maçonnerie est hétérogène, avec des fissures se formant généralement dans les joints de mortier **(Dhanasekar et al. [1985], Dais et al. [2021])**. Caractériser ce comportement mécanique au niveau des joints constitue un défi majeur. Diverses configurations expérimentales ont été développées à différentes échelles, telles que les essais de cisaillement sur triplets, les essais de compression diagonale sur des panneaux et le chargement dans le plan d'un mur. Cet article se concentre exclusivement sur les essais de compression diagonale sur un panneau en maçonnerie, conformément à la norme ASTM **(ASTM International [2010])**. Ce test consiste à appliquer une force F le long d'une diagonale du panneau (Figure 1). La rupture est attribuée à une fissure amorcée au centre du panneau, une zone clé pour analyser l'état de contrainte dans le mur.

Les mesures expérimentales effectuées le long des diagonales verticale et horizontale permettent d'évaluer les déformations et d'étudier leur évolution en fonction de la force appliquée, afin d'en déduire la résistance

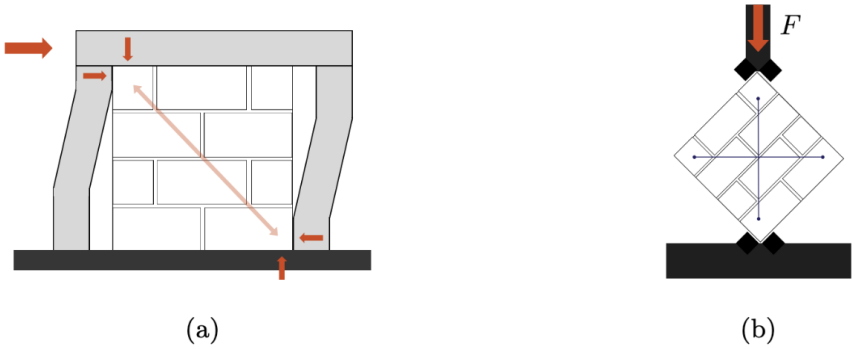


FIGURE 1. Sollicitations en cisaillement dans le plan (a) et essai de compression diagonale (ASTM International [2010]) (b)

au cisaillement de la maçonnerie **(Basili et al. [2019], Bhat et al. [2023])**. Pour cela, les capteurs les plus courants sont des traducteurs différentiels variables linéaires (LVDTs). Ils ne fournissent cependant que des mesures locales moyennées sur la longueur de la diagonale, ce qui peut être limitant pour l'étude des matériaux hétérogènes comme la maçonnerie. Pour répondre à cet enjeu et mieux suivre l'évolution des champs de déformations ainsi que la propagation des fissures dans le matériau, cette étude met en œuvre des systèmes multivues basés sur la corrélation d'images numériques (CIN). Cette technique permet d'observer à différentes résolutions les structures sollicitées **(Fedele et al. [2013])**. Une approche multiéchelle, combinant des observations globale et locale, réduit les incertitudes et augmente la sensibilité aux paramètres non-linéaires dans les zones critiques **(Passieux et al. [2015], Hamadouche et al. [2024], Collin et al. [2025])**.

Le travail présenté ici constitue une première étape d'une campagne expérimentale intégrant la CIN multivue (CIN-M) et l'identification de paramètres par la mise à jour de modèles par éléments finis (FEMU). Il propose une méthodologie robuste pour la préparation des essais, en s'appuyant sur des simulations virtuelles **(Vitse et al. [2021])**, dont l'application à la maçonnerie a été détaillée dans des études précédentes **(Collin et al. [2024, 2025])**. La nouveauté réside ici dans l'adaptation et l'extension de cette méthode aux essais de compression diagonale, incluant des analyses de sensibilité et l'optimisation de la configuration expérimentale.

La partie 2 présente une première approche de modélisation par éléments finis pour le test de compression diagonale. Dans la partie 3 sont introduites les équations de la CIN-M, suivies de la méthodologie des essais virtuels et des résultats obtenus. Dans la partie 4 sont proposées une analyse de sensibilité suivie d'une quantification des incertitudes.

II. MODELISATION DU COMPORTEMENT DE LA MAÇONNERIE

Les essais de compression diagonale sont simulés à l'aide du code par éléments finis Cast3M [`https://www-cast3m.cea.fr/`]. Une modélisation mésoscopique est choisie dans cette étude, avec une approche continue afin d'analyser le comportement en plasticité et endommagement des éléments de mortier et de bloc.

A. Lois de comportement

Dans les essais de compression diagonale présentés dans la littérature **(Basili et al. [2019], Bhat et al. [2023])**, l'endommagement se produit généralement à l'interface entre le mortier et les blocs de maçonnerie,

à l'intérieur du mortier par rupture en cisaillement et traction, ou dans les blocs de maçonnerie avec une rupture en compression au niveau des semelles ou en extension. Une fois que la fissure a traversé de haut en bas l'éprouvette, un comportement frottant peut être observé dans certains cas, avant une rupture complète du panneau. Le mortier et le bloc sont tous les deux modélisés à l'aide du même modèle d'endommagement isotrope prenant en compte les effets unilatéraux et de frottement, en supposant une adhérence parfaite à l'interface. Le modèle non-linéaire développé par Vassaux et al. **(Vassaux et al. [2015])** est retenu pour sa capacité à décrire le comportement cyclique de matériaux quasi-fragiles comme le béton. Le comportement mécanique est séparé entre la matrice (modélisée comme un milieu continu endommagé) et les fissures

$$\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{\sigma}^m + \boldsymbol{\sigma}^f \tag{1}$$

La matrice est modélisée à l'aide d'un modèle d'endommagement isotrope

$$\boldsymbol{\sigma}^m = (1 - D(\sigma_t, a_{\text{tra}}))\, \mathbf{C} : \boldsymbol{\epsilon} \tag{2}$$

avec D la variable d'endommagement, $\mathbf{C}$ le tenseur de Hooke, et $\boldsymbol{\epsilon}$ le tenseur des déformations infinitésimales. L'évolution de la variable d'endommagement D suit un critère de Mazars. Pour les fissures, l'évolution de $\boldsymbol{\sigma}^f$ est décrite par

$$\dot{\boldsymbol{\sigma}}^f = \vartheta(\boldsymbol{\epsilon}^f, q_p)\mathbf{C} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^f \tag{3}$$

avec ϑ un scalaire décrivant la part de rigidité restaurée lors de la fermeture des fissures. Un modèle de plasticité parfaite avec un critère de Drucker–Prager est enfin utilisé pour décrire le frottement aux surfaces des fissures

$$\varphi^f = \sqrt{J_2\left(\boldsymbol{\sigma}^f\right)} + c_f I_1\left(\boldsymbol{\sigma}^f\right) \tag{4}$$

Les paramètres en entrée du modèle sont donc le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν pour la phase linéaire. L'introduction des non-linéarités conduit à considérer des termes spécifiques introduits dans les précédentes lois d'évolution : σ_t est la contrainte limite élastique, a_{tra} est lié à l'énergie d'amorçage des fissures, q_p au taux de fermeture des fissures et c_f est le coefficient de frottement au niveau des fissures. Les valeurs de ces paramètres décrits dans le Tableau 1 sont issues d'essais de caractérisation sur des éprouvettes standard pour E, ν et σ_t, et de données de la littérature et de cas tests pour a_{tra}, q_p et c_f **(Vassaux et al. [2015])**. En pratique, le coefficient de frottement du mortier, noté $c_{f,j}$, pourra être déterminé expérimentalement à partir des essais de cisaillement sur des triplets.

TABLE 1. Paramètres mécaniques pour la modélisation des blocs et du mortier

Paramètres	E (Pa)	ν	σ_t (Pa)	a_{tra}	q_p	c_f
Bloc	40×10^9	0.2	4.5×10^6	4×10^{-3}	6.5	2.89
Mortier	22×10^9	0.19	8.4×10^5	4×10^{-3}	6.5	2.89

B. Résultats numériques

Les paramètres utilisés pour la modélisation des essais de compression diagonale sont décrits dans le Tableau 1. Le panneau en maçonnerie de dimension $0.82 \times 0.83\text{m}^2$ a été maillé à l'aide d'éléments cubiques de dimensions environ $2 \times 2 \times 2\,\text{cm}^3$. Un déplacement variant de 0 à 1.2 mm est appliqué au sabot supérieur dans l'axe de la diagonale, tandis que le sabot inférieur est supposé encastré. Les déplacements suivant la direction normale de l'éprouvette ne sont pas autorisés.

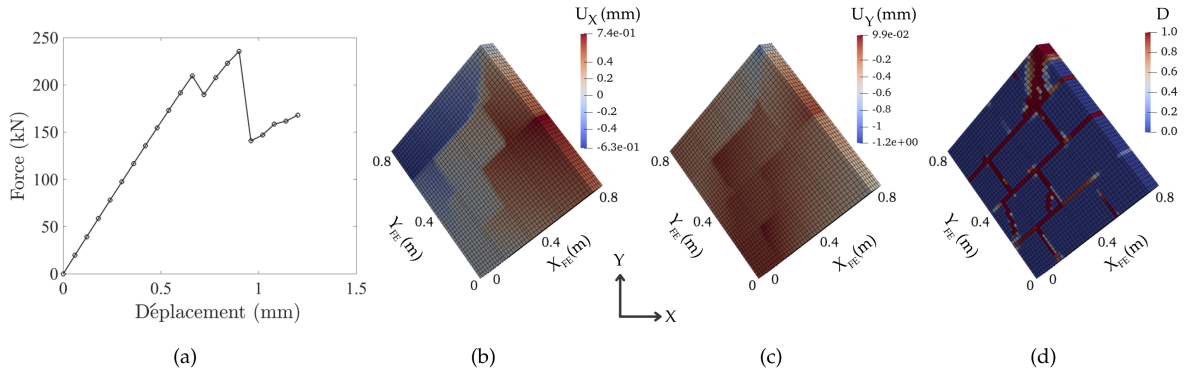


FIGURE 2. Courbe force-déplacement (a), champ de déplacement selon les directions horizontale X (b) et verticale Y (c) et carte d'endommagement (d) à rupture (F = 240 kN).

La courbe force-déplacement obtenue numériquement (Figure 2(a)) montre un comportement plutôt fragile de la maçonnerie, avec un pic d'effort observé à 240 kN. La cinématique observée est celle attendue, avec un fort gradient de déplacement au niveau des joints après rupture (Figure 2(b, c)). La carte d'endommagement (Figure 2(d)) confirme une dégradation majoritairement localisée dans les joints, avec un motif en escalier le long de la diagonale.

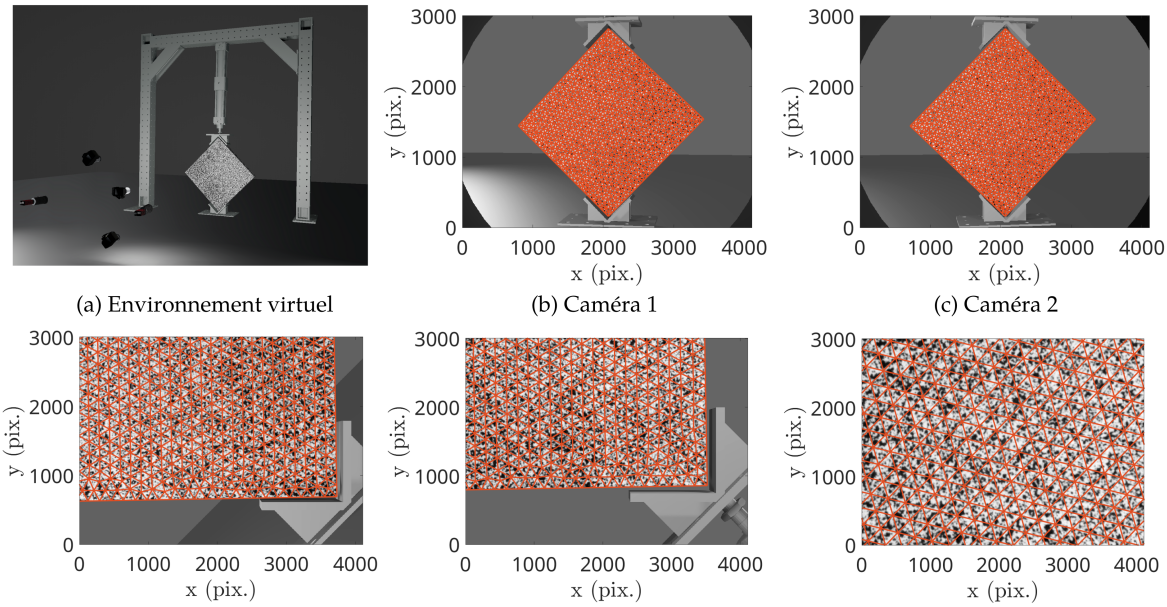
III. ESSAIS VIRTUELS

A. Positionnement des caméras

La conception virtuelle d'une expérience permet de créer un modèle numérique précis de la zone de test, de définir et de valider toutes les configurations utilisées **(Vitse et al. [2021], Collin et al. [2025])**. Pour les essais de compression diagonale, tous les composants comme les sabots en L ou les éléments du portique ont été importés dans Blender, un logiciel open source d'animation et de visualisation [`https://www.blender.org/`]. Dans la phase de conception, cela permet de s'assurer du bon assemblage des différents éléments entre eux et de leur fixation sur la plateforme d'essai.

Le second avantage est de pouvoir positionner les caméras et les éclairages dans la zone d'essai (Figure 3(a)). Chaque caméra est définie par une matrice de projection $[\mathbf{\Pi}^{(c)}]$. Le modèle de stenopé utilisé permet de projeter un point 3D de la scène $\{\mathbf{X}\}$ vers ses coordonnées 2D dans le plan de l'image de la caméra c $\{\mathbf{x}^{(c)}\}$. L'utilisateur définit dans le logiciel les paramètres intrinsèques $[\mathbf{K}^{(c)}]$ et extrinsèques $[\mathbf{\Theta}^{(c)}, \mathbf{t}^{(c)}]$ de chacune des caméras **(Sutton et al. [2009], Collin et al. [2025])**. Le logiciel en déduit les matrices de projection et génère les images virtuelles de la zone d'essai (Figures 3(b-f)).

L'intérêt d'une telle disposition des caméras est de pouvoir mesurer les déplacements 3D de l'éprouvette grâce aux caméras 1 et 2 ayant deux angles d'observation distincts. Les trois caméras supplémentaires permettent de zoomer sur certaines zones d'intérêt, en particulier les conditions limites en parties inférieure (caméra 3) et supérieure (caméra 4), et le centre de l'éprouvette (caméra 5) où est attendu l'amorçage de la première fissure.



(a) Environnement virtuel (b) Caméra 1 (c) Caméra 2

(d) Caméra 3 (e) Caméra 4 (f) Caméra 5

FIGURE 3. Dispositif expérimental avec les caméras et les éclairages (a) et zones d'intérêt des caméras 1 à 5, respectivement de (b) à (f) avec projection du maillage pour le calcul de CIN.

B. Formulation de la CIN multivue

La CIN monovue vise à déterminer le champ de déplacement $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ qui relie l'image déformée g à son image de référence f. La conservation des niveaux de gris s'écrit **(Grédiac and Hild [2012])**

$$\forall \mathbf{x} \in R, f(\mathbf{x}) = g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) \tag{5}$$

où R désigne la région d'intérêt de la caméra. La fonction coût associée à ce problème de minimisation est définie par

$$\mathbf{\Phi}^2_{CIN} = \frac{1}{2\sigma^2} \int_R [f(\mathbf{x}) - g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x}))]^2 \mathbf{dx} \tag{6}$$

et dépend du bruit d'acquisition (écart type σ) de chaque caméra.

En CIN-M, la cohérence des niveaux de gris entre les N_c caméras permet de définir un motif intrinsèque $\hat{f}(\mathbf{X})$, moyenne des niveaux de gris de toutes les caméras **(Dufour et al. [2015])**. En notant $f^{(c)}_{\mathbf{U}}$ l'image déformée de la caméra c à l'instant t, la fonction coût globale peut s'écrire **(Chang et al. [2024], Collin et al. [2025])**

$$\Phi^2_{CIN-M} = \sum_{c=1}^{N_c} \frac{1}{2\sigma_c^2} \int_{R^{(c)}} \left(\hat{f}(\mathbf{X}) - f^{(c)}_{\mathbf{U}} \left(\mathbf{x}^{(c)} \left(\mathbf{\Pi}^{(c)}, \mathbf{X} \right) \right) \right)^2 d\mathbf{X} \tag{7}$$

avec $R^{(c)}$ la région d'intérêt de chacune des caméras, visibles dans le cas présent sur les Figures 3(b-f).

C. Résultats des essais virtuels

Les simulations numériques, réalisées à partir du modèle décrit précédemment, génèrent une courbe force-déplacement ainsi que des champs de déplacement pour chaque point de la courbe. Ces champs sont ensuite

intégrés dans Blender, où l'extension open source BlenDIC [https://gitlab.com/sciviz/blendic] est utilisée pour appliquer virtuellement les déplacements simulés à l'échantillon, en tenant compte du mouchetis. Grâce au système multicaméra préconfiguré, ces déplacements sont capturés lors de l'essai virtuel, permettant de produire des images virtuelles qui reproduisent les résultats attendus d'un essai réel. Il y a donc au final autant d'images que de points sur la courbe force-déplacement (Figure 2(a)).

Un premier test virtuel est réalisé. Les paramètres utilisés pour la simulation Cast3M sont ceux décrits dans le Tableau 1. Pour chaque caméra, il est nécessaire de projeter le maillage éléments finis sur l'image (Figures 3(b-f)). Les résultats observés sont cohérents avec la cinématique obtenue numériquement (Figures 2(b-c)). Les Figures 4(a-b) mettent en évidence les gradients de déplacement marqués avec une fissuration au niveau des joints. La Figure 4(c) montre que les déplacements dans la direction perpendiculaire à l'éprouvette sont principalement dus aux incertitudes de mesure.

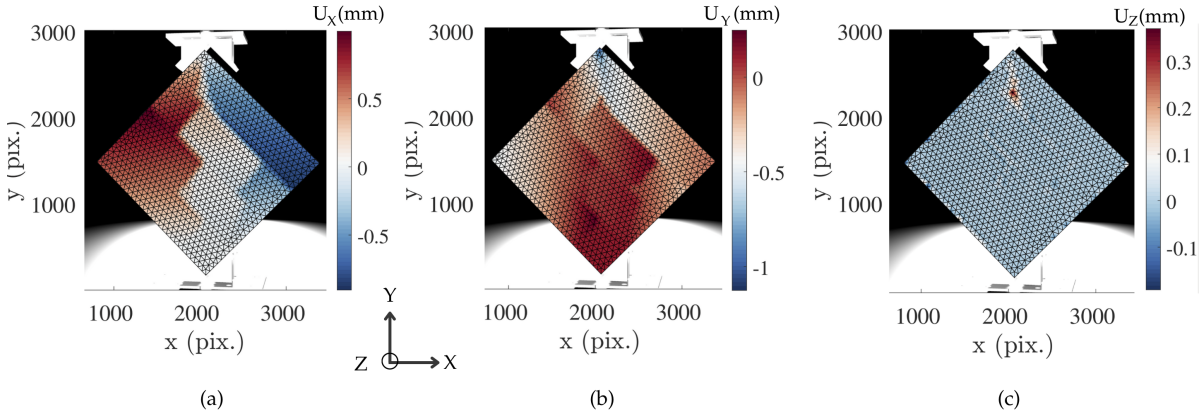


FIGURE 4. Champs de déplacement Ux (a), Uy (b) et Uz (c) mesurés par CIN-M à la photo 17.

IV. ANALYSE DE SENSIBILITÉ ET QUANTIFICATION DES INCERTITUDES

À partir d'un ensemble initial de n_p paramètres $\{\mathbf{p}_0\}$, $n_p + 1$ simulations sont réalisées en augmentant, pour la simulation $^{(i)}$, la valeur du i^e paramètre de 1%. La $(n_p + 1)^e$ simulation correspond au calcul de référence **(Vargas et al. [2023])**. L'objectif est de déterminer in fine l'identifiabilité de chacun des paramètres en prenant en compte les incertitudes liées à l'ensemble de la chaine de mesure, en particulier celles liées au système optique utilisé pour la CIN-M **(Collin et al. [2025])**.

A. Rapport signal sur bruit

À partir de ces simulations, deux matrices sont définies afin d'évaluer le niveau du rapport signal-bruit (SNR), l'une pour la force $\mathbf{F}$ et l'autre pour le champ de déplacement $\mathbf{u}_{FE}$. Ces matrices sont normées par l'incertitude de mesure, avec γ_F et $\boldsymbol{\gamma}_u$ représentant respectivement l'écart type pour la force et le déplacement. Ces matrices, adimensionnées, indiquent, à chaque instant t, combien de fois les fluctuations varient par rapport à l'incertitude de mesure

$$SNR_F^{(i)}(t) = \frac{F^{(i)}(t,\{\mathbf{p}^{(i)}\}) - F^{(n_p+1)}(t,\{\mathbf{p}^{(0)}\})}{\gamma_F}; \{\mathbf{SNR}_u^{(i)}(t)\} = \frac{\{\mathbf{u}_{FE}^{(i)}(t,\{\mathbf{p}^{(i)}\})\} - \{\mathbf{u}_{FE}^{(n_p+1)}(t,\{\mathbf{p}^{(0)}\})\}}{\{\boldsymbol{\gamma}_u\}} \quad (8)$$

La Figure 5 présente les SNR_F pour les paramètres E_b et $\sigma_{t,b}$ (Figure 5(a)), E_j et $\sigma_{t,j}$ (Figure 5(b)), $q_{p,j}$ et $c_{f,j}$ (Figure 5(c)) avec une incertitude $\gamma_F = 10\,\text{N}$. Seules les sensibilités jusqu'à l'instant 16 sont présentées, le

modèle présentant des difficultés de convergence après la rupture fragile à l'instant 17. Chaque paramètre montre une sensibilité au moins 80 fois supérieure à l'incertitude de mesure, avec une activation en premier des paramètres élastiques suivis des paramètres non linéaires. Ces premiers résultats garantissent une identification fine malgré les incertitudes de mesure.

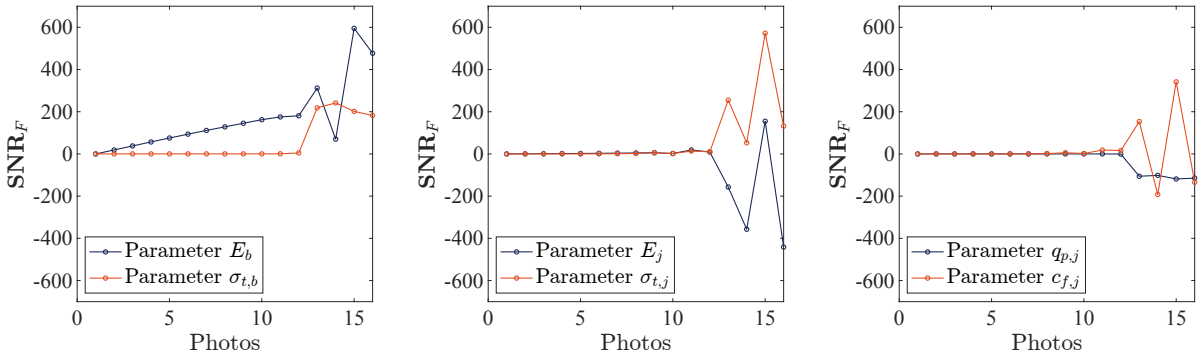


FIGURE 5. Courbes de sensibilité SNR_F pour 6 paramètres

Pour le calcul de $\mathbf{SNR}_u$, les images virtuelles sont numériquement bruitées par un bruit blanc gaussien d'écart type $\sigma_c = 2$ niveaux de gris, ce qui correspond à un niveau classique de caméra. L'incertitude de mesure γ_u est ensuite calculée sur une série de 10 images bruitées, permettant de comparer les incertitudes de mesure entre une configuration avec les caméras 1 et 2 (S-CIN) et la configuration CIN-M avec les caméras 1 à 5. On trouve une incertitude moyenne de 11.3 μm pour la S-CIN contre 10.1 μm pour la CIN-M. La Figure 6(a) obtenue en calculant $\Delta\gamma_u = \gamma_u^{S-CIN} - \gamma_u^{CIN-M}$ montre que la CIN-M permet de réduire l'incertitude de mesure spécifiquement dans les régions d'intérêt où sont placées les caméras 3 à 5 correspondant aux conditions limites et aux zones où le modèle numérique prédit de l'endommagement (Figure 6(b)) **(Hamadouche et al. [2024], Collin et al. [2025])**.

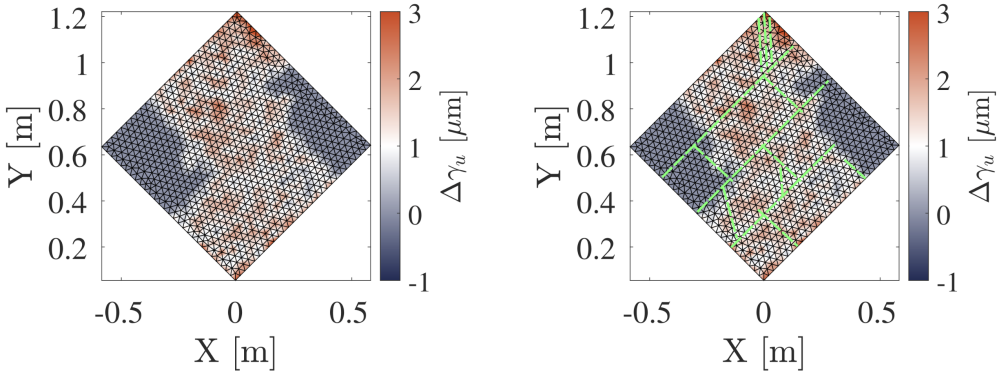


FIGURE 6. Différence d'incertitudes entre la configuration S-CIN et CIN-M (gauche) et superposition avec le faciès de fissuration en vert prédit par la modélisation éléments finis (droite)

Les champs de sensibilité $\mathbf{SNR}_u$ (Figure 7) sont ensuite calculés pour les paramètres E_b, E_j et $\sigma_{t,j}$. Ils révèlent des variations qui suivent la géométrie de l'éprouvette avec des gradients au niveau des joints, ce qui s'explique notamment par un changement de contraste pour les deux premiers paramètres. Il est intéressant de remarquer que dans les zones observées par les caméras 3 à 5, la sensibilité est augmentée. Les valeurs maximales atteintes sont de l'ordre de 10^{-1} ce qui reste inférieur à celles obtenues pour les données en effort et risque d'affecter la précision de l'identification.

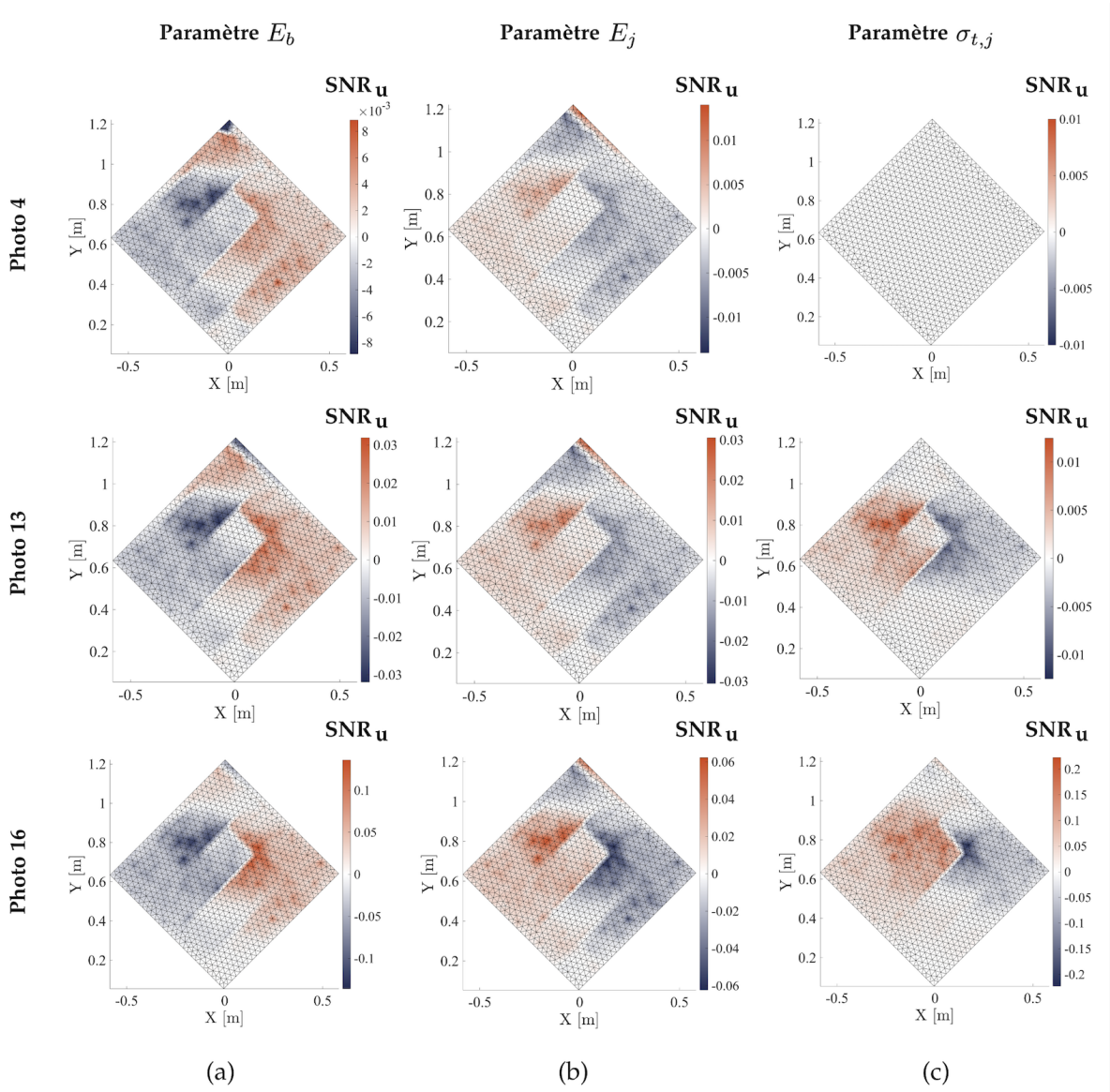


FIGURE 7. Courbes de sensibilité SNR_u. Chaque colonne montre le champ de sensibilité pour les paramètres E_b, E_j et $\sigma_{t,j}$ (de gauche à droite), pour plusieurs photos : 4, 13 et 16 (de haut en bas).

B. Identifiabilité des paramètres

Pour identifier les paramètres du modèle, une méthode classiquement utilisée est la mise à jour des paramètres du modèle ou Finite Element Model Updating **(Pagnacco et al. [2013])**. L'objectif est de minimiser la différence entre les données expérimentales mesurées et simulées. En particulier, la fonction coût peut être vue comme une combinaison de deux contributions, l'une portant sur la force, l'autre sur les données en déplacement

$$\boldsymbol{\chi}^2(\{\mathbf{p}\}) = \boldsymbol{\chi}^2_{\mathbf{F}}(\{\mathbf{p}\}) + \boldsymbol{\chi}^2_{\mathbf{u}}(\{\mathbf{p}\}) \tag{9}$$

$$\boldsymbol{\chi}^2_{\mathbf{F}}(\{\mathbf{p}\}) = \frac{1}{N_{t,F}}(\{\mathbf{F}_{exp}\} - \{\mathbf{F}_{sim}\}(\{\mathbf{p}\}))^T \frac{1}{\gamma_F^2}(\{\mathbf{F}_{exp}\} - \{\mathbf{F}_{sim}\}(\{\mathbf{p}\})) \tag{10}$$

$$\boldsymbol{\chi}^2_{\mathbf{u}}(\{\mathbf{p}\}) = \frac{1}{N_{dof,u}N_{t,u}} \sum_t \Big(\{\mathbf{u}_{exp}\}_t - \{\mathbf{u}_{sim}\}_t(\{\mathbf{p}\})\Big)^T \times \frac{[\mathbf{M}_{DIC}]}{2\sigma^2}\Big(\{\mathbf{u}_{exp}\}_t - \{\mathbf{u}_{sim}\}_t(\{\mathbf{p}\})\Big) \tag{11}$$

avec $N_{t,F}$ le nombre de points de données de force acquis, $N_{t,u}$ et $N_{dof,u}$ respectivement le nombre de points de données de déplacement en temps et en espace, $[\mathbf{M}_{DIC}]$, la matrice hessienne de la CIN, qui est symétrique et positive semi-définie **(Hild and Roux [2012])**. La solution du problème de minimisation est obtenue à l'aide de la méthode de Gauss-Newton, qui fournit l'incrément de paramètre $\{\delta\mathbf{p}\}$ à chaque étape d'itération, jusqu'à atteindre la convergence

$$(w_f[\mathbf{H}_F] + w_u[\mathbf{H}_u])\,\{\delta\mathbf{p}\} = w_f[\mathbf{B}_F] + w_u[\mathbf{B}_u] \tag{12}$$

$$[\mathbf{H}_F] = [\mathbf{S}_F]^T \frac{1}{\gamma_F^2}[\mathbf{S}_F]\,;\, w_f = \frac{1}{N_{t,F}}\,;\, [\mathbf{B}_F] = \frac{1}{\gamma_f^2}[\mathbf{S}_F]^t\,(\{\mathbf{F}_{ref}\} - \{\mathbf{F}_{sim}(\{\mathbf{p}\})\}) \tag{13}$$

$$[\mathbf{H}_u] = [\mathbf{S}_u]^T \frac{[\mathbf{M}_{DIC}]}{2\sigma^2}[\mathbf{S}_u]\,;\, w_u = \frac{1}{N_{t,u}N_{dof,u}}\,;\, [\mathbf{B}_u] = \frac{1}{2\sigma^2}[\mathbf{S}_u]^t[\mathbf{M}_{DIC}]\,(\{\mathbf{u}_{ref}\} - \{\mathbf{u}_{sim}(\{\mathbf{p}\})\}) \tag{14}$$

Les sensibilités des paramètres peuvent être étudiées en analysant le terme de gauche à inverser dans l'équation (12). Une variation de 1% ayant été appliquée à chacun des paramètres, il est possible de normer les expressions précédentes et étudier par la suite les matrices hessiennes $[\hat{\mathbf{H}}_F]$ et $[\hat{\mathbf{H}}_u]$ **(Collin et al. [2025])**. Les résultats sont présentés en Figure 8. On ne s'intéresse ici qu'aux paramètres E_b et $\sigma_{t,b}$ pour les blocs, E_j, $\sigma_{t,j}$, $q_{p,j}$ et $c_{f,j}$ pour le mortier.

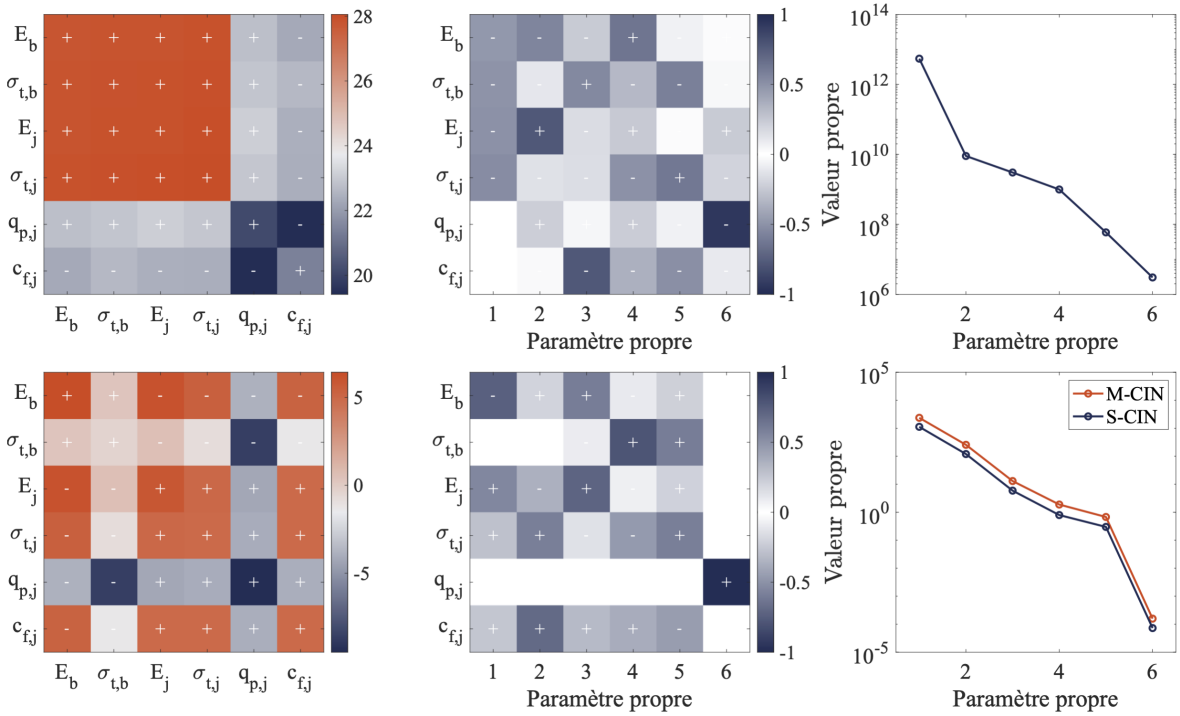


FIGURE 8. Matrices hessiennes normées $[\hat{\mathbf{H}}_F]$ (haut gauche) et $[\hat{\mathbf{H}}_u]$ (bas gauche) en logarithme décimal, avec leur décomposition en paramètres propres (centre) et leurs valeurs propres (droite).

La matrice hessienne statique $[\hat{\mathbf{H}}_F]$ montre une forte sensibilité à tous les paramètres et un conditionnement proche de 6, assurant une identification stable (Figure 8(haut)). L'analyse des vecteurs propres met

en évidence des corrélations assez fortes entre paramètres propres. La matrice hessienne en déplacement $[\hat{\mathbf{H}}_u]$ montre au contraire des valeurs propres d'ordres beaucoup plus faibles (Figure 8(bas)). Le conditionnement de 7.2 est plus élevé et les corrélations entre paramètres sont différentes de celles pour les données en effort. Comparée à une configuration avec uniquement les caméras 1 et 2, la CIN-M permet d'obtenir des valeurs propres supérieures avec les mêmes corrélations, mais les ordres de grandeur restent inférieurs à ceux de la matrice $[\hat{\mathbf{H}}_F]$. Il est donc préférable de favoriser les données de force dans la phase d'identification, en raison de leur plus grande sensibilité. La CIN-M restera cependant fondamentale pour la mesure des conditions limites.

C. Quantification des incertitudes

La suite de l'étude vise à quantifier a priori les incertitudes associées à l'identification de chaque paramètre en prenant en compte uniquement les données en effort. Il est supposé que les incertitudes sur les données en effort $\{\delta\mathbf{F}\}$ suivent une loi gaussienne de variance γ_f^2. La matrice de covariance des paramètres $[\mathbf{C}_p]$ est définie telle que

$$\{\delta\mathbf{p}\} = \left([\mathbf{S}_F]^T[\mathbf{S}_F]\right)^{-1}[\mathbf{S}_F]^T\{\delta\mathbf{F}\} \tag{15}$$

$$[\mathbf{C}_p] \equiv \langle\{\delta\mathbf{p}\}\otimes\{\delta\mathbf{p}\}\rangle = \gamma_f^2\left([\mathbf{S}_F]^T[\mathbf{S}_F]\right)^{-1} = \gamma_f^2\left([\mathbf{V}]^T[\mathbf{D}][\mathbf{V}]\right)^{-1} \tag{16}$$

Les matrices $[\mathbf{V}]$ des paramètres propres et $[\mathbf{D}]$ des valeurs propres sont introduites. La variance du paramètre p_k est finalement obtenue en écrivant **(Gras et al. [2015])**

$$\sigma_{p_k}^2 = \gamma_f^2\sum_i \frac{V_{k,i}^2}{D_{i,i}} \tag{17}$$

TABLE 2. Quantification des écarts types pour une identification en effort

Paramètres	E_b (Pa)	$\sigma_{t,b}$ (Pa)	E_j (Pa)	$\sigma_{t,j}$ (Pa)	$q_{p,j}$	$c_{f,j}$
Valeur	40×10^9	4.5×10^6	22×10^9	8.4×10^5	6.5	2.89
σ_p	1.2×10^7	3.6×10^3	3.1×10^7	1.2×10^3	3.5×10^{-2}	2.6×10^{-3}

Les écarts types présentés dans le Tableau 2 sont faibles. Les paramètres identifiés avec le plus de précision sont E_b et $\sigma_{t,b}$ tandis que le paramètre $q_{p,j}$ est celui qui est identifié avec la plus grande incertitude. Ces résultats confirment que tous les paramètres peuvent être a priori identifiés à partir des mesures de force, atteignant ainsi l'objectif de la phase de conception virtuelle. À ce stade, il est enfin possible de faire évoluer la méthodologie de test, notamment pour augmenter la sensibilité au paramètre $q_{p,j}$. Lors de la campagne expérimentale, le chargement ne sera pas monotone mais se fera plutôt avec des cycles de charge et décharge autour de l'effort à partir duquel $q_{p,j}$ est activé (200 kN d'après les résultats précédents).

V. CONCLUSION

Ce travail met en évidence l'intérêt des essais virtuels comme outil complémentaire dans le cadre de campagnes expérimentales complexes, notamment pour l'étude du comportement mécanique des matériaux hétérogènes en génie civil. L'approche s'appuie sur la corrélation d'images numériques multivues (CIN-M), qui s'est révélée particulièrement pertinente pour l'analyse multiéchelle des essais de compression diagonale. Comparée aux mesures ponctuelles obtenues à l'aide de LVDTs le long des diagonales, cette configuration permet de mesurer les champs de déformation et de suivre la propagation des fissures au

sein du matériau. Bien que cette méthode implique une instrumentation plus complexe et une calibration rigoureuse, la phase de conception virtuelle permet d'en optimiser la mise en œuvre.

L'utilisation du logiciel Blender pour modéliser l'ensemble de la chaîne de mesure (caméras, éclairage, mouchetis) offre la possibilité de générer des images virtuelles du dispositif expérimental et d'évaluer les incertitudes. Il a notamment été montré que la corrélation d'images numériques multivues (CIN-M) réduit significativement les incertitudes de mesure dans les zones d'intérêt, en particulier au niveau des conditions aux limites, ce qui est essentiel pour les prendre en compte dans les simulations numériques. Une perspective prometteuse consiste également à optimiser certains paramètres expérimentaux, tels que la taille du mouchetis, afin de minimiser les incertitudes de mesure. Les motifs ainsi optimisés pourront être appliqués directement sur les échantillons physiques, renforçant la robustesse et la fiabilité de la démarche expérimentale.

Les essais virtuels permettent également une analyse de sensibilité approfondie, utile à l'évaluation de l'identifiabilité des paramètres du modèle. Dans le cas étudié, il a été démontré que le couplage entre les mesures de force et de champs de déplacement n'apportait pas de bénéfice significatif, les données de déplacement ne présentant pas une sensibilité suffisante. L'approche par essais virtuels dépend cependant fortement du choix du modèle numérique choisi, qui doit être au préalable capable de reproduire fidèlement le comportement mécanique dans diverses conditions d'essai.

Enfin, les travaux futurs s'orientent vers la mise en œuvre complète d'un algorithme de type FEMU (Finite Element Model Updating), visant à assurer la convergence vers une solution de référence à partir d'un jeu initial de paramètres. Ces derniers sont déterminés à partir d'essais de caractérisation sur matériaux élémentaires, ce qui permettra de restreindre l'espace de recherche et favoriser l'unicité de la solution. L'analyse de sensibilité et le conditionnement de la matrice hessienne servent à évaluer la stabilité du problème d'identification. Une régularisation de Tikhonov peut également être introduite afin de converger vers une solution unique.

VI. REMERCIEMENTS

Le Département ERMES d'EDF R&D et l'École Normale Supérieure Paris-Saclay (ENS Paris-Saclay) sont remerciés pour leur soutien financier. Les recherches présentées dans cet article ont été en partie soutenues par l'Institut SEISM Paris-Saclay. Les remerciements vont également à Fabrice Gatuingt, Cédric Giry et François Hild pour leur précieux soutien.

References

ASTM International. *Standard Test Method for Diagonal Tension (Shear) in Masonry Assemblages*. ASTM E519/E519M–10. 2010.

Michela Basili, Fabrizio Vestroni, and Giancarlo Marcari. Brick masonry panels strengthened with textile reinforced mortar: experimentation and numerical analysis. *Construction and Building Materials*, 227:117061, December 2019. ISSN 0950-0618.

Zeeshan Manzoor Bhat, Yogendra Singh, and Pankaj Agarwal. Characterization of mechanical behavior of different types of masonry with a detailed investigation of full-field strain using digital image correlation. *Construction and Building Materials*, 407:133502, December 2023. ISSN 0950-0618.

X. Chang, C. Le Gourriérec, F. Hild, and S. Roux. Brightness and contrast corrections for stereocorrelation: Global and instantaneous formulation with spatial regularization. *Mechanical Systems and Signal Processing*, 208:111057, 2024. doi: 10.1016/j.ymssp.2023.111057.

L. Collin, F. Gatuingt, C. Giry, and G. Hervé-Secourgeon. Establishing a test-calculation dialogue for shear tests on masonry triplets. *Academic Journal of Civil Engineering*, 42(1):426–436, 2024.

L. Collin, F. Gatuingt, C. Giry, and F. Hild. Virtual design of masonry triplet shear tests using digital image correlation. Submitted for publication, 2025.

D. Dais, I. E. Bal, E. Smyrou, and V. Sarhosis. Automatic crack classification and segmentation on masonry surfaces using convolutional neural networks and transfer learning. *Automation in Construction*, 125:103606, 2021. doi: 10.1016/j.autcon.2021.103606.

M. Dhanasekar, A. W. Page, and P. W. Kleeman. The failure of brick masonry under biaxial stresses. *Proceedings of the Institution of Civil Engineers*, 79(2):295–313, 1985.

J. E. Dufour, F. Hild, and S. Roux. Shape, displacement and mechanical properties from isogeometric multiview stereocorrelation. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 50(7):470–487, 2015.

R. Fedele, L. Galantucci, and A. Ciani. Global 2d digital image correlation for motion estimation in a finite element framework: a variational formulation and a regularized, pyramidal, multi-grid implementation. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 96(12):739–762, 2013.

R. Gras, H. Leclerc, F. Hild, S. Roux, and J. Schneider. Identification of a set of macroscopic elastic parameters in a 3d woven composite: Uncertainty analysis and regularization. *International Journal of Solids and Structures*, 55:2–16, 2015.

M. Grédiac and F. Hild, editors. *Full-field measurements and identification in solid mechanics*. John Wiley & Sons, 2012.

I. Hamadouche, D. M. Seyedi, and F. Hild. Damage detection and quantification via multiview dic at varying scales. *Experimental Mechanics*, 64(5):675–689, 2024.

F. Hild and S. Roux. Comparison of local and global approaches to digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 52(9):1503–1519, 2012.

E. Pagnacco, A. S. Caro-Bretelle, and P. Ienny. Parameter identification from mechanical field measurements using finite element model updating strategies. In *Full-field Measurements and Identification in Solid Mechanics*, pages 247–274. 2013.

J. C. Passieux, F. Bugarin, C. David, J. N. Périé, and L. Robert. Multiscale displacement field measurement using digital image correlation: Application to the identification of elastic properties. *Experimental Mechanics*, 55:121–137, 2015.

M. A. Sutton, J. J. Orteu, and H. Schreier. *Image correlation for shape, motion and deformation measurements: Basic concepts, theory and applications*. Springer Science & Business Media, 2009.

R. Vargas, R. B. Canto, B. Smaniotto, and F. Hild. Calibration of cohesive parameters for a castable refractory using 4d tomographic data and realistic crack path from in-situ wedge splitting test. *Journal of the European Ceramic Society*, 43(2):676–691, 2023.

M. Vassaux, B. Richard, F. Ragueneau, and A. Millard. Regularised crack behaviour effects on continuum modelling of quasi-brittle materials under cyclic loading. *Engineering Fracture Mechanics*, 149:18–36, 2015.

M. Vitse, M. Poncelet, A. E. Iskef, J. E. Dufour, R. Gras, A. Bouterf, and S. Roux. Toward virtual design and optimization of a structural test monitored by a multi-view system. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 56(2):112–128, 2021.

Cadre d'optimisation basé sur l'intelligence artificielle pour la conception de ciments résistants à la rupture

Jinane MURR

Nantes Université, Ecole Centrale de Nantes, CNRS, GeM UMR 6183, F-44000 Nantes, France

RESUME La rupture des matériaux à base de ciment se produit à partir de microfissures dans la pâte de ciment ou aux interfaces, lorsque la contrainte de traction dépasse la résistance à la traction. En raison de la nature très hétérogène de la pâte de ciment, la résistance à la propagation des fissures dépend des phases non hydratées, des produits d'hydratation et de la porosité. Cette étude propose un modèle d'intelligence artificielle combinant un LSTM et un DNN pour simuler la composition de la pâte de ciment hydratée et évaluer sa résistance à la traction. Le modèle LSTM est entraîné sur une base de données numériques issue d'un modèle thermodynamique et reproduit l'évolution microstructurale en fonction de l'âge d'hydratation. Le DNN, quant à lui, évalue la résistance à la traction à partir des microstructures simulées. Le DNN a été entraîné sur une base de données obtenue par simulation à l'aide d'une modélisation micromécanique par éléments finis. Ensemble, les modèles LSTM et DNN permettent de prévoir l'évolution temporelle de la résistance à la traction de la pâte de ciment hydratée à partir de la composition du ciment et du rapport E/C comme seules entrées. Le cadre développé sert également d'outil d'optimisation contraint pour la conception de ciments ayant une résistance à la traction cible.

Mots-clefs pâte de ciment, intelligence artificielle, résistance à la traction, micromécanique, thermodynamique

I. INTRODUCTION

La pâte de ciment présente une microstructure hétérogène qui évolue à travers les réactions chimiques des phases constitutives du ciment. Les propriétés de rupture de la pâte de ciment hydratée (PCH) à un âge donné dépendent des fractions volumiques et de la distribution spatiale des phases non hydratées, des produits hydratés et de la porosité. Récemment, un intérêt croissant a émergé pour la corrélation entre la composition chimique des pâtes de ciment et leurs propriétés mécaniques (Hu, 2014). Comprendre cette relation pourrait ouvrir la voie à l'optimisation des ciments.

Concernant l'étude de résistance à la traction (f_t) des PCH à l'échelle microscopique, à notre connaissance, aucune étude n'établit de lien direct entre la composition chimique des pâtes de ciment et leur résistance à la traction. En effet, les méthodes expérimentales sont laborieuses (Röβler and Odler, 1985) (Luković et al., 2015), tandis que les méthodes computationnelles sont couteuses en temps de simulation (Zhang et al., 2012) (X. Li et al., 2022) (Zhang et al., 2024). À ces coûts s'ajoute la simplification inévitable de l'hétérogénéité de la microstructure de la PCH, due à la complexité de distinguer les phases hydratées par des méthodes expérimentales, telles que la micro-tomographie à rayons X (micro-CT), souvent employée pour obtenir les microstructures de la pâte

de ciment servant de base aux modèles computationnels. Par conséquent, des approches alternatives sont nécessaires pour développer des modèles capables de prédire la résistance à la traction des pâtes de ciment.

Le quatrième et plus récent paradigme de la recherche sur les matériaux cimentaires, qui intègre les méthodes d'apprentissage automatique, a considérablement accéléré la conception des matériaux en surmontant des limitations telles que les cycles d'essais-erreurs et les coûts de calcul élevés (Z. Li et al., 2022). Ces méthodologies pourraient également être appliquées à l'optimisation de la composition chimique des pâtes de ciment et de ciments, si les données nécessaires étaient disponibles. Cependant, il existe un manque notable dans la littérature concernant les études explorant la variation de la résistance à la traction des pâtes de ciment en fonction de leur composition chimique. Il est donc nécessaire d'envisager des approches alternatives pour générer de telles bases de données.

Cette étude explore une méthode novatrice qui combine des techniques d'apprentissage automatique avec des aspects chimio-mécaniques fondamentaux du ciment. L'objectif principal est d'améliorer la résistance à la traction des pâtes de ciment en modifiant la composition du ciment et le rapport eau/ciment (E/C). En exploitant des modèles avancés comme les réseaux de mémoire à long et court terme (LSTM) et les réseaux de neurones profonds (DNN), cette étude introduit une approche permettant d'ajuster précisément la composition du ciment pour des propriétés mécaniques optimales.

Dans un premier temps, un LSTM est développé pour prédire le processus d'hydratation de la pâte de ciment, notamment l'évolution temporelle des phases de clinker non hydratées et des produits d'hydratation, en utilisant la composition minéralogique du ciment et le rapport E/C comme données d'entrée. Ensuite, les données de sortie (phases non hydratées, produits d'hydratation et porosité) du modèle LSTM sont utilisées comme données d'entrée dans un modèle DNN afin de prédire la résistance à la traction de la pâte de ciment hydratée. Par la suite, les deux modèles développés sont exploités dans un schéma d'optimisation pour dériver des compositions optimisées de ciments, spécifiquement conçues pour atteindre une résistance à la traction cible. Une représentation graphique des deux modèles est présentée dans la **FIGURE *1***.

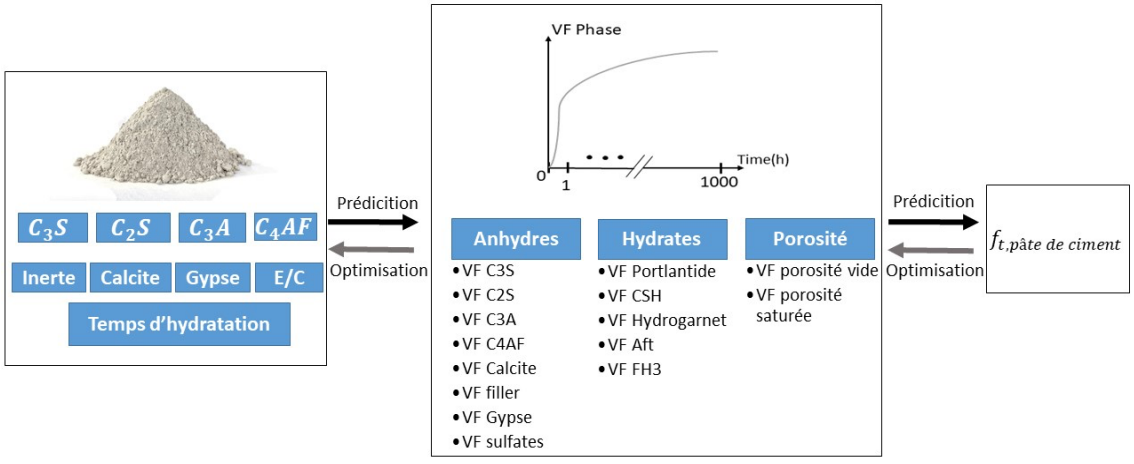


FIGURE 1. Abstract graphique des modèles développés et de la méthodologie d'optimisation. VF représente la fraction volumique.

II. LSTM POUR LA MODELISATION DE L'HYDRATATION DU CIMENT

Un ciment Portland ordinaire est principalement composé de silicate tricalcique (C_3S), silicate dicalcique (C_2S), aluminate tricalcique (C_3A) et aluminoferrite tétracalcique (C_4AF), qui constituent la phase clinker. De plus, le ciment contient du gypse ($Ca_2SO_4 \cdot 2H_2O$) pour réguler l'hydratation des réactifs contenant de l'alumine. De la chaux libre (CaO), de la calcite ($CaCO_3$) et des inertes peuvent également être présentes en faibles pourcentages massiques. Lors du contact avec l'eau, les réactions d'hydratation des réactifs du ciment commencent et plusieurs produits d'hydratation se forment, tels que les silicates de calcium hydratés (C-S-H), la portlandite (CH), l'ettringite et l'hydrogarnet, entre autres (Barnes and Bensted, 2002). Au fur et à mesure de l'hydratation, la fraction volumique de la porosité remplie d'eau diminue, remplacée par des solides, ce qui conduit au développement des propriétés mécaniques de la pâte de ciment hydratée. En conditions de cure endogène, une porosité vide se forme également. Les évolutions des fractions volumiques des phases initiales du ciment, des produits d'hydratation et de la porosité sont des fonctions temporelles interdépendantes. Pour cette raison, un modèle séquentiel de mémoire à long et court terme (LSTM) a été adopté pour modéliser l'évolution temporelle des phases de ciment et des produits d'hydratation d'un ciment.

Les LSTM sont une catégorie de réseaux de neurones récurrents (RNN) dotés de boucles de rétroaction, ce qui leur permet de travailler avec des données séquentielles de différentes longueurs (Hochreiter and Schmidhuber, 1997). Les LSTM remplacent la boucle de rétroaction unique rencontrée dans une unité RNN basique par deux chemins distincts, l'un pour la mémoire à long terme et l'autre pour la mémoire à court terme. Cela leur confère la capacité de ne retenir que les informations importantes des données séquentielles et de les utiliser pour obtenir de meilleures prédictions. Cette caractéristique les rend très populaires pour les applications de séries temporelles longues, mais aussi pour tout autre type de données séquentielles, comme la cinétique d'hydratation du ciment. Dans ce contexte, un LSTM est entraîné et testé pour la prédiction de l'évolution dans le temps des composants d'une pâte de ciment hydratée.

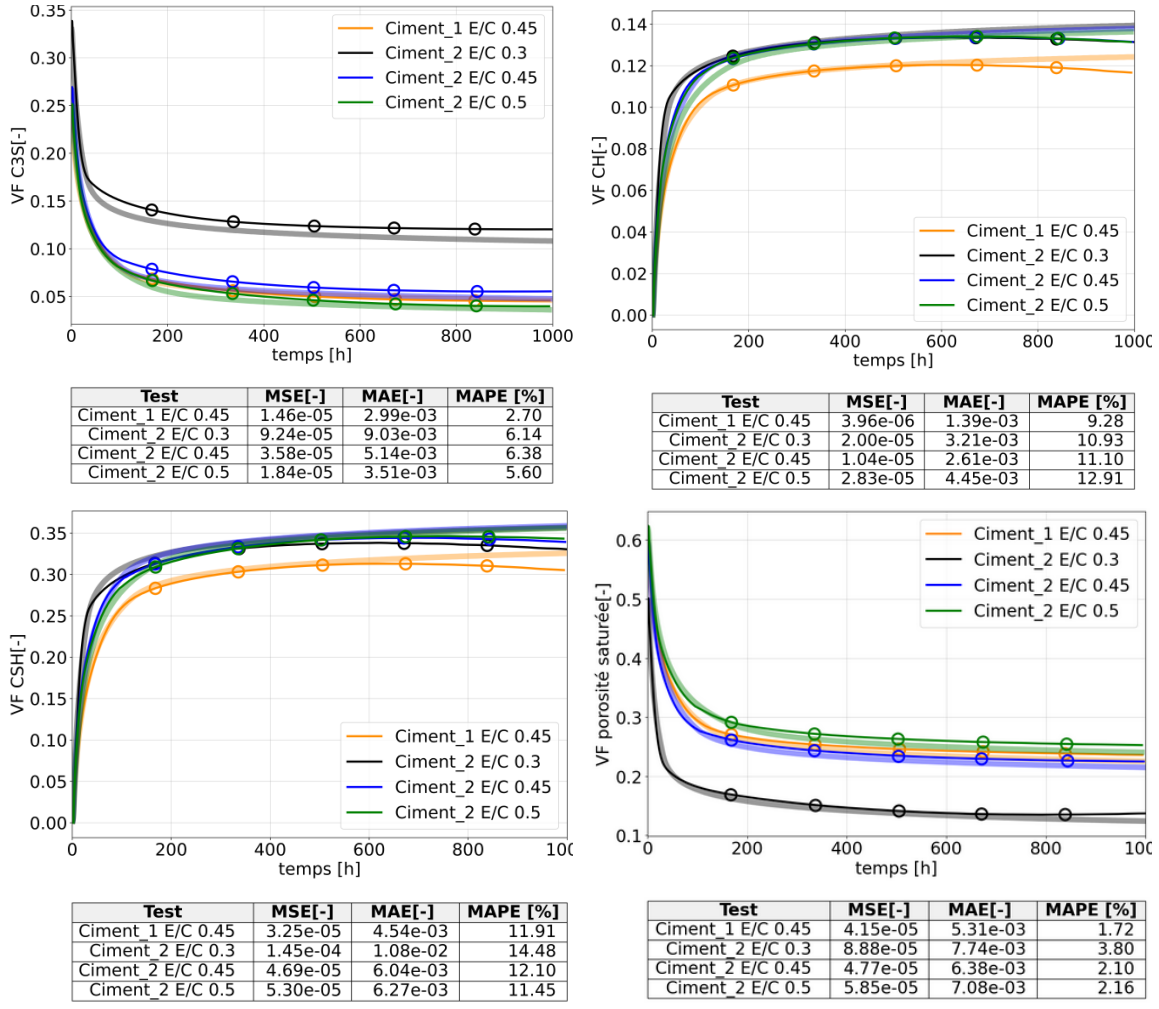
Les entrées du modèle incluent la composition du ciment en terme des fractions volumiques initiales (VF0) de C_3S, C_2S, C_3A, C_4AF, gypse, calcite et inertes, ainsi que les rapports E/C et ciment/liant (C/L). La dernière entrée est le temps d'hydratation, exprimé en heures. Le modèle a été entraîné pour fournir en sortie l'évolution dans le temps des fractions volumiques des réactifs et produits d'hydratation (C_3S, C_2S, C_3A, C_4AF, gypse, CH, C-S-H, ettringite, hydrogarnet, hydroxyde de fer) ainsi que l'évolution de la fraction volumique des porosités vide et saturée. Le modèle final possède 10 entrées et 13 séquences de sorties.

Les données utilisées pour l'entraînement et le test proviennent de simulations thermodynamiques réalisées avec le modèle d'hydratation CEMHYD3D (Bullard, 2014). La base de donnée a été simulée avec 16 ciments de compositions minéralogiques différentes. Pour chaque ciment, quatre rapports E/C ont été pris en compte : 0,3, 0,4, 0,45 et 0,5. Les temps d'hydratation considérés s'étendent du début de l'hydratation à 40 jours, avec des pas de temps variables. En conséquence, la base de données comprend 36392 points de données uniques issus de 57 systèmes.

Ces systèmes ont été répartis entre les ensembles d'entraînement et de test. La base de données test comprenant sept systèmes soigneusement sélectionnés pour évaluer la capacité de généralisation du modèle entraîné. Deux de ces systèmes sont des ciments inclus dans le jeu de données

d'entraînement mais avec des rapports E/C différents, exemple Ciment_1. Les quatre autres systèmes proviennent d'un ciment, désigné Ciment_2, non observé lors de l'entraînement, avec les quatre rapports E/C précités. Cela laisse 50 systèmes pour la base de données d'entraînement.

Pour évaluer la performance du modèle, trois variables statistiques sont utilisées : l'erreur quadratique moyenne (MSE), l'erreur absolue moyenne (MAE) et l'erreur en pourcentage absolue moyenne (MAPE). Les descriptions mathématiques de ces variables peuvent être trouvées dans (Shah et al., 2022) (Cook et al., 2021).



Test	MSE[-]	MAE[-]	MAPE [%]
Ciment_1 E/C 0.45	1.46e-05	2.99e-03	2.70
Ciment_2 E/C 0.3	9.24e-05	9.03e-03	6.14
Ciment_2 E/C 0.45	3.58e-05	5.14e-03	6.38
Ciment_2 E/C 0.5	1.84e-05	3.51e-03	5.60

Test	MSE[-]	MAE[-]	MAPE [%]
Ciment_1 E/C 0.45	3.96e-06	1.39e-03	9.28
Ciment_2 E/C 0.3	2.00e-05	3.21e-03	10.93
Ciment_2 E/C 0.45	1.04e-05	2.61e-03	11.10
Ciment_2 E/C 0.5	2.83e-05	4.45e-03	12.91

Test	MSE[-]	MAE[-]	MAPE [%]
Ciment_1 E/C 0.45	3.25e-05	4.54e-03	11.91
Ciment_2 E/C 0.3	1.45e-04	1.08e-02	14.48
Ciment_2 E/C 0.45	4.69e-05	6.04e-03	12.10
Ciment_2 E/C 0.5	5.30e-05	6.27e-03	11.45

Test	MSE[-]	MAE[-]	MAPE [%]
Ciment_1 E/C 0.45	4.15e-05	5.31e-03	1.72
Ciment_2 E/C 0.3	8.88e-05	7.74e-03	3.80
Ciment_2 E/C 0.45	4.77e-05	6.38e-03	2.10
Ciment_2 E/C 0.5	5.85e-05	7.08e-03	2.16

FIGURE 2. Prédiction du modèle LSTM de l'évolution de la fraction volumique en fonction du temps en heures (h) pour C_3S, CH, C-S-H et porosité remplie. Le tableau sous chaque graphique présente les valeurs de MSE, MAE et MAPE pour la sortie correspondante. La ligne fine représente l'évolution prédite, tandis que la ligne épaisse indique l'évolution réelle simulée par CEMHYD3D.

Les résultats de la validation du modèle LSTM sur deux ciments (Ciment_1 et Ciment_2) sont présentés dans la FIGURE 2. Pour des raisons de concision, seules quatre séquences de sortie sont représentées. Le modèle LSTM a capturé avec succès les tendances thermodynamiques de l'hydratation du ciment, démontrant son efficacité dans la prédiction de l'évolution temporelle des réactifs et des produits d'hydratation. En effet, la MSE pour l'entraînement est de $2{,}12\times10^{-3}$ et

augmente à $7{,}11\times10^{-3}$ pour la validation. Les erreurs pour les deux ciments de validation, Ciment_1 et Ciment_2, varient entre les séquences de sorties mais restent satisfaisantes. Le MAPE varie entre 2,53 % et 20,86 % et la tendance des évolutions prédites est en accord avec celle des évolutions de la base de donnée.

III. DNN POUR LA PREDICTION DE LA RESISTANCE À LA TRACTION DES PÂTES DE CIMENT À PARTIR DE LEUR COMPOSITION

Cette section présente le développement d'un modèle DNN pour la prédiction de la résistance à la traction d'une PCH à partir de sa composition en terme de fractions volumiques des phases et de la porosité. Le développement du modèle est détaillé dans une étude précédente (Murr et al., 2024).

Les DNN sont parmi les modèles d'apprentissage automatique les plus couramment utilisés pour les applications de régression supervisée et de conception des matériaux cimentaires. Leur utilisation a connu une croissance constante au cours de la dernière décennie (Ben Chaabene et al., 2020). L'architecture et les fondements mathématiques de l'algorithme DNN ne seront pas discutés ici, mais peuvent être consultés dans (Shrestha and Mahmood, 2019).

Comme tout algorithme de régression supervisée, un ensemble de données représentatif est nécessaire. Étant donné que la recherche sur la résistance à la traction des pâtes de ciment est rare dans la littérature, un modèle micromécanique a été adopté pour générer la base de données. Le modèle micromécanique, développé par (Rhardane et al., 2020), modélise une section 2D d'un volume élémentaire représentatif tridimensionnel (VER) d'une pâte de ciment hydratée à l'aide d'un code d'éléments finis. Le VER est simulé à l'aide de CEMHYD3D, puis importé dans le code CAST3M (Dureisseix, 1997). Chaque phase de ciment se voit attribuer ses propriétés élastiques (module de Young et coefficient de Poisson) et de rupture (résistance à la traction et énergie de fracture). Cependant, toutes les phases suivent la version isotrope du modèle d'endommagement de Fichant (Fichant et al., 1999). Un test de traction unidirectionnel direct est simulé pour obtenir la courbe contrainte-ouverture de fissure, à partir de laquelle la résistance à la traction de la pâte hydratée est déduite. Ce modèle est validé expérimentalement sur des ciments de différentes compositions et des rapports de E/C compris entre 0.3 et 0.5. Le lecteur est invité à se référer à (Murr et al., 2024) pour plus de détails.

Pour la création de la base de données du DNN, 6 ciments différents ont été sélectionnés, avec des rapports E/C de 0,3, 0,4, 0,45 et 0,5 et un âge d'hydratation variant entre 14 et 40 jours. La résistance à la traction de ces ciments a été calculée à l'aide du modèle micromécanique, générant une base de données de 149 exemples uniques, avec la composition chimique de la pâte hydratée comme entrée et la résistance à la traction comme sortie. Le jeu de données est divisé en ensembles d'entraînement et de validation avec un ratio de 80-20. La régularisation L2 et un arrêt précoce (early stopping) ont été intégrés pour éviter le sur-apprentissage. L'erreur quadratique moyenne (RMSE) et l'erreur absolue moyenne (MAE) ont été utilisées pour évaluer les performances du modèle sur les bases de données d'entrainement et de validation.

Les performances d'entrainement sont présentées dans la **FIGURE 3**. Pour l'entrainement, un MAE de 0,14 MPa pour des valeurs de résistance à la traction entre 2 MPa et 11 MPa est atteint, et un RMSE de 0,20 MPa. Une légère augmentation du MAE et du RMSE est observée lors de la

validation, avec des valeurs respectives de 0,32 MPa et 0,43 MPa. Ces résultats montrent l'absence de sur-apprentissage dans le modèle et le potentiel de prédiction de la résistance à la traction d'une pâte de ciment en fonction des fractions volumiques de ses phases constitutives.

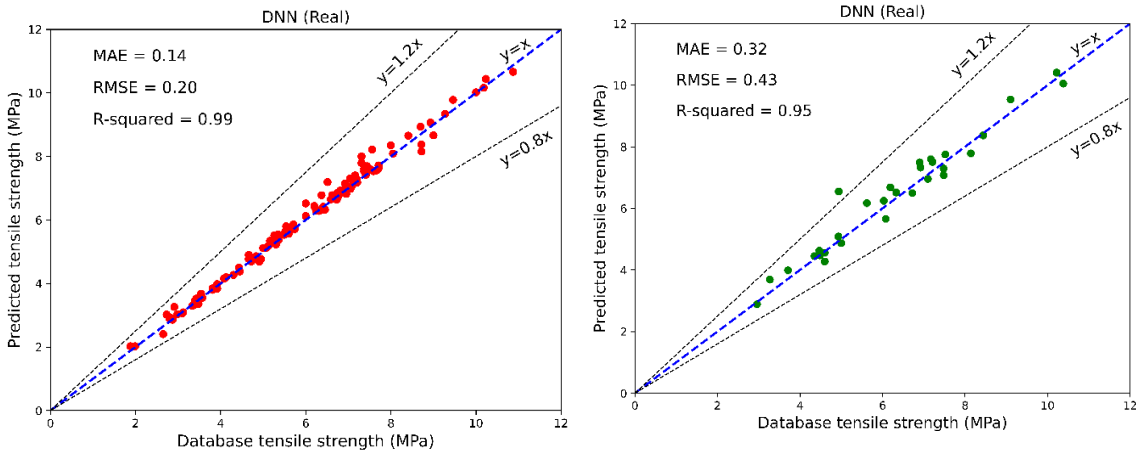


FIGURE 3. Valeur prédite versus valeur attendue de la résistance à la traction (MPa) obtenue à partir du modèle DNN. À gauche, les résultats pour l'entraînement, et à droite, les résultats de la validation.

IV. CONCEPTION INVERSE DE LA COMPOSITION DU CIMENT POUR UNE RESISTANCE A LA TRACTION CIBLE

La conception inverse est une méthode utilisée pour déterminer les compositions optimales des matériaux afin d'atteindre une propriété cible (Wang et al., 2022). Étant donné que la résistance à la traction d'une PCH dépend de sa composition, qui est elle-même influencée par la composition initiale du ciment et du rapport E/C, un schéma de conception inverse est proposé pour optimiser les compositions de ciment et atteindre une résistance à la traction cible de la pâte hydratée. L'approche, détaillée dans ce qui suit, consiste à intégrer les modèles LSTM et DNN développés comme fonction objective dans un algorithme d'optimisation de la composition minéralogique du ciment pour une résistance à la traction cible. L'algorithme d'optimisation est schématisé dans la **FIGURE *4 (a)***.

Étape 1 : Optimisation de la composition de la pâte de ciment

Dans un premier temps, la composition de la pâte de ciment est conçue pour optimiser sa résistance à la traction. Le modèle de régression DNN entraîné dans la section III permet de prédire la résistance à la traction d'une PCH en utilisant sa composition comme entrée. Pour la conception inverse de la composition de la pâte, une résistance à la traction cible est choisie. Le problème est formulé comme suit : à partir d'une composition initiale aléatoire de pâte de ciment, la résistance à la traction est prédite à l'aide du modèle DNN, et la RMSE est calculée entre la résistance cible et celle prédite. Ensuite, à l'aide de l'algorithme d'optimisation COBYLA (Powell, 2007), la composition de la pâte de ciment est mise à jour pour minimiser la RMSE.

Les contraintes sur la composition de la pâte de ciment incluent le respect des valeurs minimales et maximales des fractions volumiques des phases de la pâte, validées par le modèle DNN. De plus, une contrainte est imposée pour maintenir la somme des fractions volumiques des phases entre

0,98 et 1, établissant ainsi le domaine validé du modèle DNN. À cette étape, aucune contrainte n'est imposée sur la faisabilité chimique des compositions de la pâte.

Étape 2 : Optimisation de la composition du ciment

La composition optimisée de la pâte de ciment obtenue à la première étape est prise comme composition cible, et le temps d'hydratation souhaité, le rapport E/C, le rapport C/B, la fraction volumique de calcite et la fraction volumique d'inertes sont fixés. Ensuite, en partant d'une composition initiale de ciment, la composition de la pâte de ciment est prédite à l'aide du modèle LSTM entraîné dans la section II. La composition du ciment est ensuite mise à jour pour minimiser la somme des RMSE entre les composants de la pâte cible et ceux prédits à l'aide de l'algorithme COBYLA.

Les contraintes sur la composition du ciment incluent le respect des valeurs minimales et maximales des fractions volumiques des composants du ciment, telles que présentes dans la base de données d'entraînement du LSTM, notée $VF0_{j,min}$ et $VF0_{j,max}$, respectivement. L'expression de la contrainte est la suivante :

$$VF0_{j,min} < VF0_j \leq VF0_{j,max} \quad (1)$$

Dans cette équation, $VF0_j$ représente la fraction volumique initiale de la composante j du ciment avec $j \in \{C_3S, C_2S, C_3A, C_4AF, gypse, inertes, calcite\}$.

Une contrainte d'égalité est ajoutée pour garantir que les fractions volumiques initiales des composants du ciment dans la pâte respectent le rapport E/C souhaité :

$$V_{ciment} = \frac{1000}{\rho_{ciment} \times \frac{E}{C} + 1000} \quad (2)$$

avec

$$V_{ciment} = \sum_j VF0_j \quad (3)$$

et

$$\rho_{ciment} = \frac{\sum_j \rho_j \times VF0_j}{V_{ciment}} \quad (4)$$

Où ρ_{ciment} et ρ_j en $[Kg/m^3]$ représentent les masses volumiques du ciment et de la phase j, respectivement.

Étape 3 : Recherche de la résistance à la traction optimisée du ciment

La composition optimisée du ciment dépend des valeurs initiales choisies au début des deux étapes précédentes. Par conséquent, les étapes 1 et 2 sont répétées pour différentes hypothèses initiales. Ensuite, la résistance à la traction des différents ciments optimisés est prédite, et les résultats sont comparés à la résistance à la traction cible. Le résultat le plus proche est retenu. Selon l'application prévue du ciment, des contraintes supplémentaires peuvent guider le choix final, que ce soit

concernant la composition de la pâte de ciment hydratée ou la composition initiale du ciment. Ces contraintes peuvent être liées à la durabilité de la pâte de ciment ou à l'environnement d'exposition.

La FIGURE 4 *(b)* montre les résultats d'optimisation obtenus pour une f_t cible de 6 MPa et un E/C de 0,45. Trois différentes compositions de ciment pourrait être considérées avec des résistances à la traction qui varient entre 5,5 MPa et 6,3 MPa.

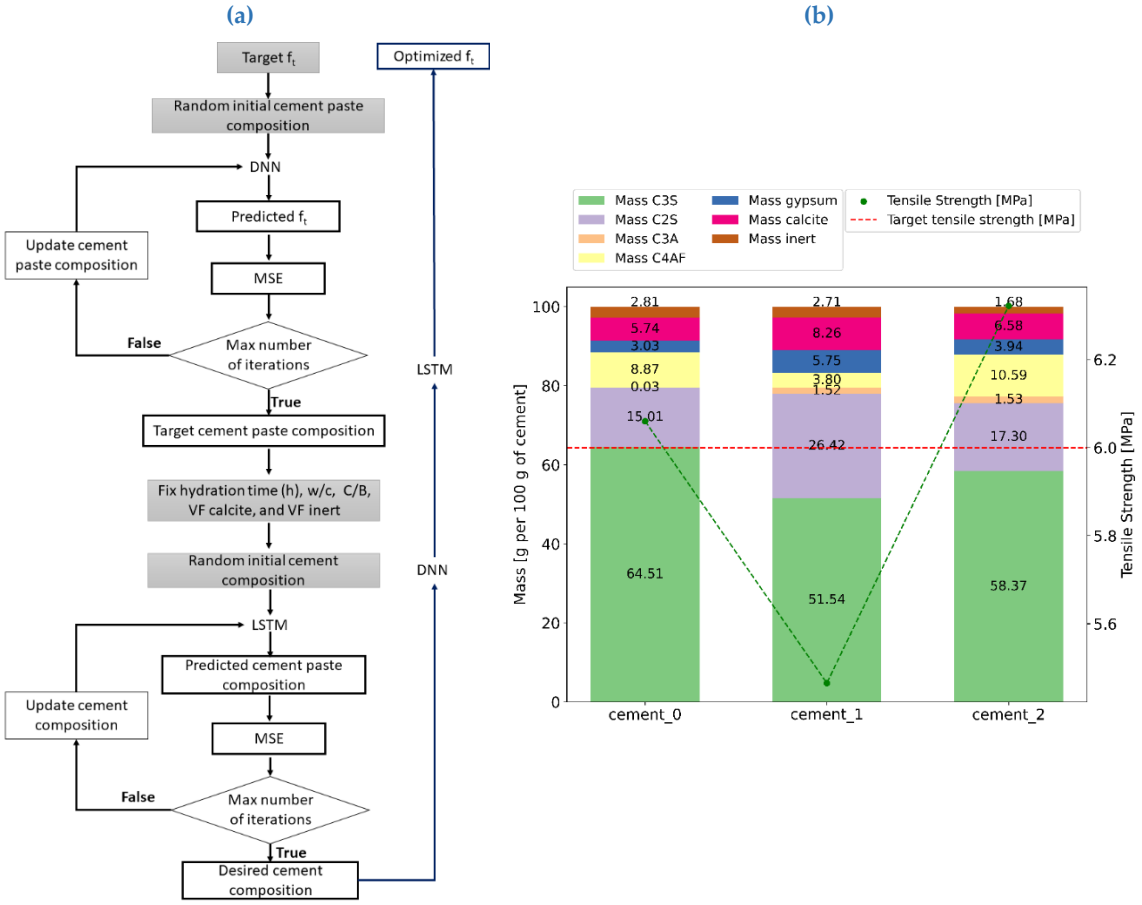


FIGURE 4. ***(a)*** **Algorithme d'optimisation de la composition minéralogique du ciment pour une résistance à la traction de pâte cible,** ***(b)*** **Résultats de l'optimisation pour une f_t cible de 6 MPa. Les diagrammes en barres empilées montrent la répartition massique des composants du ciment. La f_t cible est représentée sur le graphique par une ligne rouge en pointillés, tandis que la ligne verte trace les résistances à la traction optimisées réellement atteintes.**

IV. CONCLUSION

Cette étude a pour objectif le développement d'un modèle de conception de ciments avec une résistance à la traction cible. Pour cela, un algorithme d'optimisation contraint est employé. Concernant la fonction objective, celle-ci doit établir un lien entre la composition minéralogique du ciment, le rapport E/C de la pâte de ciment et la résistance à la traction de la pâte. Dans un premier temps, le développement de cette fonction objective est présenté. Le modèle final repose sur la

concaténation de deux modèles distincts : un LSTM pour prédire la composition de la pâte de ciment à partir de la composition du ciment et du rapport E/C, suivi d'un DNN pour prédire la résistance à la traction de la pâte de ciment en fonction de sa composition. Concernant le modèle LSTM, plusieurs pistes d'amélioration sont identifiées, notamment pour affiner la prédiction de la tendance de variation des composantes de la PCH. L'une des approches envisagées consiste à intégrer les fonctions analytiques de la cinétique d'hydratation du ciment dans la fonction de perte lors de l'entraînement du modèle. Quant au modèle DNN, sa performance en prédiction de la résistance à la traction de la PCH met en évidence l'importance de la composition chimique de la pâte en termes de fractions volumiques des phases. Ces informations se sont révélées suffisantes pour assurer une bonne précision et une bonne généralisation du modèle. Enfin, la dernière partie présente l'algorithme d'optimisation ainsi que les différentes contraintes associées. Un exemple concret pour une résistance à la traction de 6 MPa est également détaillé. Comme suggéré par l'un des relecteurs, le rapport E/C pourrait alternativement être considéré comme le paramètre à optimiser pour une composition de ciment donnée.

Pour la suite, une optimisation multi-objectifs est envisagée en intégrant l'énergie de fissuration comme seconde cible d'optimisation. L'objectif final de cette approche est d'étendre le modèle afin de prendre en compte les ciments substitués, en suivant la même méthodologie que celle appliquée au ciment Portland.

REFERENCES

Barnes, P., Bensted, J., 2002. Structure and Performance of Cements, Second Edition. CRC Press.

Ben Chaabene, W., Flah, M., Nehdi, M.L., 2020. Machine learning prediction of mechanical properties of concrete: Critical review. Construction and Building Materials 260, 119889. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119889

Bullard, J.W., 2014. Virtual Cement and Concrete Testing Laboratory : version 9.5 user guide (No. NIST SP 1173). National Institute of Standards and Technology. https://doi.org/10.6028/NIST.SP.1173

Cook, R., Han, T., Childers, A., Ryckman, C., Khayat, K., Ma, H., Huang, J., Kumar, A., 2021. Machine learning for high-fidelity prediction of cement hydration kinetics in blended systems. Materials & Design 208, 109920. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109920

Dureisseix, D., 1997. Une Approche Multi-échelles pour des Calculs de Structures sur Ordinateurs à Architecture Parallèle.

Fichant, S., Borderie, C.L., Pijaudier-Cabot, G., 1999. Isotropic and anisotropic descriptions of damage in concrete structures.

Hochreiter, S., Schmidhuber, J., 1997. Long Short-Term Memory. Neural Computation 9, 1735–1780. https://doi.org/10.1162/neco.1997.9.8.1735

Hu, C., 2014. Microstructure and mechanical properties of fly ash blended cement pastes. Construction and Building Materials 73, 618–625. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.10.009

Li, X., Gu, X., Xia, X., Madenci, E., Chen, X., Zhang, Q., 2022. Effect of water-cement ratio and size on tensile damage in hardened cement paste: Insight from peridynamic simulations. Construction and Building Materials 356, 129256. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.129256

Li, Z., Yoon, J., Zhang, R., Rajabipour, F., Srubar III, W.V., Dabo, I., Radlińska, A., 2022. Machine learning in concrete science: applications, challenges, and best practices. npj Comput Mater 8, 1–17. https://doi.org/10.1038/s41524-022-00810-x

Luković, M., Schlangen, E., Ye, G., 2015. Combined experimental and numerical study of fracture behaviour of cement paste at the microlevel. Cement and Concrete Research 73, 123–135. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.03.008

Murr, J., Alam, S.Y., Grondin, F., 2024. Micromechanics and microstructure based machine learning approach: Unveiling the role of porosity and hydrated phases on the tensile behaviour of cement pastes. Engineering Fracture Mechanics 312, 110613. https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2024.110613

Powell, M.J.D., 2007. A view of algorithms for optimization without derivatives.

Rhardane, A., Grondin, F., Alam, S.Y., 2020. Development of a micro-mechanical model for the determination of damage properties of cement pastes. Construction and Building Materials 261. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120514

Röβler, M., Odler, I., 1985. Investigations on the relationship between porosity, structure and strength of hydrated portland cement pastes I. Effect of porosity. Cement and Concrete Research 15, 320–330. https://doi.org/10.1016/0008-8846(85)90044-4

Shah, H.A., Nehdi, M.L., Khan, M.I., Akmal, U., Alabduljabbar, H., Mohamed, A., Sheraz, M., 2022. Predicting Compressive and Splitting Tensile Strengths of Silica Fume Concrete Using M5P Model Tree Algorithm. Materials 15, 5436. https://doi.org/10.3390/ma15155436

Shrestha, A., Mahmood, A., 2019. Review of Deep Learning Algorithms and Architectures. IEEE Access 7, 53040–53065. https://doi.org/10.1109/ACCESS.2019.2912200

Wang, J., Wang, Y., Chen, Y., 2022. Inverse Design of Materials by Machine Learning. Materials 15, 1811. https://doi.org/10.3390/ma15051811

Zhang, J., Wang, J., Li, W., Yuan, Q., Gao, Y., 2024. A micromechanical investigation of cement paste through a combination of the X-ray computed tomography and the phase field method. Journal of Building Engineering 84, 108449. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2024.108449

Zhang, M., He, Y., Ye, G., Lange, D.A., Breugel, K. van, 2012. Computational investigation on mass diffusivity in Portland cement paste based on X-ray computed microtomography (μCT) image. Construction and Building Materials 27, 472–481. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.07.017

Analyse Multi-échelle du Comportement Hygrothermique des Matériaux de Construction Biosourcés

Amer BAKKOUR

Université Clermont Auvergne, Clermont Auvergne INP, CNRS, Institut Pascal, Clermont-Ferrand, France

RESUME L'utilisation de matériaux biosourcés offre une solution écologique pour réduire la consommation énergétique des bâtiments. Cependant, leur adoption reste limitée par une méconnaissance et de leurs performances hygrothermiques comparées aux matériaux conventionnels. Cette étude vise à relever ces défis en analysant la performance hygrothermique des matériaux biosourcés à trois échelles : matériau, paroi et bâtiment. À l'échelle du matériau, les propriétés hygrothermiques de divers bétons et panneaux isolants biosourcés – comme ceux à base de chanvre, de lin, de bois, etc. –, sont examinées à partir de données issues de la littérature. Ces matériaux présentent d'excellentes performances thermiques, avec une conductivité thermique de 0,07 à 0,22 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ pour les bétons et de 0,04 à 0,07 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ pour les panneaux. Parmi ces matériaux, le béton de bois a été sélectionné pour une analyse approfondie aux échelles de la paroi et du bâtiment. À l'échelle de la paroi, une modélisation numérique compare les performances hygrothermiques de murs en béton de bois et en béton C12/15 sous climats tempéré (La Rochelle, France) et désertique chaud (Le Caire, Égypte). Le béton de bois réduit la température au centre du mur jusqu'à 1,5 °C (La Rochelle) et 1,8 °C (Le Caire). À l'échelle du bâtiment, deux configurations sont analysées : (1) murs non isolés de même épaisseur, et (2) résistances thermiques équivalentes via isolation ajoutée au béton C12/15. Dans la première configuration, le béton de bois affiche une meilleure performance que le béton C12/15 non isolé. Cependant, le béton C12/15 isolé, bénéficiant d'une masse thermique plus élevée, affiche une performance supérieure.

Mots-clefs Construction durable, Matériaux biosourcés, Efficacité énergétique

I. INTRODUCTION

La croissance de la consommation mondiale d'énergie a accéléré pour atteindre 2,2 % en 2023, un rythme significativement plus rapide que la croissance annuelle moyenne de 1,5 % enregistrée entre 2010 et 2019 (World Energy Consumption Statistics, 2024). Une part importante de cette énergie, environ 34 %, a été consacrée à assurer le confort thermique, selon le Programme des Nations Unies pour l'environnement (United Nations Environment Programme, 2024). Dans ce contexte, le secteur de la construction se distingue comme un contributeur majeur à la consommation énergétique et à la pollution. Pour répondre à ces problématiques, des efforts considérables sont en cours pour réduire les besoins énergétiques des bâtiments, améliorer la qualité de l'air intérieur et minimiser leur impact environnemental.

Les matériaux biosourcés offrent de nombreux avantages durables, notamment leur caractère renouvelable, recyclable et biodégradable, ce qui en fait un élément clé des pratiques de construction respectueuses de l'environnement. Selon leur formulation, ils peuvent être utilisés comme panneaux isolants thermiques ou intégrés dans des compositions de béton. Le secteur de la construction a vu émerger des matériaux composites innovants associant fibres et/ou granulats végétaux, tels que le béton de chanvre (Bardouh et al., 2024), la paille (Tlaiji et al., 2022), le béton de bois (Bakkour et al., 2023), etc.

Les solutions qui intègrent des concepts inspirés de la nature dans la conception urbaine, jouent un rôle central dans ces avancées. Parmi les approches clés figurent les toitures végétalisées (Ouldboukhitine et al., 2024), qui offrent une isolation naturelle et réduisent l'effet d'îlot de chaleur urbain ; les systèmes de végétalisation verticale, comme les murs végétaux (Bustami et al., 2018), qui améliorent la régulation thermique et l'esthétique ; et les matériaux de construction biosourcés, reconnus pour leur faible énergie grise, leurs excellentes propriétés isolantes et leur bonne capacité à réguler l'humidité (Bakkour et al., 2024).

Cet article propose une analyse multi-échelle des propriétés hygrothermiques des matériaux à base végétale. À l'échelle du matériau, la conductivité thermique et la valeur de tampon hydrique (MBV) de divers bétons et panneaux isolants biosourcés sont examinées à partir de données issues de la littérature. Parmi ces matériaux, le béton de bois est sélectionné pour une analyse approfondie aux échelles de la paroi et du bâtiment. À l'échelle de la paroi, une modélisation numérique compare le comportement hygrothermique de deux murs d'épaisseur identique (30 cm) : l'un en béton de bois et l'autre en béton conventionnel C12/15. Ces murs sont soumis à des conditions climatiques variées, avec des conditions intérieures définies en fonction de l'usage du bâtiment. À l'échelle du bâtiment, la modélisation numérique est étendue pour évaluer la performance énergétique d'un bâtiment en béton de bois par rapport à un bâtiment conventionnel, en se concentrant sur la consommation d'énergie pour le chauffage et le refroidissement. Cette approche multi-échelle vise à soutenir l'intégration pratique des matériaux biosourcés dans la construction durable et à promouvoir l'adoption de pratiques de construction écologiques.

II. MATERIAUX COMPOSITES BIOSOURCES

Les granulats et fibres d'origine végétale sont largement utilisés dans la construction sous diverses formes, telles que des panneaux d'isolation thermique fabriqués à partir de fibres ou de granulats végétaux, ainsi que des charges ou des matériaux de renforcement dans les structures en béton.

En effet, les panneaux biosourcés ont émergé comme une alternative durable aux composites inorganiques et synthétiques dans les applications d'isolation thermique. Ils peuvent être produits à l'aide de liants naturels ou synthétiques, ou alternativement, être formés sans aucun liant par une technique de pressage à chaud. D'autre part, les bétons biosourcés sont constitués d'une combinaison de particules ou de fibres végétales et d'un liant. Ils peuvent être classés selon le type de charge incorporée. Dans la première catégorie, les granulats végétaux constituent une partie ou la totalité du volume en vrac du béton. Dans la seconde catégorie, les fibres végétales sont introduites comme renfort pour améliorer les performances mécaniques des bétons.

A. Conductivité thermique

La littérature souligne une relation claire entre la conductivité thermique et la densité des divers matériaux composites, comme l'illustre dans la FIGURE 1 (extrait de notre article publié, Bakkour et al., 2024). Cette relation est particulièrement observable pour les panneaux d'isolation biosourcés et les bétons végétaux.

Pour les panneaux d'isolation biosourcés, des facteurs tels que la pression de compression appliquée pendant la fabrication et la teneur en liant influencent considérablement la conductivité thermique. Les panneaux ayant des densités plus élevées présentent généralement une efficacité d'isolation réduite, en raison de la diminution du nombre de vides remplis d'air causée par la compression. Les valeurs de conductivité thermique des panneaux végétaux (0,04 à 0,07 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$) satisfont aux critères de la norme française NF P75-101, qui qualifie un matériau d'isolant pour une conductivité thermique inférieure à 0,065 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$. Cette caractérisation se limite aux propriétés intrinsèques des matériaux, indépendamment de leur épaisseur ou de leur configuration dans un bâtiment.

De même, pour les bétons biosourcés, la conductivité thermique augmente avec la densité, principalement en raison de la densification de leur structure poreuse. Cette densification réduit leurs propriétés isolantes, reflétant une relation croissante entre la densité sèche et la conductivité thermique. Bien que cette relation puisse être approximativement linéaire dans certaines plages de densité, elle est généralement plus complexe et dépend fortement de la microstructure poreuse du matériau ainsi que de la proportion d'air emprisonné.

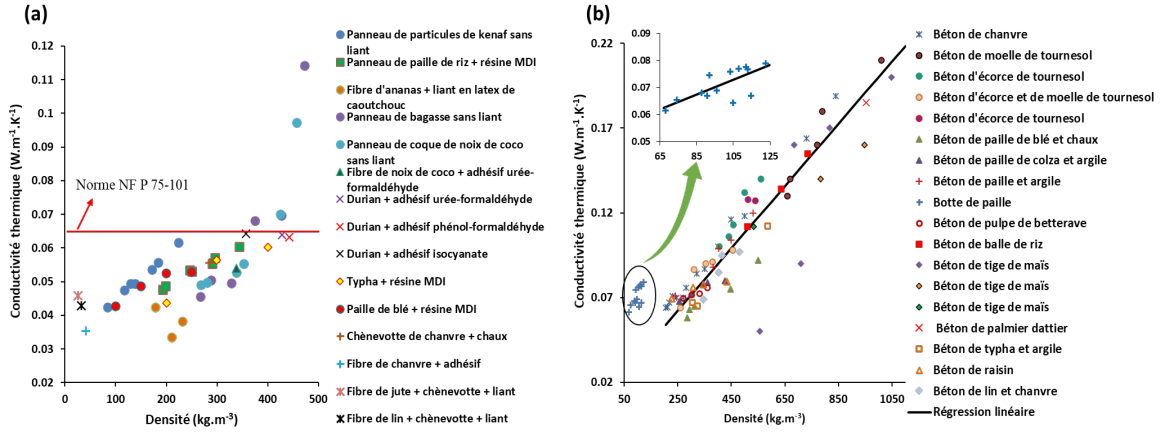


FIGURE 1. Conductivité thermique de divers composites à base végétale en fonction de la densité sèche : (a) panneaux d'isolation et (b) bétons (Bakkour et al., 2024)

De plus, la température joue un rôle important dans l'impact sur les propriétés d'isolation thermique des composites biosourcés, entraînant souvent une réduction de leur performance globale (Bakkour et al., 2024). En outre, les matériaux bruts d'origine végétale sont naturellement sensibles à l'humidité ambiante. Cette sensibilité entraîne des fluctuations dans la teneur en humidité des matériaux, ce qui augmente leur conductivité thermique en remplaçant les vides d'air isolants par de l'humidité, réduisant ainsi leur efficacité en tant qu'isolants thermiques.

B. Valeur de tampon hydrique (MBV)

Les données issues de la littérature présentées dans la FIGURE 2, extraites de l'article de synthèse sur les matériaux biosourcés (Bakkour et al., 2024), sont basées sur les protocoles de mesure de la norme NORDTEST (Rode et al., 2005). Ces données indiquent que les bétons végétaux présentent des valeurs de tampon hydrique (MBV) supérieures à 2 g/(m²·%HR), ce qui les classe parmi les excellents régulateurs hydriques. En revanche, les bétons conventionnels présentent des valeurs de MBV beaucoup plus faibles, telles que 0,35 g/(m²·%HR) pour le béton ordinaire et 0,96 g/(m²·%HR) pour le béton cellulaire, les classant ainsi comme des régulateurs d'humidité négligeables.

En effet, le MBV représente la capacité d'un matériau à absorber ou à libérer de l'humidité lorsqu'il est exposé à des fluctuations d'humidité relative. Un MBV plus élevé signifie une meilleure capacité à modérer les oscillations de l'humidité relative de l'air intérieur, ce qui rend les bétons végétaux particulièrement efficaces pour stabiliser le taux d'humidité.

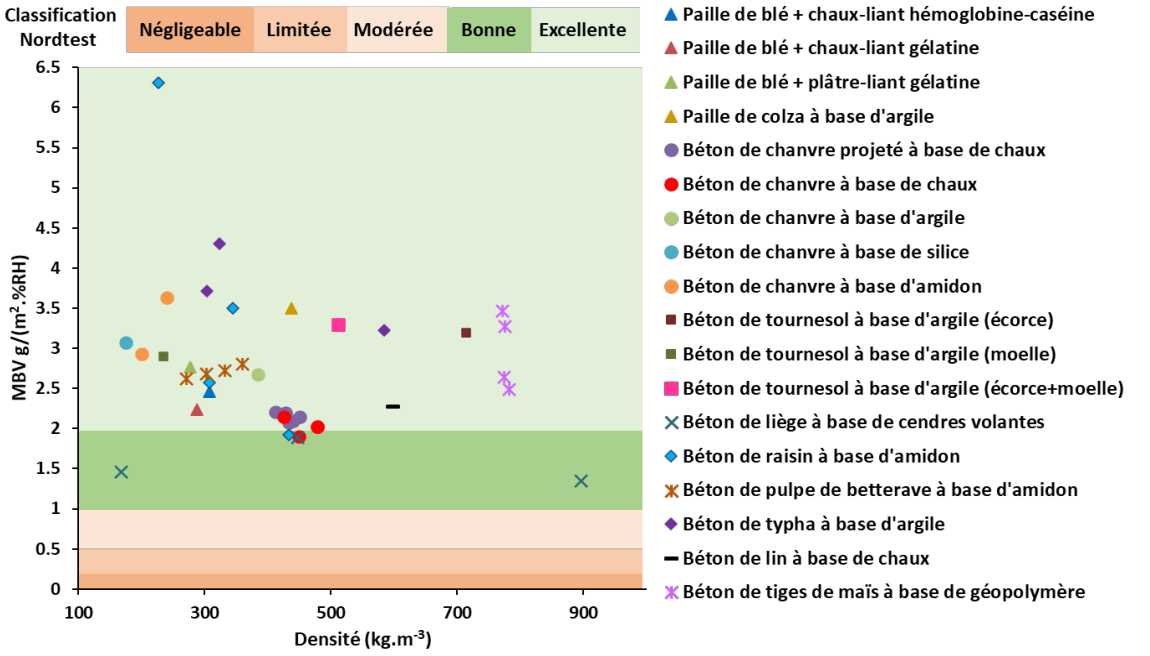


FIGURE 2. Valeurs MBV des différents bétons végétaux (Bakkour et al., 2024)

Les données issues de la littérature mettent en évidence l'excellente capacité d'isolation thermique des matériaux biosourcés ainsi que leur efficacité en tant que régulateurs de l'humidité. Ces propriétés font d'eux des solutions écologiques particulièrement adaptées aux applications dans le secteur du bâtiment, avec un potentiel notable pour améliorer la performance énergétique des bâtiments. Parmi ces matériaux, le béton de bois est choisi pour une analyse approfondie dans les sections suivantes, où son comportement sera étudié aux échelles de la paroi et du bâtiment. Ce choix est justifié par le manque de documentation sur ce matériau dans la littérature, ce qui rend pertinente une comparaison de ses performances avec celles des matériaux conventionnels.

III. MURS BIOSOURCES : ÉTUDE DE CAS SUR LES COMPOSITES BOIS-CIMENT

Cette section a pour objectif de comparer numériquement la performance thermique d'un mur en béton de bois à celle d'un mur conventionnel en C12/15, sous différentes conditions climatiques.

Le béton de bois étudié ici est un composite biosourcé composé d'agrégats de bois provenant d'exploitants forestiers français labellisés PEFC (Programme de reconnaissance des certifications forestières) associés à un liant cimentaire (CEM I 42.5R). Pour améliorer l'adhérence entre les agrégats de bois et la matrice cimentaire, les agrégats ont été préalablement imprégnés avec le même type de liant cimentaire. Ce traitement préliminaire renforce la liaison au sein du composite, garantissant de meilleures performances mécaniques. La FIGURE 3 présente les spécimens de béton de bois sous différentes formes.

FIGURE 3. Les bétons de bois préparés sous deux formes géométriques : cubique et parallélépipédique

Le modèle réduit de transfert de chaleur, d'air et d'humidité (R-HAM) est utilisé pour prédire les performances hygrothermiques des murs. Contrairement aux modèles trouvés dans la littérature, qui comportent souvent un grand nombre de paramètres difficiles à identifier, ce modèle simplifié se distingue par un nombre réduit de paramètres d'entrée. Cette simplification a été rendue possible grâce à une analyse de sensibilité paramétrique réalisée par Benkhaled et al. (2022). Cette analyse visait à établir des corrélations entre les propriétés hygrothermiques des composites biosourcés et les principaux potentiels de transfert : température T, pression de vapeur P_v, et pression totale P. À travers cette approche, les paramètres les plus critiques ont été identifiés : conductivité thermique λ, chaleur spécifique C_p, capacité de stockage d'eau C_m, et perméabilité à la vapeur d'eau K_m. Les paramètres ayant un impact négligeable sur le comportement hygrothermique ont été exclus. Cette méthodologie permet ainsi de réduire les incertitudes liées aux données d'entrée, un défi souvent rencontré avec les matériaux biosourcés dans les modèles standards.

Le modèle R-HAM a par ailleurs été validé expérimentalement pour plusieurs matériaux biosourcés, notamment le béton de chanvre (Benkhaled et al., 2022), les composites à base de paille (Bakkour et al., 2025a) et le béton de bois (Bakkour et al., 2023), confirmant sa précision dans des contextes hygrothermiques variés. Le modèle R-HAM est exprimé comme suit :

$$C_p \rho_s \frac{\partial T}{\partial t} = div[\lambda \nabla T] + L_v \rho_s C_m \frac{\partial P_v}{\partial t} \quad (1)$$

$$\rho_s C_m \frac{\partial P_v}{\partial t} = div[K_m \nabla P_v] \quad (2)$$

où ρ_s [kg·m^{-3}] représente la densité, C_p [J·kg^{-1}·K^{-1}] la capacité calorifique spécifique, λ [W·m^{-1}·K^{-1}] la conductivité thermique, L_v = 2,5×10^6 [J·kg^{-1}] la chaleur latente, $C_m = (\frac{\partial \omega}{\partial \varphi})(\frac{1}{P_{vsat}})$ [kg·kg^{-1}·Pa^{-1}] la capacité de stockage d'humidité, φ [%] l'humidité relative, ω [kg·kg^{-1}] la teneur en eau du matériau, et K_m [kg·m^{-1}·s^{-1}·Pa^{-1}] la perméabilité totale à l'humidité.

Ce modèle a été discrétisé à l'aide de la méthode des éléments finis et implémenté dans MATLAB, comme expliqué en détail dans Bakkour et al. (2025a). Cette approche « white box » offre une transparence totale des équations et des paramètres, contrairement aux outils commerciaux tels que WUFI ou Delphin, qui fonctionnent comme des « boîtes noires » avec des équations et des paramètres souvent surspécifiés.

Les propriétés du béton C12/15 sont extraites de la base de données du logiciel WUFI, tandis que celles du béton de bois sont issues de notre étude numérique et expérimentale (Bakkour et al., 2025b). Les propriétés physiques et hygrothermiques des matériaux utilisés dans cette étude sont résumées dans le tableau 1.

TABLEAU 1. Propriétés physiques et hygrothermiques du béton C12/15 et du béton de bois

Matériaux étudiés	ρ_s [kg·m^{-3}]	λ [W·m^{-1}·K^{-1}]	C_p [J·kg^{-1}·K^{-1}]	μ [-]	C_m (la valeur moyenne) [kg·kg^{-1}·Pa^{-1}]
Béton C12/15	2200	1,6	850	92	-
Béton de bois	612	0,14	1007	10	2,5 × 10^{-6}

Pour une comparaison équitable à l'échelle de la paroi, les deux murs ont été conçus avec une épaisseur identique de 30 cm, correspondant à des dimensions couramment utilisées dans les constructions modernes. Ce choix permet de se concentrer sur les propriétés intrinsèques des matériaux biosourcés et conventionnels, sans introduire de complexité géométrique. Une comparaison basée sur une résistance thermique (R_{th}) identique aurait nécessité l'utilisation d'épaisseurs irréalistes pour certains matériaux ou l'ajout d'isolants supplémentaires. Par conséquent, l'objectif principal reste de mettre en avant les propriétés intrinsèques des matériaux biosourcés par rapport aux matériaux conventionnels, en utilisant une épaisseur fixe qui reflète les pratiques constructives standardisées.

Les deux murs sont exposés à des conditions limites représentant les environnements atmosphériques typiques de deux climats : le climat désertique chaud (Le Caire, Égypte) et le climat tempéré (La Rochelle, France). Cette approche garantit que l'analyse prenne en compte l'influence des diverses conditions climatiques sur les performances des murs. Les données climatiques extérieures sont issues de fichiers météorologiques réels, retirés du projet 'Building Simulation Climate Data' ("Climate data for cities worldwide," n.d.) pour le Caire et du fichier TRNSYS pour La Rochelle. En outre, les valeurs de température et d'humidité relative de l'air intérieur sont définies en fonction de l'utilisation prévue du bâtiment, afin de simuler des conditions environnementales intérieures réalistes pour l'évaluation du comportement thermique et hygrothermique des murs.

Les conditions aux limites pour le flux de chaleur (q) et le flux massique (g) à la surface sont décrits par les équations suivantes :

$$q = h(T_{air} - T_{surface}) \quad (3)$$

$$g = h_m(P_{v,air} - P_{v,surface}) \quad (4)$$

où : h [W.m^{-2}.K^{-1}] représente le coefficient de transfert de chaleur convectif et h_m [kg.m^{-2}.s^{-1}.Pa^{-1}] représente le coefficient de transfert massique convectif. Les valeurs constantes de h ont été adoptées 25 W·m^{-2}·K^{-1} pour les conditions extérieures et 8 W·m^{-2}·K^{-1} pour les conditions intérieures. Ces valeurs sont conformes aux recommandations de la norme internationale NF EN ISO 6946 (2017), utilisée pour le calcul du coefficient de transmission thermique (U) des composants de construction.

Pour mettre en évidence le rôle important du mur en béton de bois dans le maintien du confort thermique, notamment pendant une période chaude, une simulation sur une période d'une semaine a été réalisée pour chaque climat étudié. L'analyse se focalise ensuite sur une fenêtre de 36 heures située au milieu de cette période de simulation : du 15 au 16 avril pour le Caire et du 21 au 22 juillet pour La Rochelle. Cette approche garantit que les effets des conditions initiales sont minimisés, car le système atteint un régime quasi-stable avant le début de la fenêtre d'analyse. Ces périodes ont été sélectionnées en raison des températures extérieures élevées typiques de ces saisons, qui constituent un facteur déterminant pour évaluer les performances thermiques des matériaux. Les pics de température extérieure représentent des conditions extrêmes qui mettent en lumière la capacité des matériaux à atténuer les transferts de chaleur et à maintenir un environnement intérieur stable.

Bien que les apports solaires puissent influencer les transferts de chaleur, leur impact dépend fortement de paramètres spécifiques tels que l'orientation des façades, les propriétés radiatives de surface (albédo) et les systèmes d'ombrage. Ces variables ne sont pas prises en compte dans cette analyse simplifiée, car notre objectif est de comparer directement les capacités intrinsèques des matériaux à résister aux températures élevées. Cette approche garantit une évaluation équitable des performances thermiques des murs sous des conditions climatiques extrêmes, en se concentrant sur l'impact des températures extérieures comme indicateur principal.

De plus, bien que les deux murs (béton de bois et béton C12/15) aient été soumis à des conditions environnementales intérieures et extérieures strictement identiques, les températures et humidités des surfaces intérieure et extérieure des murs restent influencées par ces conditions. Par conséquent, l'analyse des performances thermiques au niveau des surfaces ne permet pas de garantir une comparaison équitable des propriétés intrinsèques des matériaux. Pour minimiser cet effet, l'évaluation des performances thermiques a été réalisée au centre du mur, situé à une profondeur de 15 cm. Cette position neutre permet de mieux mettre en évidence les effets de l'inertie thermique et de la capacité d'atténuation des matériaux, fournissant une représentation précise et objective du comportement thermique global du matériau.

La FIGURE 4 montre les variations de température et d'humidité au centre des murs en béton de bois et en béton conventionnel (C12/15) pour deux climats : La Rochelle et Le Caire.

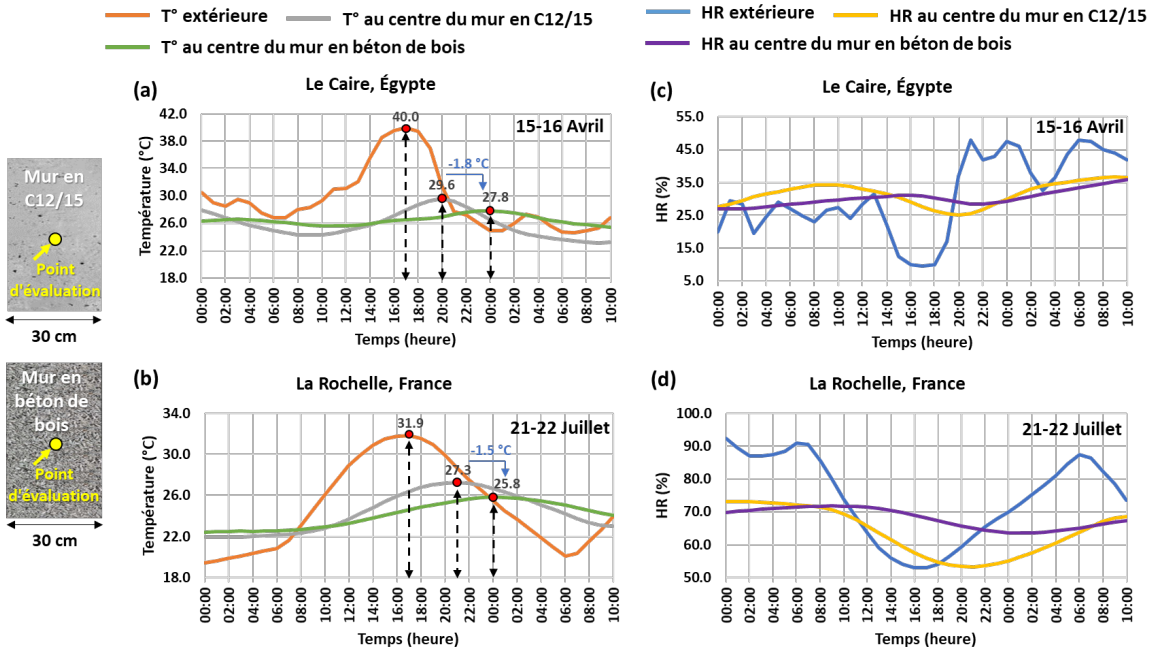


FIGURE 4. Variations de température (a, b) et d'humidité (c, d) au centre des murs en béton de bois et béton conventionnel (C12/15) pour deux climats : La Rochelle et Le Caire

La réponse thermique du mur en béton C12/15 diffère significativement de celle du mur en béton de bois. Ce dernier offre une performance supérieure en retardant et en atténuant le transfert de chaleur, permettant une réduction supplémentaire de la température au centre du mur de jusqu'à 1,5 °C dans le climat tempéré (La Rochelle, France) et de 1,8 °C dans le climat désertique chaud (Le Caire, Égypte), par rapport au mur conventionnel en béton C12/15. Dans tous les cas, les températures internes du mur en béton C12/15 sont plus élevées et atteignent leur maximum plus rapidement que celles du mur biosourcé. De plus, les pics de température au centre du mur se produisent lorsque les températures extérieures commencent à diminuer, notamment durant la nuit. Cette particularité est attribuée à la faible conductivité thermique du mur en béton de bois, qui limite efficacement le transfert de chaleur.

Par ailleurs, une analyse supplémentaire sur l'humidité au centre des murs met en évidence la supériorité du béton de bois en termes de régulation hydrique par rapport au béton conventionnel C12/15. Comme le montre la FIGURE 4, les variations d'humidité dans le béton de bois sont nettement moins marquées et mieux contrôlées, en particulier dans un climat tempéré. Par exemple, lorsque l'humidité relative extérieure chute brutalement de 90 % à 50 %, l'humidité relative au centre du mur en béton C12/15 diminue de manière significative, passant de 70 % à 50 %. En revanche, le béton de bois conserve un taux d'humidité relativement stable, oscillant entre 70 % et 65 % dans les mêmes conditions. Cette stabilité est attribuée à la capacité de stockage d'eau élevée du béton de bois (C_m = 2,5 × 10^{-6} kg·kg^{-1}·Pa^{-1} en moyenne), qui joue un rôle clé dans sa régulation hygrométrique. Ce matériau absorbe et libère progressivement l'humidité en fonction des fluctuations environnementales, atténuant ainsi les variations brutales d'humidité.

IV. BATIMENTS BIOSOURCES : APPLICATION DU BETON DE BOIS

L'objectif de cette étude de cas est d'évaluer l'influence des matériaux biosourcés sur la performance énergétique des bâtiments. Pour cela, deux analyses comparatives sont menées entre un bâtiment construit en béton de bois et un autre en béton conventionnel C12/15.

La première comparaison vise à examiner l'impact direct du remplacement d'un béton non isolé par un béton biosourcé, en maintenant une épaisseur identique des murs extérieurs. Les deux bâtiments ont ainsi des murs extérieurs de 30 cm d'épaisseur et des murs de séparation intérieurs de 20 cm. Les planchers bas et hauts du bâtiment en béton de bois sont également d'une épaisseur de 30 cm, avec un coefficient de transmission thermique U = 0,448 W/m²K. En comparaison, le bâtiment en béton C12/15 présente des planchers de 26 cm, isolés par une couche de polystyrène expansé (EPS) de 9,5 cm afin d'assurer une performance thermique équivalente.

Une seconde analyse est menée à l'échelle du bâtiment en imposant une résistance thermique équivalente entre les deux cas. Dans ce scénario, tous les murs extérieurs, ainsi que les planchers bas et hauts, sont constitués d'une structure en béton C12/15 de 26 cm, associée à une isolation EPS de 9,5 cm. Cette configuration permet d'atteindre la même résistance thermique que celle du béton de bois de 30 cm.

L'étude porte sur un bâtiment de plain-pied comprenant deux chambres, une salle de bains et un salon, comme illustré dans la FIGURE 5. Les fenêtres présentent un coefficient de transmission thermique U = 1,1 W/m2K et un facteur solaire (g-glazing) de 62 %. Aucune source de chaleur interne (équipements, occupants, éclairage) n'est prise en compte dans les simulations, afin d'isoler l'effet de l'enveloppe sur la performance énergétique. Ainsi, le profil d'utilisation considéré suppose un bâtiment inoccupé.

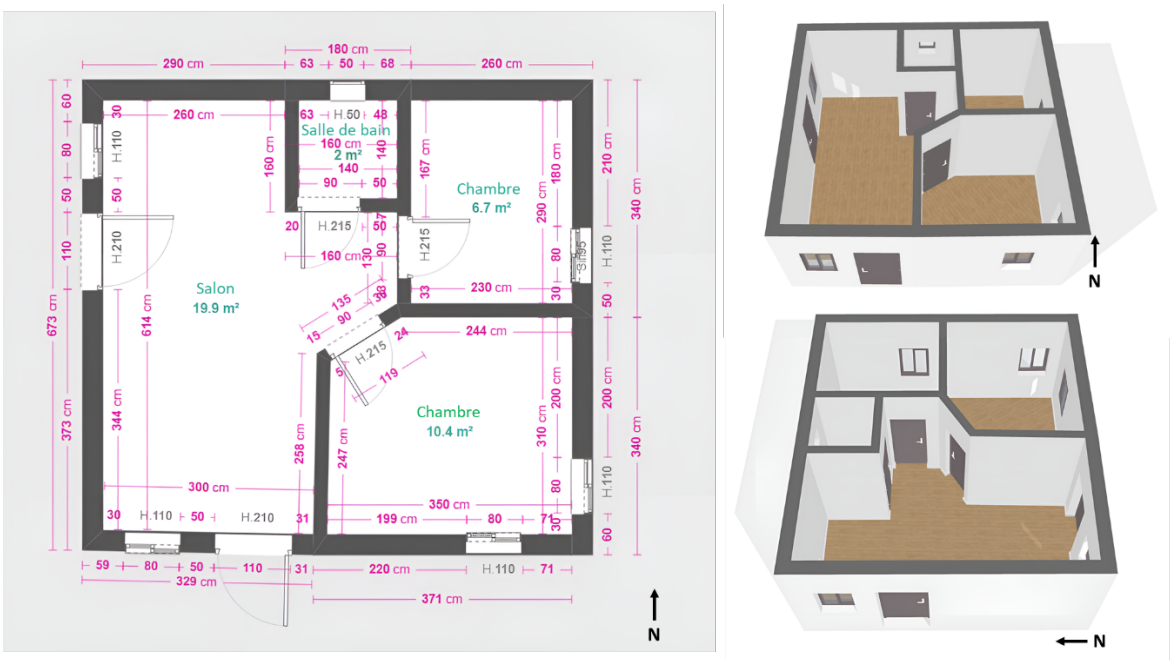


FIGURE 5. Plan 2D et modèle 3D du bâtiment de l'étude de cas

Dans cette étude de cas, la température intérieure est maintenue à 18 °C pendant la période de chauffage et à 26 °C pendant la période de refroidissement, avec une humidité relative contrôlée entre 40 % et 60 %. Aucune génération interne de chaleur ou d'humidité n'est prise en compte, tandis que le débit de renouvellement d'air a été ajusté pour refléter des conditions plus réalistes. Le débit total est fixé à 135 m^3/h, réparti comme suit : 25 m^3/h pour chaque chambre, 15 m^3/h pour la salle de bains, et 70 m^3/h pour le salon. Cette approche garantit une simulation mieux alignée avec les besoins réels de ventilation dans ce type de logement. L'étude se concentre sur deux climats distincts : le climat océanique tempéré de La Rochelle, France, et le climat désertique chaud du Caire, Égypte. Les simulations sont réalisées sur une période d'un an, avec un pas de temps d'une heure.

Le logiciel TRNSYS est utilisé pour effectuer la simulation. Pour prédire avec précision le comportement hygrothermique de l'enveloppe du bâtiment en béton de bois, le modèle réduit de transfert de chaleur, d'air et d'humidité (R-HAM) décrit dans les équations (1) et (2) est adopté. Le modèle est discrétisé à l'aide de la méthode des éléments finis, implémentée dans MATLAB, et intégré dans TRNSYS via le module Type 155, qui facilite l'échange de données entre ces deux logiciels, comme illustré sur la FIGURE 6.

À chaque pas de temps, TRNSYS détermine les conditions aux limites des faces internes et externes du mur. Ces données sont ensuite transmises à MATLAB afin de résoudre le modèle HAM. Dans ce processus, les températures des surfaces intérieure et extérieure (T_{si} et T_{se}), ainsi que les pressions partielles de vapeur (P_{vi} et P_{ve}), sont utilisées comme conditions aux limites pour les murs hygroscopiques.

Le flux de chaleur conductif, évalué à l'aide de TRNSYS, regroupe plusieurs composantes essentielles. Il inclut le flux convectif entre la surface intérieure du mur et la zone (Q_c), le flux radiatif du mur vers la zone (Q_r), une contribution énergétique spécifiée par l'utilisateur appliquée à la surface intérieure du mur ($Q_{utilisateur}$), ainsi que les apports de chaleur radiative (S). Ces apports radiatifs correspondent au rayonnement solaire traversant les fenêtres et absorbé par le mur, ainsi qu'aux gains thermiques internes (rayonnement à ondes longues) produits par des sources telles que les occupants ou les équipements.

En outre, un flux de chaleur supplémentaire, positif ou négatif, est introduit pour représenter la dissipation de la chaleur latente à l'intérieur du mur. Ce flux est déterminé par le modèle R-HAM couplé à TRNSYS, ajusté au début de chaque pas de temps, et défini conformément à l'équation 5.

$$Q_{utilisateur} = Q_{HAM} - (Q_c + Q_r + S) \quad (5)$$

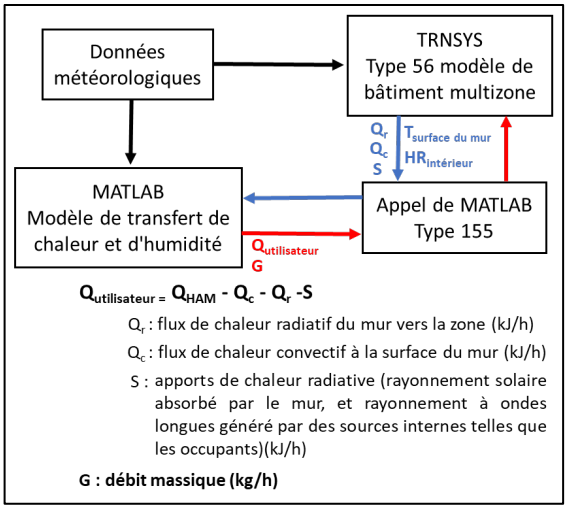


FIGURE 6. Co-simulation entre MATLAB et TRNSYS

La FIGURE 7 montre la consommation énergétique du bâtiment de l'étude de cas pour les différents murs dans chaque climat considéré. Ces résultats montrent une variation de la consommation en fonction du matériau et du climat considéré.

Dans le climat tempéré de La Rochelle, le béton de bois démontre une efficacité énergétique notable pour réduire les besoins en énergie, en raison de sa faible conductivité thermique (0,14 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$). La demande énergétique totale pour le bâtiment doté de murs en béton de bois est de 351,2 kWh/m², nettement inférieure à celle de 986,7 kWh/m² enregistrée pour le bâtiment en béton C12/15 non isolé. Cela met en évidence les propriétés d'isolation supérieures du béton de bois dans un climat où les besoins en chauffage sont prédominants. Ce matériau limite les transferts thermiques, ce qui réduit la pénétration des flux de chaleur et, par conséquent, la demande énergétique. Cependant, lorsque le bâtiment en béton C12/15 est isolé par une couche de 9,5 cm de polystyrène expansé (EPS), de manière à atteindre une résistance thermique globale équivalente à celle du béton de bois, il présente de meilleures performances. Cette amélioration s'explique par la forte masse thermique du béton C12/15, qui lui permet de stocker la chaleur le jour et de la restituer la nuit, réduisant ainsi les besoins de chauffage.

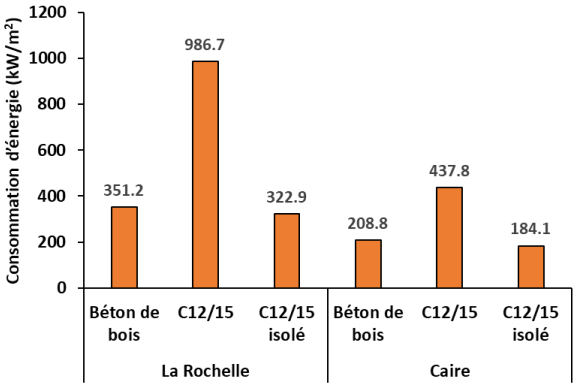


FIGURE 7. Comparaison des besoins énergétiques (climatisation + chauffage) entre les bâtiments en béton de bois et de référence

Dans le climat chaud du Caire, où la climatisation représente la majeure partie de la consommation énergétique, le béton de bois se révèle également avantageux. Ses excellentes propriétés d'isolation limitent les gains de chaleur, ce qui permet de réduire la demande énergétique à 208,8 kWh/m², contre 437,8 kWh/m² pour le bâtiment en béton C12/15 non isolé. Bien que la masse thermique du béton C12/15 puisse absorber une partie de la chaleur, sa conductivité thermique élevée (1,6 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$) favorise la pénétration des flux thermiques, entraînant une hausse des besoins de refroidissement pendant les périodes de forte chaleur. Toutefois, lorsque le bâtiment en béton C12/15 est isolé, il offre de meilleures performances que le béton de bois, avec une demande énergétique réduite à 184,1 kWh/m². En dépit d'une résistance thermique équivalente, la forte densité (2200 kg/m³) et l'inertie thermique du béton C12/15 permettent de lisser les variations de température, assurant un confort intérieur accru avec une consommation énergétique minimale.

En résumé, le béton de bois présente une performance énergétique avantageuse dans le cas de bâtiments non isolés, grâce à sa faible conductivité thermique qui limite les transferts de chaleur. Toutefois, lorsque le bâtiment en béton C12/15 est isolé de manière à atteindre une résistance thermique globale équivalente à celle du béton de bois, le béton C12/15 isolé surpasse le béton de bois, notamment en raison de sa masse thermique élevée, qui lui permet de réguler les variations de température intérieure dans les deux climats.

V. CONCLUSION

Les matériaux biosourcés représentent une solution durable pour améliorer l'efficacité énergétique des bâtiments tout en répondant aux exigences environnementales. Ils présentent de nombreux avantages écologiques, tels que la séquestration du carbone, la disponibilité locale, la renouvelabilité et la biodégradabilité. Cependant, leur adoption à grande échelle est freinée en raison d'une connaissance encore limitée de leurs propriétés intrinsèques et une compréhension insuffisante de leurs performances hygrothermiques par rapport aux matériaux de construction conventionnels.

Cette étude a examiné les propriétés hygrothermiques des matériaux biosourcés à plusieurs échelles : matériaux composites, murs et bâtiments. À l'échelle des matériaux composites, les propriétés hygrothermiques des bétons biosourcés et des panneaux d'isolation ont été examinées à partir de données issues de la littérature. Les résultats indiquent leur excellente capacité d'isolation thermique et leur efficacité à agir en tant que régulateurs hydriques, les qualifiant ainsi de solutions écologiques pour les applications dans la construction.

À l'échelle des murs, l'étude a montré que l'intégration de béton de bois dans les enveloppes des bâtiments réduit efficacement l'impact des fluctuations climatiques externes. Une étude de cas comparant des murs en béton de bois à des murs conventionnels en C12/15 a démontré que les matériaux biosourcés offrent une performance d'isolation thermique supérieure. Sous des conditions intérieures et extérieures strictement identiques, le béton de bois réduit la température au centre du mur de manière significative : jusqu'à 1,5 °C dans un climat tempéré (La Rochelle, France) et 1,8 °C dans un climat désertique chaud (Le Caire, Égypte), par rapport au béton C12/15.

À l'échelle du bâtiment, une étude numérique a analysé la performance énergétique de bâtiments avec des murs en béton de bois et en béton conventionnel C12/15 sous deux climats distincts :

tempéré (La Rochelle, France) et désert chaud (Le Caire, Égypte). L'analyse a été réalisée selon deux configurations comparatives. Dans la première configuration, les bâtiments ont été comparés avec des murs d'épaisseur identique de 30 cm. Les résultats montrent que le béton de bois, grâce à sa faible conductivité thermique (0,14 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$), offre des performances énergétiques supérieures par rapport au béton conventionnel non isolé. À La Rochelle, le bâtiment en béton de bois affiche une demande énergétique totale de 351,2 kWh/m², contre 986,7 kWh/m² pour le bâtiment en béton C12/15 non isolé. Dans le climat chaud du Caire, le béton de bois limite efficacement les gains de chaleur, réduisant la consommation énergétique à 208,8 kWh/m², comparé à 437,8 kWh/m² pour le bâtiment en béton C12/15 non isolé. Dans une seconde configuration, où une isolation supplémentaire en polystyrène expansé (EPS) est ajoutée au bâtiment en béton C12/15 pour égaliser les résistances thermiques des parois, le bâtiment conventionnel bénéficie d'une capacité thermique plus élevée. Cette caractéristique lui permet de mieux absorber et diffuser la chaleur, améliorant ainsi ses performances énergétiques globales.

En perspective, il serait pertinent d'étudier l'influence des matériaux biosourcés à l'échelle micro-urbaine pour atténuer l'îlot de chaleur urbain (ICU). Les bâtiments biosourcés, grâce à leurs propriétés hygrothermiques (faible conductivité thermique et régulation de l'humidité), pourraient réduire l'absorption et la rétention de chaleur, contribuant ainsi à rafraîchir les environnements urbains. Une étude combinant simulations numériques et analyses de terrain permettrait d'évaluer leur impact sur les températures locales, le confort thermique et la durabilité urbaine. Cette approche ouvrirait de nouvelles voies pour des villes plus résilientes et écologiques.

REFERENCES

Bakkour, A., Ouldboukhitine, S.-E., Biwole, P., Amziane, S., 2025a. Modeling heat and moisture transfer in bio-based wall structures using the finite element method: Application to straw walls in varied climatic conditions. *Journal of Building Engineering*, 104, 112263. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2025.112263

Bakkour, A., Ouldboukhitine, S.-E., Biwole, P., Amziane, S., 2025b. Hygrothermal performance of wood-cement walls across various climate conditions. *Materials and Structures*, 58, 41. https://doi.org/10.1617/s11527-024-02560-2

Bakkour, A., Ouldboukhitine, S.-E., Biwole, P., Amziane, S., 2024. A review of multi-scale hygrothermal characteristics of plant-based building materials. *Construction and Building Materials*, 412, 134850. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.134850

Bakkour, A., Ouldboukhitine, S.-E., Biwole, P., Godi, G., Amziane, S., 2023. Experimental and Numerical Investigation of Hygrothermal Transfer through Bio-Based Materials: An Application to Wood–Cement Walls. *Buildings*, 13, 2986. https://doi.org/10.3390/buildings13122986

Bardouh, R., Homoro, O., Reboul, N., Saidi, M., Amziane, S., 2024. Enhancing bio-based concrete mechanical properties: a novel approach with composite sandwiches and confined cylinders. *Materials and Structures*, 57, 139. https://doi.org/10.1617/s11527-024-02400-3

Benkhaled, M., Ouldboukhitine, S.-E., Bakkour, A., Amziane, S., 2022. Sensitivity analysis of the parameters for assessing a hygrothermal transfer model HAM in bio-based hemp concrete material. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 132, 105884. https://doi.org/10.1016/j.icheatmasstransfer.2022.105884

Bustami, R.A., Belusko, M., Ward, J., Beecham, S., 2018. Vertical greenery systems: A systematic review of research trends. *Building and Environment*, 146, 226–237. https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2018.09.045

Climate data for cities worldwide, n.d. URL https://en.climate-data.org/

Ouldboukhitine, S.-E., Bakkour, A., Amziane, S., Belarbi, R., 2024. A comparative study of energy performance of Green, White, and gravel roofs in a temperate climate through In-Situ measurement and dynamic simulation. *Energy and Buildings*, 320, 114630. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2024.114630

Rode, C., Peuhkuri, R.H., Hansen, K.K., Time, B., Svennberg, K., Arfvidsson, J., Ojanen, T., 2005. NORDTEST Project on Moisture Buffer Value of Materials. AIVC 26th conference 'Energy performance regulation': Ventilation in relation to the energy performance of buildings, INIVE eeig 47–52.

Tlaiji, G., Ouldboukhitine, S., Pennec, F., Biwole, P., 2022. Thermal and mechanical behavior of straw-based construction: A review. *Construction and Building Materials*, 316, 125915. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125915

United Nations Environment Programme, 2024. Global Status Report for Buildings and Construction: Beyond foundations - Mainstreaming sustainable solutions to cut emissions from the buildings sector. United Nations Environment Programme. https://doi.org/10.59117/20.500.11822/45095

World Energy Consumption Statistics - Yearbook 2024, Enerdata, n.d. URL https://yearbook.enerdata.net/total-energy/world-consumption-statistics.html (accessed 7.30.24).

Analyses expérimentales et numériques du comportement des couches de surface des chaussées bitumineuses sous trafic

Marina AlBacha, Pierre Hornych, Mai-Lan Nguyen, Olivier Chupin, Juliette Blanc

MAST-LAMES, Université Gustave Eiffel, Campus de Nantes, F-44344, Bouguenais, France

RESUME

La majorité des études de comportement des chaussées bitumineuses se concentre sur les couches de base, en raison de leur contribution majeure à la résistance à la fatigue. Cependant, peu de travaux se sont intéressés au comportement des couches de surface. Cette étude évalue la réponse des couches de surface avec le trafic, sous différentes conditions de température et différentes configurations d'essieux, en utilisant des approches expérimentales et numériques. Une structure de chaussée en vraie grandeur a été testée. Des jauges de déformation ainsi que des fibres optiques placées à différentes profondeurs, sont utilisées pour analyser les déformations. Les résultats montrent des variations significatives des déformations avec le trafic et la température, notamment à la base de la couche de surface. À haute température, un décollement partiel de l'interface entre la couche de surface et la couche de base a été observé sous l'effet des charges. Ce phénomène a entraîné des déformations en extension à la base de la couche de surface. Les simulations numériques réalisées avec le logiciel Viscoroute©2.0 permettent de prédire les déformations mesurées, en tenant compte d'une interface partiellement décollée, ainsi que l'effet des charges dues aux essieux simples et tridem. L'ensemble de l'étude a permis de mieux comprendre le fonctionnement des couches de surface, sous différentes conditions de sollicitations.

Mots-clefs couches de surface, structure en vraie grandeur, collage des interfaces, modélisation des chaussées, essai de fatigue accéléré.

I. INTRODUCTION

L'intégrité et la fonctionnalité des chaussées routières sont essentielles pour garantir des réseaux de transport sûrs et efficaces. Bien que de nombreuses études aient analysé le comportement des couches de base, en raison de leur rôle prépondérant dans la résistance à la fatigue, le comportement des couches de surface reste moins étudié, malgré leur importance pour la durabilité des chaussées. Ces couches de surface sont directement exposées aux charges du trafic et aux conditions climatiques, ce qui influence considérablement le comportement à long terme de la chaussée routière. Les températures élevées jouent un rôle déterminant dans l'augmentation des déformations dans les couches de surface (Bai et al., 2021). Elles favorisent l'apparition des déformations en extension, soit près de la surface sous l'effet des charges (Wang et al., 2003), soit à la base de la couche de surface dans le cas d'un mauvais collage entre les couches (Grellet et al., 2018). Les conditions de collage entre les couches constituent alors un autre facteur important

influençant le comportement des couches de surface. Bien que la méthode de dimensionnement française suppose un collage parfait, en réalité, les interfaces peuvent être décollées ou partiellement décollées. Ceci entraîne une augmentation des déformations dans la couche de surface (Chupin et al., 2010), (Ozer et al., 2012). Ce phénomène est plus prononcé à des températures élevées (Grellet et al., 2018) et peut provoquer des déformations en extension, favorisant ainsi l'apparition de fissures de fatigue dans la couche de surface et réduisant la durée de vie de la chaussée (Yao et al., 2024).

Dans ce contexte, cet article vise à évaluer le comportement des couches de surface des chaussées bitumineuses, sous différentes conditions de température, et configurations d'essieux. Une campagne expérimentale a été réalisée sur une structure de chaussée en vraie grandeur, testée sur le manège de fatigue de l'Université Gustave Eiffel, à Nantes, dans le cadre du projet européen NEMO (Noise and Emissions Monitoring and Radical Mitigation, 2023). La structure de chaussée a été construite spécifiquement pour le projet, en novembre 2022 et l'expérimentation s'est terminée en septembre 2023. La chaussée a été soumise à des charges réalistes de véhicules lourds ainsi qu'aux conditions de température ambiante pendant la durée de l'expérimentation. La structure, instrumentée avec des jauges et des capteurs à fibres optiques, a permis de mesurer les déformations dans les couches de surface et de base. L'essai comprend deux phases de chargement : la 1ère, jusqu'à 500 000 cycles, et la seconde de 500 000 à 1 000 000 de cycles. Un essieu tridem a été mis en place à 500 000 cycles. Les résultats expérimentaux sont comparés à des simulations numériques réalisées avec le logiciel Viscoroute©2.0 (Chabot et al., 2010), pour prédire les déformations et analyser l'impact des conditions d'interface, des températures et des différentes configurations d'essieux.

II. PROGRAMME EXPERIMENTAL DE L'ESSAI EN VRAIE GRANDEUR

La structure de chaussée en vraie grandeur correspond à une structure de chaussée urbaine, de 35 m de long. Le reste de la piste d'essai était constitué de trois autres structures, non présentées dans cet article dont la longueur est limitée. Deux configurations d'essieux ont été appliquées sur la piste d'essai, comme montré dans la figure 1. Les bras 1, 2 et 4 du manège de fatigue portaient un essieu simple équipé de roues jumelées avec une charge totale de 65 kN (32,5 kN par roue). Chaque roue avait une surface de contact rectangulaire de 0,2 m x 0,25 m et une pression de contact verticale de 650 kPa. Le bras 3 était équipé d'un essieu tridem chargé à 135 kN (45 kN par roue), équipé de trois roues larges avec une surface de contact rectangulaire de 0,2 m x 0,3 m et une pression de contact verticale de 750 kPa. Cette configuration reproduit un cas typique d'essieu tridem d'un camion semi-remorque, chargé à sa capacité maximale de 44 tonnes. Les configurations des essieux ont été conçues avec des dimensions standard : un espacement de 0,35 m entre les roues de l'essieu simple dans la direction transversale, et un espacement de 1,4 m entre les roues de l'essieu tridem dans la direction longitudinale. La structure de chaussée a été soumise à 1 000 000 cycles de chargement. L'essieu tridem a été installé à partir de 500 000 cycles et est resté en place jusqu'à la fin de l'essai. La position centrale des roues sur le manège de fatigue correspond à un rayon de 19,5 m.

La figure 2 présente la structure testée avec son instrumentation. La structure est constituée d'une couche de surface en béton bitumineux (BBSG 0/10) de 5 cm d'épaisseur, une couche de base en grave Bitume (GB 0/14) de 10 cm d'épaisseur, reposant sur une couche de fondation granulaire de 30 cm d'épaisseur et du sol support. Lors de la construction, une couche d'accrochage constituée d'une émulsion de bitume a été appliquée entre les couches bitumineuses. Les capteurs de mesures des déformations ont été placé à trois niveaux : en bas de la couche de surface, en haut et en bas de la couche de base. Des sondes de température ont été utilisées pour mesurer la température. Chaque niveau d'instrumentation comprenait : 4 jauges de déformation (2 longitudinales et 2 transversales) et une fibre optique de 10 m de longueur. Dans cet article, l'analyse se concentrera sur les mesures effectuées par les jauges aux trois niveaux de la structure de chaussée.

Les jauges de déformation sont classiquement utilisées dans les essais en vraie grandeur, pour le suivi des déformations dans les couches de surface des chaussées ((Gokhale et al., 2009), (Wang et al., 2020)). Les jauges employées dans cette expérimentation sont des jauges KM-100HAS de la marque japonaise TML, d'une longueur de 100 mm. Ces jauges sont spécialement conçues pour les mesures dans les enrobés, et ont une très bonne résistance aux températures élevées et aux contraintes auxquelles elles sont exposées lors de la construction des chaussées. Des essais en vraie grandeur réalisés à l'Université Gustave Eiffel (Blanc et al, 2016), ont montré qu'elles présentaient les meilleures performances, parmi les différents types de jauges testés, en particulier en raison de leur faible module de raideur apparent (40 MPa). Leur précision de mesure est d'environ 10 %. Une mise en place soignée et un positionnement précis des capteurs sont néanmoins essentiels pour garantir une bonne précision de mesure.

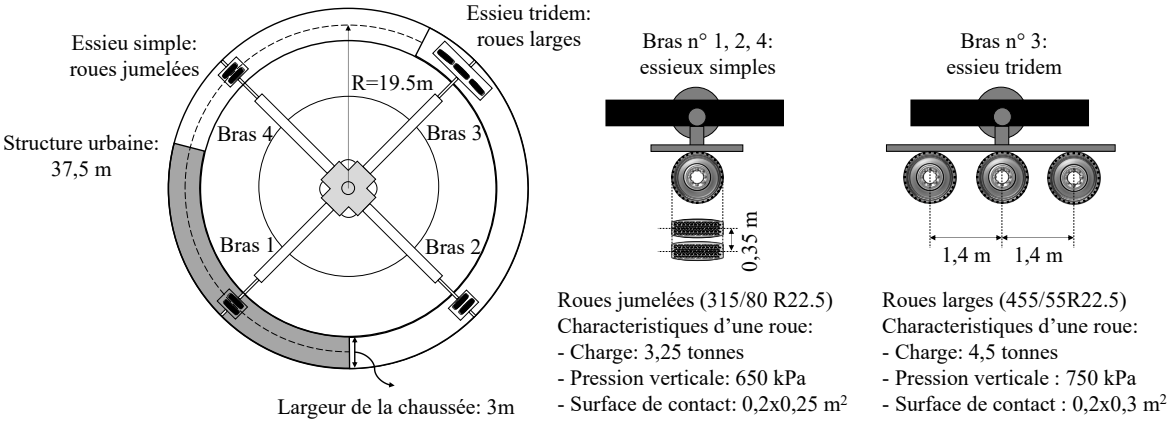


FIGURE 1. Configuration des essieux installés sur le manège de fatigue

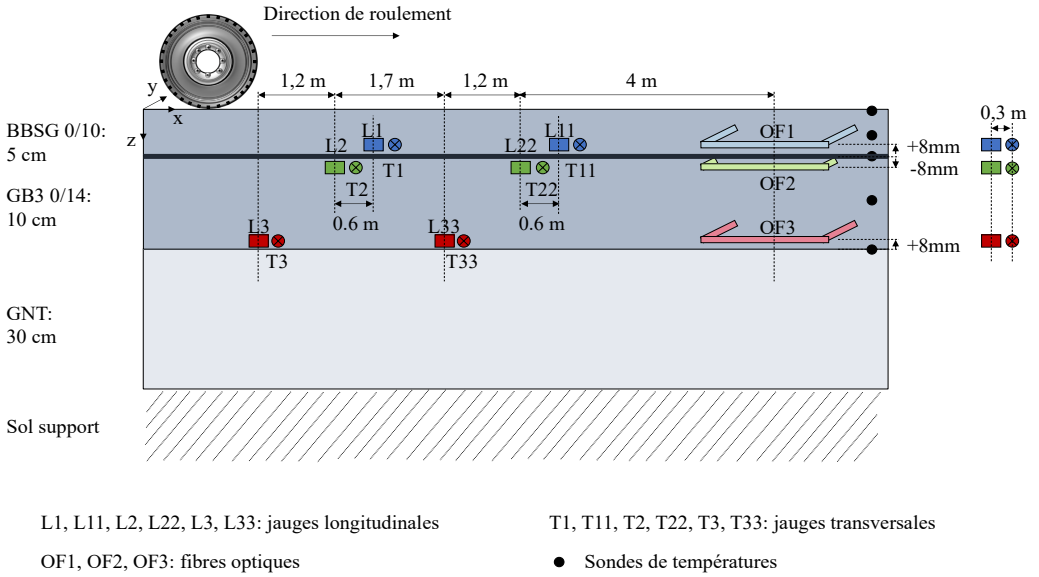


FIGURE 2. Structure de chaussée et instrumentation

III. RESULTATS EXPERIMENTAUX

A. Evolution des déformations durant la 1ère phase de chargement

La figure 3 présente l'évolution des mesures des déformations longitudinales aux trois niveaux de la chaussée. Les déformations ont été mesurées à l'aide de jauges pendant la 1ère phase de chargement, sous différentes conditions de température. La figure montre qu'à la base de la couche de surface, les déformations sont en compression et augmentent légèrement de 60 000 à 300 000 cycles, lorsque les températures dans la couche de surface sont modérées (entre 15 et 21°C). Après le passage de 500 000 cycles, avec une température dans la couche de surface autour de 26°C, les déformations présentent des pics de déformation en compression plus élevés (-124 µm/m pour la jauge L1 et -72 µm/m pour la jauge L11). Après le passage de 510 000 cycles, avec la température augmentant à 39 °C, les deux jauges présentent des signaux très différents : pour la jauge L1, le pic de compression atteint -409 µm/m. La jauge L11 présente un changement de forme du signal avec l'apparition d'un pic en extension de +65 µm/m, qui peut indiquer un début de glissement à l'interface. La figure montre clairement qu'en début d'essai, la structure s'est comportée comme une chaussée neuve, avec des interfaces collées, mais qu'après la période de température élevée, les déformations mesurées dans la couche de surface et les conditions de collage se sont modifiées. Au sommet de la couche de base, les déformations sont en compression et ont des valeurs similaires aux déformations mesurées au bas de la couche de surface, sauf pour N=510 000 et T=39°C, où les déformations au-dessus et au-dessous de l'interface deviennent différentes, ce qui confirme également une perte de collage à l'interface. Au bas de la couche de base, les déformations sont en extension, ce qui correspond à la réponse attendue de la chaussée, et atteignent une valeur maximale de +165 µm/m pour N=510 000 et T=33°C.

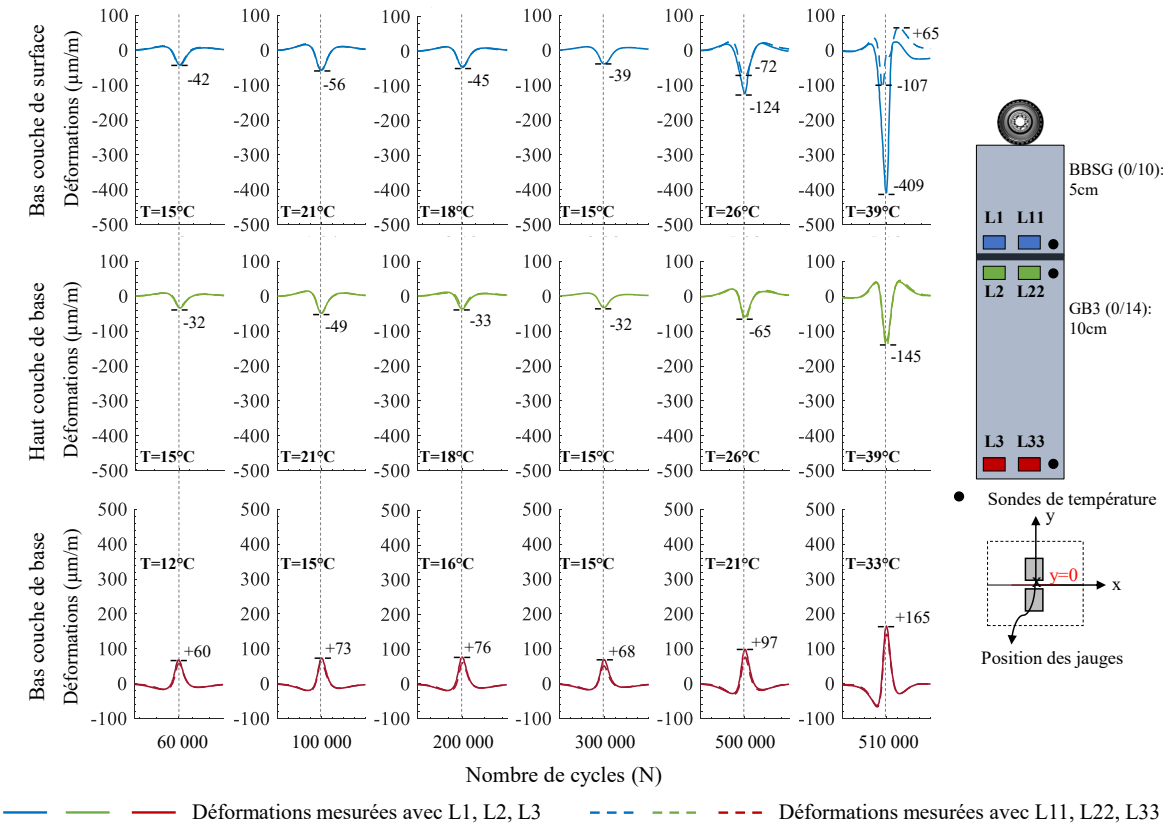


FIGURE 3. Mesures des jauges de déformation dans la direction longitudinale à 3 niveaux, pendant la 1ère phase de chargement, à une vitesse v = 57 km/h.

B. Evolution des déformations durant la 2ème phase de chargement

La figure 4 montre les mesures des déformations avec les jauges pendant la 2ème phase de chargement. Les résultats indiquent que la forme du signal à la base de la couche de surface change significativement par rapport à la 1ère phase de chargement, avec le développement de déformations en extension à ce niveau. Au sommet de la couche de base, les déformations restent en compression. Ceci confirme un décollement de l'interface, après la période de températures chaudes (jusqu'à 39°C dans la couche de surface) observée à 510 000 cycles. Les déformations en bas de la couche de surface restent en extension jusqu'à la fin de l'essai, avec un pic variant entre +25 et +63 µm/m en fonction des températures, variant entre 20 et 28°C. Ces déformations augmentent avec la température, atteignant +198 µm/m à 43°C, et ce comportement reste irréversible même après la baisse de la température. En bas de la couche de base, les déformations restent en extension, comme prévu, et présentent un comportement réversible, diminuant lorsque la température baisse. Ce comportement semble peu influencé par le comportement de la couche de surface et les conditions de collage à l'interface.

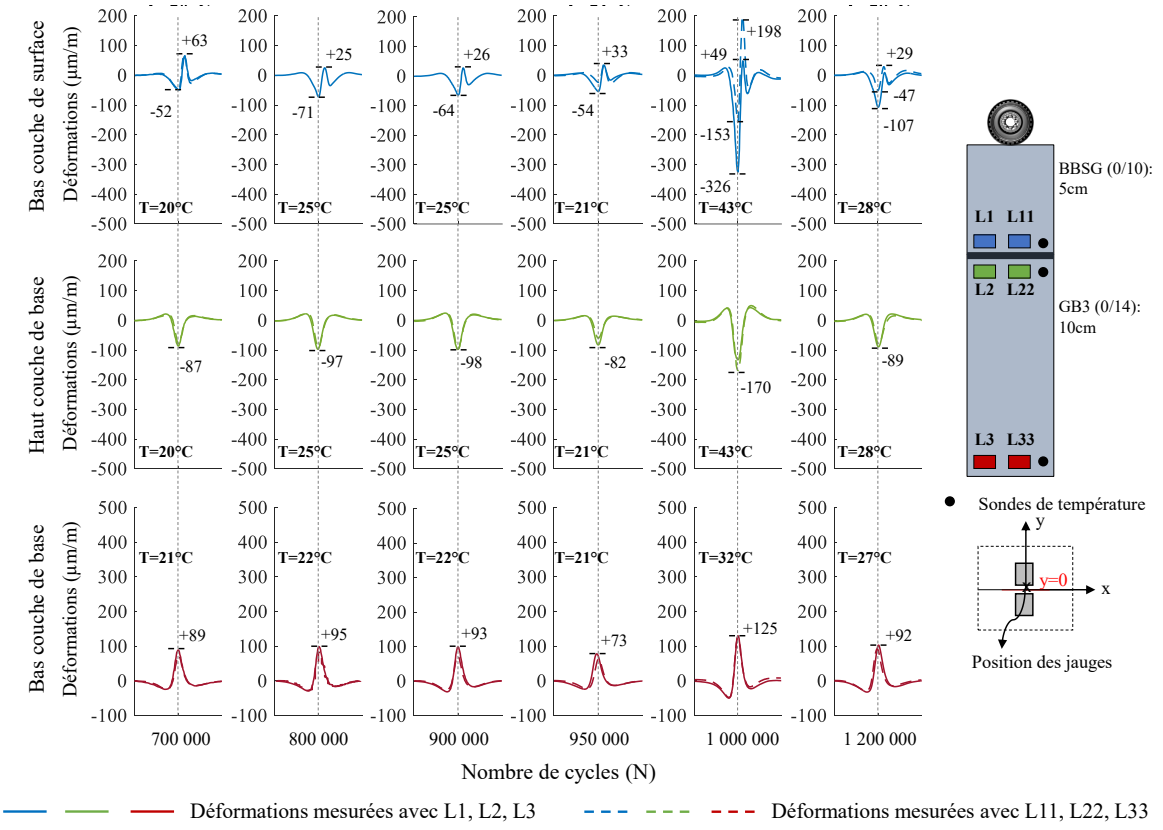


FIGURE 4. Mesures des jauges de déformation dans la direction longitudinale à 3 niveaux, pendant la 2ème phase de chargement, à une vitesse v = 57 km/h.

III. CALCUL DES DEFORMATIONS AVEC UN MODELE VISCOELASTIQUE

Afin d'analyser les mesures des déformations dans la structure de chaussée, sous différentes conditions de chargement, la réponse a été modélisée à l'aide du logiciel Viscoroute©2.0 (Chabot et al., 2010). Viscoroute©2.0 repose sur une modélisation semi-analytique de la structure de chaussée, sous charge roulante, et prend en compte le comportement thermo-viscoélastique des matériaux bitumineux. Les paramètres d'entrée incluent les charges appliquées, la vitesse de circulation, les épaisseurs de couche, les températures dans les couches, ainsi que les lois de comportement des matériaux et des interfaces. Les charges des roues sont considérées uniformément réparties sur des surfaces de contact rectangulaires (voir figure 1), se déplaçant à une vitesse de 57 km/h. Le sol et la fondation granulaire sont modélisés en tant que matériaux élastiques avec des modules élastiques de l'ordre de 160 et 125 MPa respectivement. Les couches bitumineuses ont été considérées comme viscoélastiques et décrites par le modèle de Huet-Sayegh (Huet, 1965), (Sayegh, 1965) dont les paramètres, issus d'essais de module complexe en laboratoire, sont présentées dans le tableau 1. Concernant la modélisation de l'interface, plusieurs modèles d'interface ont été considérés (interface collée, décollée, et représentée par une couche mince de faible module), afin d'essayer de simuler le phénomène de décollement observé à l'interface. Les déformations calculées ont ensuite été comparées à trois séries de mesures expérimentales, réalisées à différentes températures, au cours des deux phases de chargement.

TABLEAU 1. Propriétés des matériaux viscoélastiques

Paramètres du modèle de Huet-Sayegh								
Paramètres	δ	k	h	E_∞(MPa)	A_0	A_1	A_2	E_0(MPa)
BBSG	2.3	0.2	0.7	28272	2.8	-0.4	$1.5x10^{-3}$	24
GB3	1.9	0.2	0.6	27364	4.4	-0.4	$1.8x10^{-3}$	0

A. Calcul des déformations durant la 1ère phase de chargement

La figure 5 présente les déformations calculées dans la structure de la chaussée et comparées à celles mesurées avec les jauges pendant la 1ère phase de chargement. Pour des températures allant jusqu'à 26°C, les déformations sont bien prédites avec une interface collée, pour les trois niveaux de mesure. À une température plus élevée (à T=39°C dans la couche de surface et à N = 510 000 cycles), les deux jauges (L1 et L11) situées à la base de la couche de surface présentent des réponses différentes. La jauge L1 montre des déformations en compression, ce qui correspond aux calculs avec une interface collée. Par contre, la jauge L11 présente un signal de déformation différent, avec une diminution des déformations de compression, ce qui est probablement dû à un changement des conditions de collage de l'interface à la position de cette jauge.

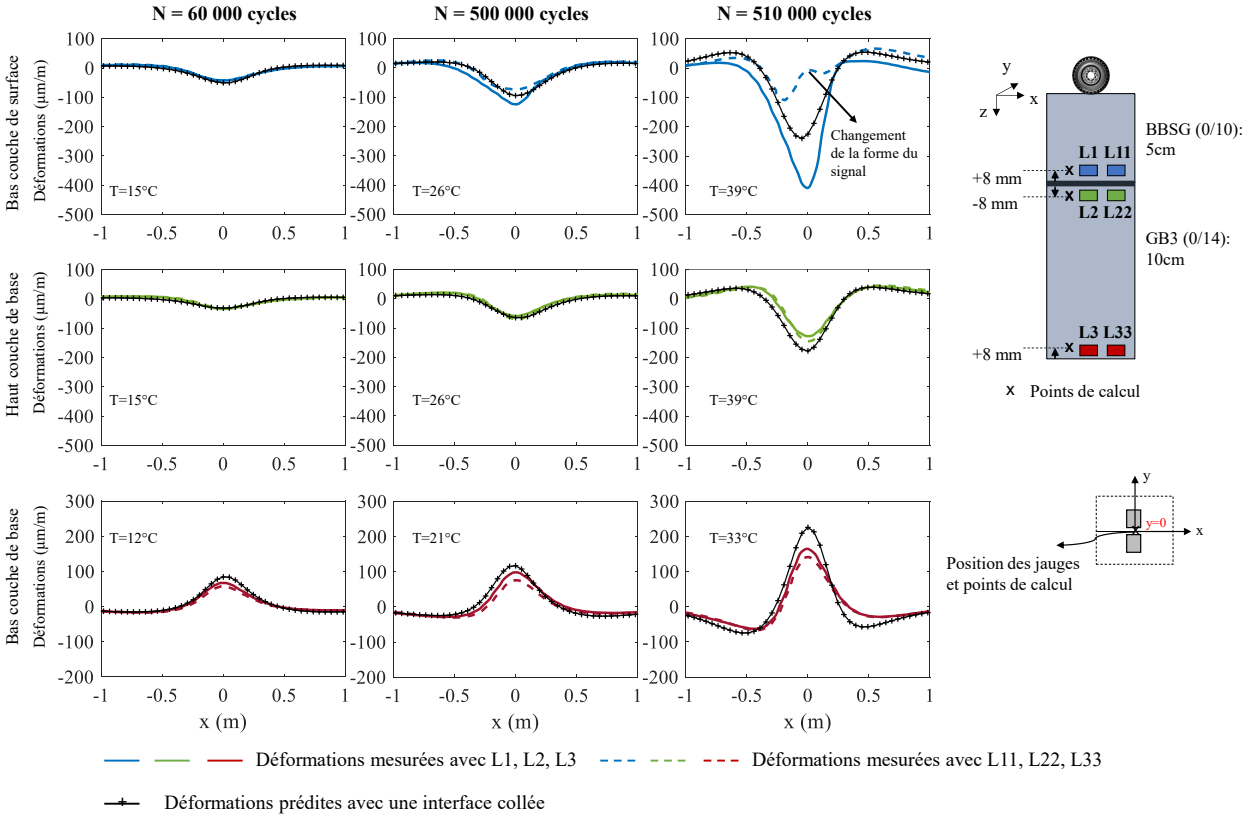


FIGURE 5. Déformations longitudinales mesurées et calculées à 3 niveaux, pendant la 1ère phase de chargement sous le passage de l'essieu simple (6,5 tonnes), vitesse v = 57km/h.

B. Calcul des déformations durant la 2ème phase de chargement

Durant la 2ème phase de chargement, on a étudié et modélisé la réponse de la chaussée sous les essieux simples et tridem. Après le passage de 700 000 cycles (voir figure 6), pour une température de 20°C, les déformations longitudinales en bas de la couche de surface sont en

extension, avec une valeur de déformation maximale d'environ +50 µm/m pour l'essieu simple et +100 µm/m pour l'essieu tridem. Cela confirme qu'un glissement partiel se produit à l'interface, et également que l'essieu tridem génère des déformations plus grandes dans la couche de surface, et donc qu'il est plus agressif vis-à-vis de la couche de surface que l'essieu simple. Pour modéliser ce glissement partiel, il a été décidé de modéliser l'interface comme une couche fine élastique avec un module d'élasticité faible. Pour cette interface, une épaisseur de 1 mm a été fixée et le module d'élasticité a été ajusté pour correspondre aux mesures de déformation. Cet ajustement a conduit à un module d'interface de 5 MPa. Avec cette hypothèse, une bonne prévision des déformations aux différents niveaux de mesure a pu être obtenue, pour l'essieu simple comme pour le tridem (figure 6).

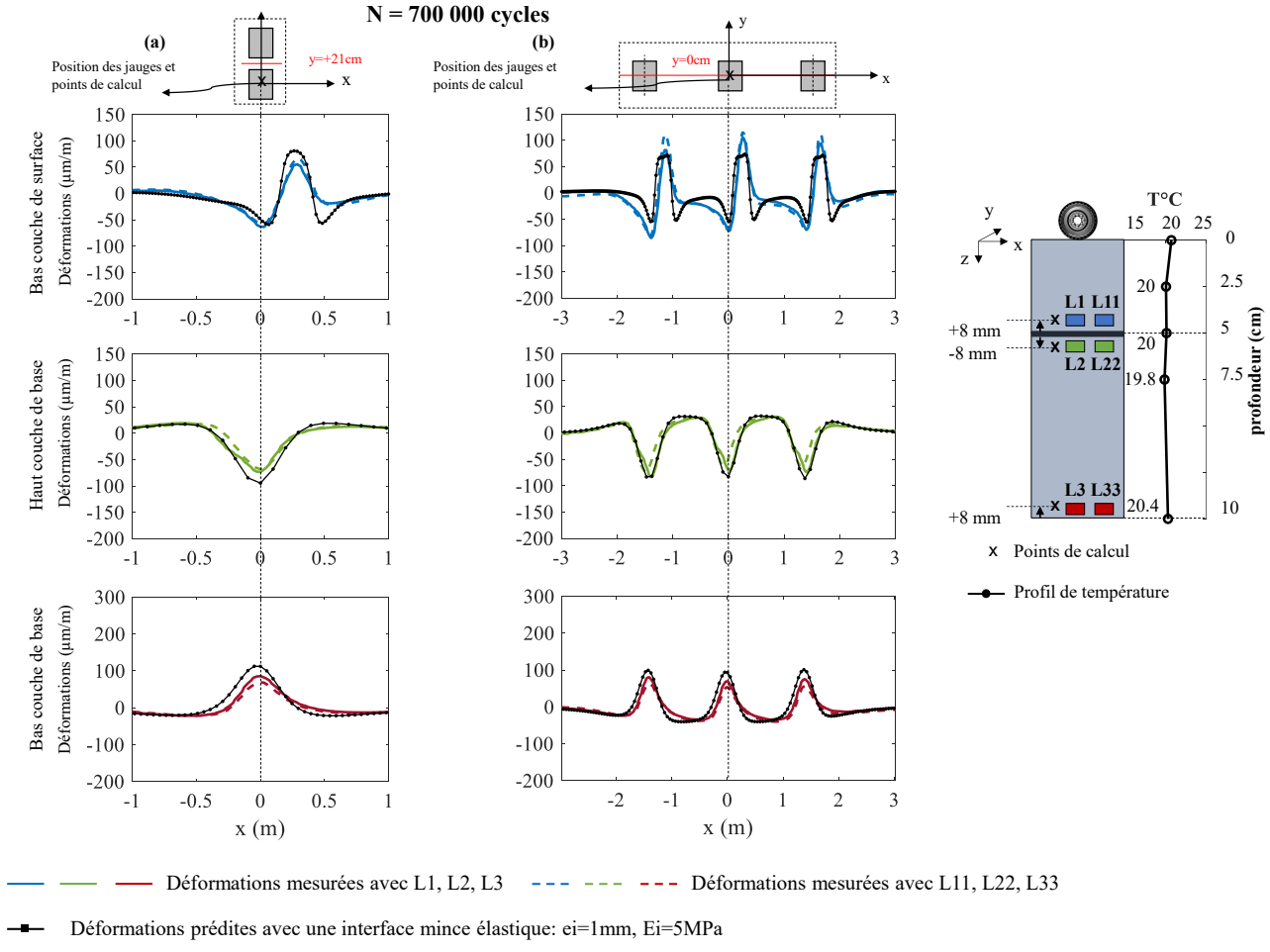


FIGURE 6. Déformations longitudinales mesurées et calculées à 3 niveaux, pendant la 2ème phase de chargement sous le passage de l'essieu simple (6,5 tonnes) (a) et essieu tridem (13.5 tonnes) (b), vitesse v = 57km/h.

IV. CONCLUSIONS

Cette étude présente les résultats d'un essai en vraie grandeur réalisé sur une structure de chaussée bitumineuse. L'objectif était d'analyser et de modéliser le comportement de la couche de

roulement, sous différentes conditions de trafic et de température. Pour cela, des mesures de déformations ont été réalisées à 3 niveaux dans la structure : de part et d'autre de l'interface entre la couche de roulement et la couche de base, et à la base de la couche de base. Cela a permis de mieux comprendre, et de modéliser l'évolution du comportement de la couche de base sous les charges du trafic. :

- Au cours de de la 1ère phase de chargement, jusqu'à 500 000 cycles, un comportement classique de chaussée neuve, avec un bon collage des couches a été observé à des températures modérées.
- Autour de 510 000 cycles, pendant une période de températures élevées (39 °C dans la couche de surface), une forte augmentation des déformations au bas de la couche de surface a été observée, ainsi que l'apparition de déformations en extension sur l'un des signaux des jauges. Ce phénomène s'explique par une perte de collage à l'interface entre les couches de surface et de base ; il a mis en évidence la grande sensibilité à la température de la couche d'accrochage, qui assure le collage.
- Durant la seconde phase de chargement (jusqu'à 1 000 000 cycles, un changement significatif de la forme des signaux de déformations s'est produit en bas de la couche de surface, où les déformations sont passées de la compression à l'extension. Ce comportement irréversible a persisté malgré les baisses de température, ce qui indique une perte de collage à l'interface.
- Durant cette 2ème phase, des chargements ont également été réalisés avec l'essieu tridem. Ils ont montré une augmentation significative des déformations dans la couche de roulement, par rapport à l'essieu simple à roues jumelées, et donc une agressivité plus grande du tridem vis-à-vis de la couche de surface. L'impact sur les déformations dans la couche de base s'est par contre révélé beaucoup plus limité.
- Finalement, la réponse de la chaussée a été modélisée à l'aide du logiciel Viscoroute©2.0. Le modèle viscoélastique linéaire de Huet-Sayegh a été utilisé pour modéliser les couches bitumineuses, et un modèle élastique linéaire a été employé pour la fondation granulaire et le sol support. L'ensemble des mesures ont pu être modélisées de façon satisfaisante, avec des paramètres matériaux déterminés en laboratoire, pour la 1ère phase d'essai (avec une interface collée) et pour la seconde phase, (avec une interface simulée par une couche mince de faible module),

REFERENCES

Bai, T., Cheng, Z., Hu, X., Fuentes, L., Walubita, L.F., 2021. Viscoelastic modelling of an asphalt pavement based on actual tire-pavement contact pressure. Road Materials and Pavement Design 22, 2458–2477. https://doi.org/10.1080/14680629.2020.1766545

Blanc J., Trichet S., Gouy T., Coirier C., Nguyen M.L., Baudru Y. 2016. Instrumentation de chaussées. Les jauges de déformations horizontales, Revue Générale des Routes et de l'Aménagement, n°940, pp 44-49, Octobre 2016.

Chabot, A., Chupin, O., Deloffre, L., Duhamel, D., 2010. ViscoRoute 2.0 A Tool for the Simulation of Moving Load Effects on Asphalt Pavement. Road Materials and Pavement Design 11, 227–250. https://doi.org/10.3166/rmpd.11.227-250

Chupin, O., Chabot, A., Piau, J.-M., Duhamel, D., 2010. Influence of sliding interfaces on the response of a layered viscoelastic medium under a moving load. International Journal of Solids and Structures 47, 3435–3446. https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2010.08.020

Gokhale, S., Byron, T., Iyer, S., Choubane, B., 2009. Evaluation of Pavement Strain Gauge Repeatability: Results from Accelerated Pavement Testing. Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board 2094, 30–40. https://doi.org/10.3141/2094-04

Grellet, D., Doré, G., Chupin, O., Piau, J.-M., 2018. Highlighting of the viscoelastic behaviour of interfaces in asphalt pavements – a possible origin to top-down cracking. Road Materials and Pavement Design 19, 581–590. https://doi.org/10.1080/14680629.2018.1418721

Huet, C., 1965. Etude par une méthode d'impédance du comportement viscoélastique des matériaux hydrocarbonés (Thèse de doctorat).

Noise and Emissions Monitoring and Radical Mitigation, 2023. URL https://nemo-cities.eu/ (accessed 1.30.25).

Ozer, H., Al-Qadi, I.L., Wang, H., Leng, Z., 2012. Characterisation of interface bonding between hot-mix asphalt overlay and concrete pavements: modelling and *in-situ* response to accelerated loading. International Journal of Pavement Engineering 13, 181–196. https://doi.org/10.1080/10298436.2011.596935

Sayegh, G., 1965. Variation des modules de quelques bitumes purs et bétons bitumineux, in: Conférence Au Groupe Français de Rhéologie. pp. 51–74.

Wang, H.-P., Xiang, P., Jiang, L.-Z., 2020. Optical fiber sensing technology for full-scale condition monitoring of pavement layers. Road Materials and Pavement Design 21, 1258–1273. https://doi.org/10.1080/14680629.2018.1547656

Wang, L.B., Myers, L.A., Mohammad, L.N., Fu, Y.R., 2003. Micromechanics Study on Top-Down Cracking. Transportation Research Record 1853, 121–133. https://doi.org/10.3141/1853-14

Yao, K., Dong, Q., Chen, X., Wang, X., Xie, S., Cheng, Z., 2024. Influence of bonding condition of different interfaces on the mechanical responses and failure mode of asphalt pavement. Can. J. Civ. Eng. https://doi.org/10.1139/cjce-2023-0249

Elaboration d'écomatériaux pour le Grand Paris Express, dans une démarche d'économie circulaire.

M.A. MAHI [1,2]

[1] *IMT Nord Europe, Institut Mines-Télécom, Centre for Materials and Processes, F-59000, Lille, France*

[2] *Univ. Lille, Institut Mines-Télécom, ULR 4515 – LGCgE, Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement, F-59000, Lille, France*

RESUME

La nécessité de réduire l'impact environnemental du secteur de la construction, notamment les émissions de CO_2 engendrées, pousse à redéfinir les matériaux utilisés et à valoriser des ressources locales et circulaires. Le présent travail s'inscrit dans cette démarche par le développement expérimental d'éco-matériaux à partir de terres excavées du projet Grand Paris Express, en combinaison avec des ciments bas carbone et des granulats recyclés, afin de concevoir des infrastructures plus éco-responsables. Le travail de recherche entrepris a abouti au développement d'éco-pavés, d'éco-bétons à base de granulats recyclés et ciments bas carbone, ainsi que d'éco-bétons de terres excavées. Dans cet article, seul l'éco-béton de terres excavées en combinaison avec des ciments bas carbone est présenté. Cette approche permet non seulement de réduire la consommation de ressources naturelles non renouvelables, mais aussi de limiter les émissions de CO_2 associées à la production des liants et des matériaux. Les formulations développées dans cette étude présentent des propriétés physiques et mécaniques satisfaisant les exigences des applications visées, tout en assurant une réduction de l'empreinte carbone d'au moins 50 %

Mots-clefs Ecomatériaux, Terres excavées, Ciment bas carbone, Granulats recyclés, Grand Paris Express.

I. INTRODUCTION

Le secteur de la construction est l'un des plus grands contributeurs aux émissions de CO_2 à l'échelle mondiale. Ces émissions, en lien avec la construction et l'exploitation des bâtiments représentent environ 39 % des émissions de gaz à effet de serre [1]. Dans ce contexte, la transition vers des matériaux de construction durables constitue une priorité mondiale, afin de limiter à la fois les émissions de gaz à effet de serre et la consommation excessive de ressources naturelles. Le projet du Grand Paris Express (GPE) est un projet important au développement de la région parisienne. Il génère à terme, plus de 47 millions de tonnes de terres excavées et des milliers de tonnes de déchets de déconstruction, posant ainsi un défi majeur en matière de gestion et de valorisation de ces ressources [2].

Les travaux de recherche portant sur la valorisation des terres excavées du GPE, encore relativement récents, mettent en évidence leur potentiel dans diverses applications. En effet, les terres excavées fines et argileuses peuvent être calcinées pour produire des matériaux cimentaires

complémentaires (SCM : Supplementary Cementitious Materials). Ces derniers peuvent contribuer à l'amélioration de la résistance mécanique et à la modification de la microstructure des matériaux à travers différents mécanismes [3], [4], [5]. D'autres études se concentrent sur leur utilisation comme granulats dans le secteur de la construction routière [6]. Dans le cadre de cette étude, nous avons opté pour l'élaboration d'éco-bétons de terres excavées intégrant parfois des granulats recyclés issus de la déconstruction. L'ajout de granulats recyclés est fait avec un double objectif : la co-valorisation de deux ressources locales et l'amélioration de propriétés d'usage comme l'augmentation de la résistance mécanique, la diminution du retrait et de la fissuration.

L'objectif de ce travail est ainsi de concevoir des éco-bétons à base de terres excavées combinées à l'utilisation de ciments bas carbone. Pour cela, nous avons préalablement identifié un cahier des charges en adéquation avec les applications visées, mis en place une méthodologie de formulation, caractérisé les propriétés à l'état frais et à l'état durci des matériaux obtenus, et évalué leur impact environnemental. Dans cet article, nous présentons les matériaux utilisés, la démarche de formulation, le programme expérimental, les résultats obtenus, l'analyse de ces résultats et enfin les principales conclusions.

II. MATERIAUX ET METHODES

A. Cahier des charges initial

Afin de définir les bases de formulation, un cahier des charges a été établi, rassemblant les exigences techniques majeures pour l'écomatériau visé. Le Tableau 1 ci-dessous synthétise ces exigences et les conditions de formulation fixées, il guide le choix des constituants et des méthodes de formulation appliquées par la suite.

Tableau 1. Spécifications techniques – écomatériau de type béton de terre autoplaçant

Eco-matériau	**Application visée**	**Exigence mécanique (28 j)**	**Exigence d'ouvrabilité**	**Dosage en liant (kg/m³)**	**Masse volumique humide (kg/m³)**	**Squelette granulaire**	**Méthode de mise en œuvre**
Éco-béton de terre autoplaç-ant	Élément non porteur	≥ 3 MPa En compression	Béton autoplaçant (étalement SF3)	250	2000	Fuseau granulo mé-- étrique empiriqu e	Coulage sans vibration

B. Principaux matériaux utilisés

Terres excavées : Dans le cadre de cette étude, deux types de terres excavées issues du projet Grand Paris Express (GPE) ont été valorisées, il s'agit des Marnes et Caillasses (MC), et du Calcaire Grossier (CG). Ces terres présentent un volume particulièrement important par rapport aux autres terres excavées du projet Grand Paris Express, représentant plus de 50 % du total. Cela justifie leur sélection pour l'élaboration d'écomatériaux. Leurs propriétés géotechniques seront présentées dans la section caractérisation physico-géotechnique.

Ciments : Trois ciments ont été sélectionnés pour cette étude, un ciment de référence de type CEM I et deux ciments bas carbone CBC 1 et CBC 2, émettant moins de 400 kg de CO_2 par tonne de ciment. Leur principal intérêt s'inscrit dans la réduction de l'empreinte carbone par rapport à un ciment standard.

Granulats recyclés : Les Sables Recyclés (SR) et les Graviers Recyclés (GR) utilisés dans cette étude proviennent de chantiers de déconstruction. Ils sont utilisés, si nécessaire, pour améliorer la distribution granulométrique des terres excavées, dans le cadre de la démarche de formulation décrite ci-après.

B. Démarche de formulation

Avant d'entamer la formulation, les performances visées ont été définies par le cahier des charges (Tableau 1). La formulation de l'éco-béton de terre a ensuite été réalisée selon une approche basée sur un fuseau granulométrique empirique couramment utilisé pour les bétons de terre [7]. Ce fuseau définit une enveloppe granulométrique permettant d'assurer un comportement rhéologique adéquat ainsi que des performances mécaniques optimisées. Pour chaque type de terre (MC ou CG), plusieurs combinaisons de teneurs en eau et en ciment ont été explorées, en maintenant un dosage en ciment relativement constant à travers l'ensemble des formulations. Lorsque nécessaire, une addition de granulats recyclés a été intégrée afin d'ajuster la composition du mélange. Le rapport eau/ciment a été ajusté en fonction des caractéristiques intrinsèques des terres, afin d'atteindre l'ouvrabilité souhaitée.

Trois formulations de base ont ainsi été retenues :

- **MC :** formulation à partir des terres excavées MC sans granulats recyclés ;
- **MCGR :** formulation à partir des terres MC avec des granulats recyclés GR ;
- **CGGR :** formulation des terres CG avec des granulats recyclés.

Chacune de ces formulations a ensuite été combinée aux trois types de ciment (un ciment de référence CEM I et deux ciments bas carbone CBC 1 et CBC 2).

C. Démarche expérimentale

Le Tableau 2 ci-dessous présente la liste des principales caractéristiques analysées sur les terres excavées brutes et les échantillons des écobétons, ainsi que les méthodes de mesure, appareillages et normes suivies.

Tableau 2. Méthodes d'analyses utilisées pour la caractérisation des matériaux

Caractéristiques étudiées	Analyses	Appareillage / Normes suivies
Distribution granulométrique	Tamisage par voie humide	*ISO 17892-4*
	Analyse granulométrique par diffraction laser	*ISO 13320:2020*
Densité	Masse volumique apparente sèche	*NF EN 1097-3*
	Masse volumique absolue	*Accupyc 1330 Micromeritics*
Interactions avec l'eau	Teneur en eau	*NF EN ISO 17892-1*

	Limites d'Atterberg	*ISO 17892-12*
Propriétés de surface	Valeur de VBS	*NF EN 933-9*
Teneur en matière organique	450 °C	*XP P 94-047*
	550 °C	*NF EN 15935:202108*
Caractérisation minéralogique – physico chimique	Diffraction de rayons X (DRX)	*Diffractomètre D2 Phaser-Bruker*
	Analyses thermiques différentielles – thermogravimétriques (ATD-ATG)	*Netzsch - STA 449 F3 Jupiter*
	Analyse chimique	*ICP (Inductively Coupled Plasma),*
Surface spécifique par adsorption de gaz	Méthode BET	*ISO 9277*
Classification environnementale des terres excavées	Analyse environnementale par lixiviation Analyse élémentaire Composés organiques	*NF EN ISO 17294-2* *NF EN 17322 (2020)* *NF EN ISO 22155* *NF EN 15936* *Directive 1999/31/CE (2003/33/CE). Journal officiel de l'Union européenne, L11, 27-49.*
Etalement	Cône d'Abram	*NF EN 12350*
V-funnel	Entonnoir en V	*NF EN 12350-9*
Résistance mécanique	Presse hydraulique couplée 400 kN/3000 kN (3R) ; Presse mécanique - 250 kN (Instron)	*NF EN 12390-3*
Conductivité thermique	Conductivimètre fil chaud	*ASTM D5930-97, Recommandation RILEM AAC 11-3*

III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

A. Caractérisation des matériaux bruts

A.1. Caractérisation physico géotechnique

La caractérisation physico-géotechnique des terres excavées et des granulats recyclés, réalisée dans le cadre des travaux de cette étude est résumée dans les Tableaux 3 et 4. Ces Tableaux récapitulent les principales caractéristiques physiques, granulométriques, géotechniques des échantillons de terres excavées et de granulats recyclés, fournissant une vue d'ensemble des paramètres clés de chaque ressource.

Tableau 3. Propriétés physico-géotechniques des matériaux étudiés

Paramètre	Appareillage / Normes suivies	**MC**	**CG**
Teneur en eau à réception (%)	NF EN ISO 17892-1	5	6
Masse volumique absolue (g/cm³)	Accupyc 1330 Micromeritics	2,87	2,69
Masse volumique apparente sèche (g/cm³)	NF EN 1097-3	1,13	1,25
Masse volumique réelle (g/cm³)		2,07	1,77

Granulométrie	Tamisage humide (%)	Graviers (4mm-25mm)	ISO 17892-4	42	18
		Sable (63µm – 4mm)		39	37
	Granulomètre laser (%)	Limon (2 à 63µm)		13	39
		Argile (<2µm)	ISO 13320:2020	6	6
W_L (%)			ISO 17892-12	52	29
W_P (%)			ISO 17892-12	30	15
I_P (%)			ISO 17892-12	22	14
Valeur au bleu de méthylène (VBS)			NF EN 933-9	0,7	2,1
Surface BET (m^2/g)			ISO 9277	7,65	13,8
Teneur en matière organique (%)	450 °C		ISO 9277	1	2
	550 °C		NF EN 15935:202108	3	3

Tableau 4. Caractéristiques physiques et mécaniques des granulats recyclés

Granulats	Classe granulaire [mm]	Coefficient d'absorption [%]	Masse volumique absolue [g/cm3]	Los Angeles [%]	Micro-Deval [%]
Sables recyclés SR	0-6	10	2,59		
Gravillons recyclés GR	4-20	4	2,65	28,75	28,5

En ce qui concerne les terres excavées, les valeurs de teneur en eau expliquent un taux d'humidité initial modéré, qui influencera la formulation. Les différentes mesures de densité indiquent que la terre MC est potentiellement plus légère que la terre CG, en raison d'une porosité plus élevée. En ce qui concerne la granulométrie, MC renferme une proportion plus importante de graviers que CG, tandis que CG contient davantage de particules fines (limon et argile). Les limites d'Atterberg mettent en évidence une plasticité nettement plus élevée pour MC. Par ailleurs, la valeur au bleu de méthylène et la surface BET indiquent une charge argileuse plus marquée dans CG, confirmant son caractère argileux. Enfin, la teneur en matière organique reste relativement faible pour les deux terres, ne dépassant pas les valeurs recommandées, ce qui est favorable à la durabilité des matériaux à base de ciment.

Pour ce qui est des granulats recyclés, le sable recyclé présente un coefficient d'absorption supérieur à celui des gravillons recyclés, suggérant une porosité plus élevée et, par conséquent, un besoin en eau de gâchage potentiellement augmenté. Les masses volumiques de SR et GR sont comparables à celles de granulats traditionnels, tandis que leurs indices Los Angeles et Micro-Deval témoignent d'une résistance acceptable à l'usure et à la fragmentation. Ces résultats confirment la faisabilité d'utiliser SR et GR dans des bétons recyclés, en veillant à bien maitriser les quantités d'eau et de ciment en fonction de leur absorption.

A2. Analyse chimique

Le Tableau 5 présente la composition chimique des éléments majeurs en oxydes des différents matériaux, les terres excavées CG, MC, les granulats recyclés GR, SR et les trois ciments utilisés (CEM I, CBC 1, CBC 2). Les mesures ont été réalisées par la technique d'ICP (Inductively Coupled Plasma), qui permet de quantifier les éléments majeurs sous forme d'oxydes.

Tableau 5. Composition chimique par ICP (en % d'oxydes) des matériaux de l'étude

		SiO_2 %	Fe_2O_3 %	Al_2O_3 %	CaO %	MgO %	Na_2O %	K_2O %	TiO_2 %	MnO_2 %	P_2O_5 %	SO_3 %
Terres excavées	**CG**	68,3	3,3	7,5	8,8	1,2	0,6	1,5	0,6	<0.10	0,1	0,1
	MC	5,5	0,6	0,8	31,7	15,6	0,2	0,2	<0.10	<0.10	<0.100	2,3
Granulats recyclés	**GR**	38,6	1,9	3	30,3	1	0,2	0,5	0,1	<0.10	0,2	0,9
	SR	27,9	1,3	2,5	36,8	1,2	0,1	0,4	0,1	<0.10	<0.100	0,7
Ciments	**CEM I**	20,6	3,3	4,4	62,8	1,7	0,4	1,1	0,2	0,1	0,2	3
	CBC 1	30,7	1,9	8,8	47,7	4,8	0,6	0,6	0,6	0,7	0,2	2,9
	CBC 2	32,8	0,5	9,8	38,6	6,9	5,2	0,4	0,6	0,2	<0.100	1,6

La terre CG présente un pourcentage élevé en silice et des teneurs notables en Fe_2O_3 et Al_2O_3, attestant la présence de phases minérales silico-alumineuses. La terre MC se distingue par une teneur élevée en CaO et MgO, traduisant une forte composante calcaire. Les Granulats recyclés GR et SR présentent des taux de CaO notables indicateurs de pâte de ciment résiduelle. Leur composition en oxydes démontre aussi l'hétérogénéité propre aux matériaux issus de la démolition (mélange béton, mortier, sable). Concernant les ciments, le CEM I confirme un haut niveau de CaO, caractéristique d'un clinker à base de calcaire. Les ciments bas carbone (CBC 1, CBC 2) présentent une répartition plus variée entre SiO_2, Al_2O_3 et CaO, liée à l'apport d'additions minérales visant à réduire la part de clinker.

Cette analyse chimique illustre la variabilité des compositions (excavées, recyclées, cimentaires) et souligne leur compatibilité pour la formulation d'écomatériaux.

A.3. Analyse environnementale

Le Tableau 6 ci-dessous indique le potentiel de dangerosité suivant la classification environnementale des matériaux bruts (terres excavées et granulats recyclés), établie sur la base d'analyses par lixiviation, d'analyses élémentaires et de la caractérisation des composés organiques.

Tableau 6. Classification environnementale des matériaux étudiés selon le Directive 1999/31/CE (2003/33/CE). Journal officiel de l'Union européenne, L11, 27-49

	MC	CG	GR	SR
Classification	Non dangereux	Inerte	Inerte	Inerte

En examinant les concentrations mesurées pour chacun des matériaux, on constate que la terre CG et les granulats GR et SR présentent des valeurs globalement faibles et homogènes, respectant ainsi les critères d'un matériau inerte et pouvant être utilisés sans restriction majeure. En revanche, la terre MC présente certaines valeurs plus élevées, notamment en ce qui concerne la teneur en sulfates 4514 mg/L et la fraction soluble 7580 mg/L, dépassant les seuils définis pour un matériau inerte mais restant inférieur aux limites fixées pour les matériaux « non dangereux ». Ainsi, MC reste classé non dangereux, mais pourrait nécessiter une gestion plus rigoureuse afin de limiter tout impact environnemental, tandis que CG, GR et SR, conformes à la classification « inerte », offrent davantage de flexibilité d'utilisation.

B. Caractérisation des écomatériaux élaborés

B.1 Etat frais

En ce qui concerne les écobétons de terre autoplaçants, immédiatement après le malaxage, l'étalement au cône d'Abrams a été mesuré en suivant la norme NF EN 12350-8. Pour ce type de béton, l'étalement ainsi que la vitesse au Funnel/entonnoir ont été étudiés (Figure 1). Le Tableau 7 présente les résultats de chaque formulation.

(a) (b)

Figure 1 . Essais de caractérisation de la rhéologie de l'écobéton de terre : (a) étalement et (b) vitesse au Funnel

Tableau 7. Propriétés à l'état frais des éco-bétons de terre

Formulation	Etalement (mm)	Vf (s)	Masse volumique à l'état frais (kg/m3)
CGGR_CEM I	755	3,93	1984
CGGR_ CBC_1	770	3,03	1958
CGGR_ CBC_2	750	3,61	1972
MCGR_CEM I	775	3,34	2000
MCGR_ CBC_1	645	6,10	1948
MCGR_ CBC_2	605	7,90	1922
MC_CEM I	845	3,6	1778
MC_ CBC_1	815	3,11	1880
MC_ CBC_2	775	3,94	1786

(CG = Calcaire Grossier ; MC = Marne/Caillasse ; GR = granulats recyclés ; CEM I = ciment Portland ; CBC = ciment bas carbone)

Dans toutes les formulations, l'ajout de granulats recyclés (formulations « …_GR ») a permis d'atteindre l'ouvrabilité cible tout en réduisant la quantité d'eau nécessaire, comparativement aux formulations sans granulats recyclés, à dosage en ciment égal. Plus les particules constitutives du squelette sont grossières, moins il y a de surface spécifique à mouiller et de frottements internes : le béton frais gagne donc en fluidité. Par ailleurs, les étalements obtenus correspondent à un béton autoplaçant de classe SF3, adapté à une mise en place dans des éléments verticaux [8]. Cela indique que ce type d'écobéton serait particulièrement approprié pour la réalisation de voiles ou

de murs en béton de terre, sans vibration. Enfin, il a été observé que, pour toutes les formulations, l'utilisation du ciment bas carbone CBC2 nécessite légèrement moins d'eau pour obtenir un béton autoplaçant (étalement SF3), comparé au ciment CBC1 ou au CEM I. Ceci pourrait s'expliquer par la granulométrie ou la formulation spécifique du CBC2 qui amélioreraient la rhéologie du mélange.

B.2. Etat durci

La Figure 2 montre l'évolution de la résistance en compression et de la masse volumique au fil du temps (7, 28, 90 et 180 jours) pour les différentes formulations d'écobétons de terre autoplaçants.

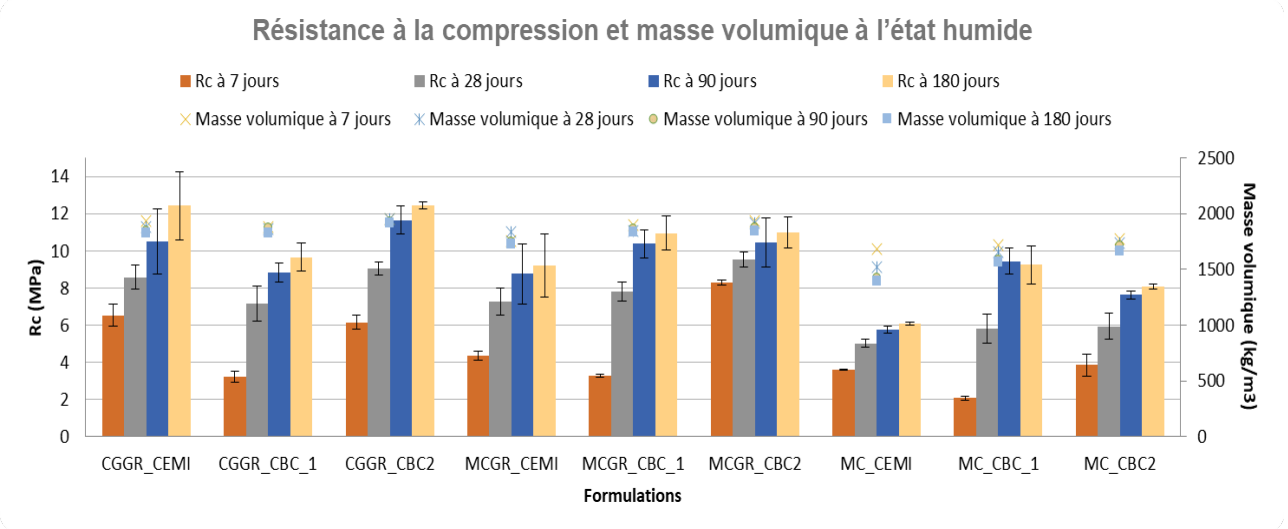


Figure 2 . Évolution de la résistance à la compression et de la masse volumique des formulations en fonction du temps des écobétons de terre.

Le ciment bas carbone CBC1, bien que présentant une cinétique d'hydratation plus lente aux jeunes âges, continue de développer sa résistance au fil du temps et peut atteindre, voire dépasser, les performances du CEM I à long terme (90 et 180 jours). Cela confirme son potentiel d'utilisation dans des applications où une montée en résistance rapide n'est pas une exigence prioritaire, tout en contribuant à la réduction de l'empreinte carbone du béton. Le CBC2, quant à lui, se distingue par un développement de résistance initiale similaire à celui du CEM I, avec une montée en résistance rapide dès les premiers âges. Il s'agit donc d'une alternative intéressante au CEM I, offrant des résistances mécaniques comparables tout en présentant des performances environnementales améliorées.

Les résultats mécaniques obtenues sont cohérents avec celles rapportés dans la littérature pour des matériaux à base de terre stabilisés par des dosages similaires en liant hydraulique. Des travaux ont rapporté des résistances à 28 jours avoisinant 10 MPa [9], [10]. Cependant, d'autres formulations [11], [12] présentent des résistances plus faibles, en raison d'une mise en œuvre moins efficace. À l'inverse, les résultats de Seco et al. (2017) [13] montrent des résistances plus élevées (de l'ordre de 13 MPa), ce qui pourrait être attribué à un compactage optimisé lors de la fabrication des éprouvettes. La comparaison de ces résultats met en évidence l'influence déterminante du mode de mise en œuvre. En effet, dans la plupart des études de la littérature, les

bétons de terre sont mis en place par compactage mécanique, permettant une réduction significative de la porosité et donc une amélioration de la résistance mécanique. En revanche, dans notre étude a porté sur un écobéton autoplaçant, formulé pour s'écouler et se mettre en place sans vibration ni compactage externe, d'où une compacité légèrement inférieure a priori. Néanmoins, il ressort que l'écobéton autoplaçant élaboré présente des résistances mécaniques concurrentielles par rapport aux bétons de terre compactés, tout en offrant des avantages en termes de facilité de mise en œuvre et de réduction de l'empreinte environnementale.

C. Conductivité thermique pour les ecobétons de terre autoplaçants

Afin de comparer les propriétés thermiques des écobétons de terre élaborés, des essais visant à déterminer la conductivité thermique ont été réalisés à l'aide d'un conductivimètre à fil chaud.
La Figure 3 présente la relation entre la masse volumique humide et la conductivité thermique λ des différentes formulations d'écobéton de terre (MC, CG, avec ou sans granulats recyclés, et différents types de ciment : CEM I, CBC1, CBC2).

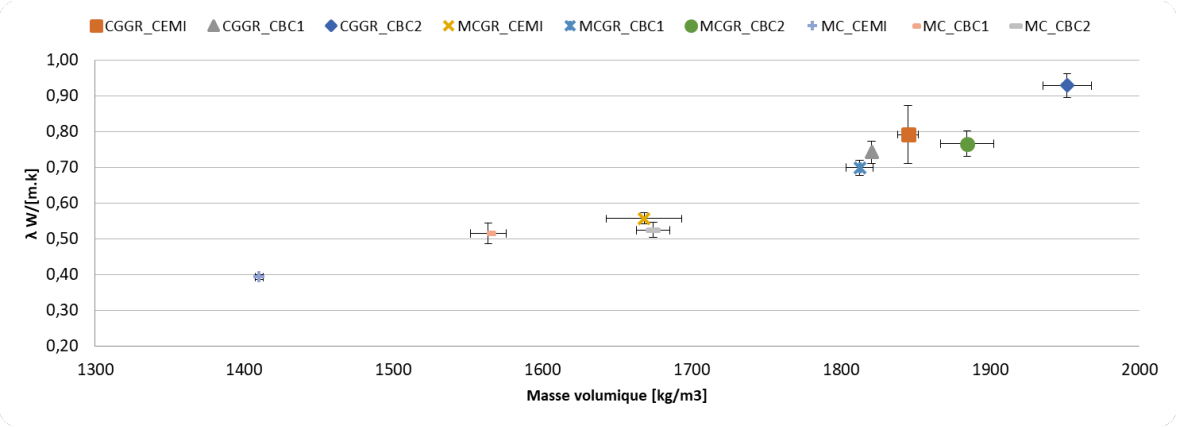


Figure 3 . Relation entre la masse volumique et la conductivité thermique des différents écobétons de terre.

Les écobétons autoplaçants élaborés à partir de terres excavées présentent des conductivités thermiques mesurées de l'ordre de 0,6 à 1,0 W/m·K, ce qui les situe dans le bas de l'intervalle observé pour les bétons ordinaires. En effet, un béton standard (à base de ciment CEM I et de granulats naturels) affiche typiquement une conductivité thermique comprise entre 1,4 et 2,3 W/m·K [14].

L'ajout de granulats recyclés tend à réduire à la fois la densité et la conductivité thermique du béton. Plusieurs études indiquent qu'un béton intégrant 100 % de granulats recyclés peut atteindre une conductivité thermique de l'ordre de 0,7 à 1,0 W/m·K pour une densité avoisinant 2000 kg/m³ [15], soit environ 20 à 30 % de moins qu'un béton ordinaire équivalent. Cette diminution s'explique notamment par la porosité élevée des granulats recyclés, issue de la présence de pâte de ciment résiduelle.

En comparaison, les matériaux à base de terre crue présentent généralement des conductivités thermiques encore plus faibles, en raison de leur densité réduite et de leur porosité importante. Par exemple, des blocs de terre comprimée stabilisée (stabilisé avec un léger pourcentage de de

ciment) présentent des conductivités thermiques comprises entre 0,4 et 1,2 W/m·K selon la densité et le taux de stabilisation [17].

Les écobétons de terre de notre étude possède une conductivité thermique nettement inférieure à celle d'un béton traditionnel, et comparable à celles observées dans des bétons allégés. Le choix de ce matériau doit donc intégrer un compromis entre performances mécaniques et comportement thermique amélioré par rapport à un béton classique.

IV. CONCLUSIONS

La caractérisation préalable des matériaux bruts issus des travaux d'excavation du Grand Paris Express (GPE) a permis d'orienter le développement d'écobétons de terre autoplaçants, intégrant des ciments à faible empreinte carbone. Les performances de ces matériaux ont été évaluées sur les plans mécanique, rhéologique et thermique.

Les résultats montrent que les formulations à base de ciment Portland CEM I offrent les résistances initiales les plus élevées. En revanche, les ciments bas carbone CBC1 et CBC2 présentent une montée en résistance plus progressive, atteignant voire dépassant les performances du ciment Portland à partir à long terme.

Sur le plan rhéologique, les écobétons autoplaçants présentent à l'état frais des propriétés conformes aux exigences des applications visées, notamment une consistance fluide de type auto-compactante. Par ailleurs, les mesures de conductivité thermique confirment l'impact direct de la densité et de la porosité sur le comportement thermique.

Ces résultats démontrent la faisabilité technique de formuler des bétons à base de matériaux issus de l'économie circulaire, tout en répondant à des critères de performance adaptés à des usages non structurels ou faiblement sollicités. L'optimisation du dosage en ciment qu'il s'agisse d'un ciment Portland ou bas carbone peut ainsi être ajustée en fonction des objectifs techniques et environnementaux du projet.

Ce travail ouvre la voie à une généralisation de ces pratiques innovantes, en promouvant la valorisation de terres excavées et de matériaux recyclés dans une optique de construction durable et à faible empreinte carbone.

V. REFERENCES

1- Global Alliance for Buildings and Construction. Towards a Zero-Emission, Efficient and Resilient Buildings and Construction Sector. https://globalabc.org/

2- Société des Grands Projets. (2024). Schéma cadre – Économie circulaire – Grand Paris Express.

3- Scrivener K. L, John V. M, Gartner E. M (2016). Eco-efficient cements: Potential economically viable solutions for a low-CO_2 cement-based materials industry. United Nations Environment Programme (UNEP). Cement and Concrete Research, 114, 2–26.

4- Poussardin V, Wilson W, Paris M, Tagnit-Hamou A, Deneele D (2024). Calcined clays as supplementary cementitious materials: A comparison between palygorskite and kaolinite. Construction and Building Materials, 416, 135180 https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.135180

5- Avet F, Scrivener K. (2018). Investigation of the calcined kaolinite content on the hydration of Limestone Calcined Clay Cement (LC3). Cement and Concrete Research, 107, 124–135. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.02.016

6- Global Highways. (2015). Sustainable road construction: current practices and future concepts. Retrieved from https://www.globalhighways.com/wh3/wh5/wh6/feature/sustainable-road-construction-current-practices-and-future-concepts

7- Anger R, Fontaine L (2009). Bâtir en terre., edition ?

8- Dieryck V, Van Itterbeeck P. (2012). Prescrire un béton autoplaçant. Les Dossiers du CSTC, 2012/3(3), 1-6.

9- Lima, S. A., Varum, H., Sales, A., & Neto, V. F. (2012). Analysis of the Mechanical Properties of Compressed Earth Block Masonry Using the Sugarcane Bagasse Ash. Construction and Building Materials, 35, 829–837. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.04.127

10- Seco, A., Urmeneta, P., Prieto, E., & García, B. (2017). Estimated and real durability of unfired clay bricks: Determining factors and representativeness of the laboratory tests. Construction and Building Materials, 142, 105–115. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.03.057

11- Bahar, R., Benazzoug, M., & Kenai, S. (2004). Performance of Compacted Cement-Stabilized Soil. Cement and Concrete Composites, 26(7), 811–820. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.01.003

12- Dao, K., Ouedraogo, M., Millogo, Y., Aubert, J.-E., & Gomina, M. (2018). Thermal, hydric and mechanical behaviours of adobes stabilized with cement. Construction and Building Materials, 158, 84–96. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.09.137

13- Seco, A., Urmeneta, P., Prieto, E., Marcelino, S., García, B., & Miqueleiz, L. (2017). Estimated and real durability of unfired clay bricks: Determining factors and representativeness of the laboratory tests. Construction and Building Materials, 131, 600–605. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.11.107

14- Vera, S. (2020). Improved balance between compressive strength and thermal conductivity of insulating and structural lightweight concretes for low rise construction. Construction and Building Materials.

15- Daza-Badilla L, Gómez R, Díaz-Noriega R, Avudaiappan S, Skrzypkowski K, Saavedra-Flores EI, Korzeniowski W. (2024). Thermal Conductivity in Concrete Samples with Natural and Synthetic Fibers. Materials. doi: 10.3390/ma17040817. PMID: 38399068; PMCID: PMC10890165.

16- Ben Mansour, M., Jelidi, A., Cherif, A. S., & Ben Jabrallah, S. (2016). Optimizing thermal and mechanical performance of compressed earth blocks (CEB). Construction and Building Materials, 104, 44–51.

Probabilistic approach to the behavior of brick masonry walls

Abayomi Owoeye

Université de Toulouse; INSA, LMDC (Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions); 135, avenue de Rangueil; F-31 077 Toulouse Cedex 04, France

ABSTRACT Masonry walls exhibit significant spatial variability in the mechanical properties of their constituent units and mortar joints, yet conventional assessment methods often rely on deterministic or experience-based safety concepts. This study aims to quantify how such variability influences in-plane wall behavior by embedding spatially correlated random fields (rational quadratic for bricks and standard exponential for mortar) into a three-dimensional nonlinear finite-element model in CAST3M. Material statistics and correlation lengths were obtained from nondestructive testing and experimental calibration, and a bespoke Python–CAST3M coupling facilitated Monte Carlo simulations incorporating both correlated and uncorrelated fields. Validation via mesh-sensitivity and near-deterministic benchmarks confirmed the model's fidelity to experimental force – displacement curves. Results demonstrate that while mean global responses remain consistent, correlated fields notably reduce variability, and mortar-only variability produces enhanced ductility through load redistribution. Moreover, the coefficient of variation of wall responses is markedly lower than that of input fields, underscoring the stabilizing effect of spatial stochastic modeling. By providing a rigorous probabilistic framework for reliability-based assessment, this work lays the groundwork for performance-based stochastic reliability studies and will inform optimized safety factors, as well as future explorations of input variability, random-field parameters, and geometric effects on URM resilience.

Keywords Masonry, Random fields, Uncertainty propagation, Spatial variability, Probability.

I. INTRODUCTION

Unreinforced masonry (URM) structures are heterogeneous materials and complex structures consisting of the unit (brick, stones, and other natural materials) and mortar. The behavior of URM structures is mostly governed by the properties of their constituents (units and mortar) and the characteristics of the bond strength between the bricks and the mortar. However, assessments of existing URM structures often reveals a high variability in the material properties of URM structures (Müller and Graubner, 2018; Müller et al., 2022; Owoeye et al., 2024; Gonen and Soyoz, 2021). These variabilities in URM material properties may be a result of the complexity of material geometry, the difference in unit manufacturing workmanship, the difference in mortar mixing techniques, variation in aging and deterioration of units even within the same structure, the composition and quality of the materials used during the mortar mixing process, the orientation of the mortar joints in the structure, etc. (Sýkora et al., 2018; Pulatsu et al., 2022). These variabilities (both at the time of construction and throughout the URM lifetime) could be present in varying

degrees within the URM structure, and the global behavior of the masonry, such as overall force-displacement behavior and ultimate load resistance capacity, will reflect their combined effect. Consequently, safety assessments for URM structures frequently rely on empirical knowledge and historical precedents, as the inherent complexities of these variabilities pose significant challenges to the systematic calibration of structural reliability methods.

In recent times, researchers have explored the spatial variation of unit and mortar joint properties in the computational modeling of masonry walls, examining the extent to which these variabilities affect the masonry behavior (Li et al., 2014, 2016, 2017; Müller Dominik et al., 2017; Tabbakhha and Deodatis, 2017; Müller and Graubner, 2018; Gonen et al., 2022, 2021; Gooch et al., 2021; Isfeld et al., 2021; Müller et al., 2022, 2017). A common challenge is the characterization (distribution and coefficients of variation) of the various spatially varying material property uncertainties within the URM structure (Owoeye et al., 2025), propagating these spatially varying uncertainties, either correlated or uncorrelated, into mechanical modeling and accessing their effect on the behavior of the URM structure. Therefore, these studies primarily define spatial variation within the URM structure to vary from unit to unit and between the unit/mortar joint interfaces, using large numbers of random variables for all the basic variables in the numerical model via Monte Carlo simulations (MCS). However, for URM structures, material properties not only vary from structure to structure or within a single structure, but the mechanical properties of the units and mortar also differ significantly, particularly in traditional hand-made brick, stone, and other forms of natural masonry (Stewart and Heffler, 2008; Müller Dominik et al., 2017; Makoond et al., 2020; Gonen et al., 2021, 2022; Owoeye et al., 2024). Hence, to gain a deeper understanding of how spatial material property uncertainties affect the global response of URM structures (especially, historical URM structures), it is essential to build a robust stochastic probabilistic framework for their evaluation and design. This framework should account for the variability inherent in the material constituents of URM structures by providing a more consistent representation of URM material properties that can tolerate spatial uncertainty, thereby enhancing design and repair decisions for URM structures economically. In this context, a novel probabilistic approach to the behavior of URM walls under in-plane loading, is presented herein.

The proposed probabilistic approach employs an optimized three-dimensional (3D) finite element model (FEM) built in CAST3M (CAST3M, 2023) and based on Random Field (RF) theory, which is considered more realistic for addressing a wide range of structural engineering problems by accommodating the complex, multidimensional, and multivariate nature of randomly varying material properties and characteristics (Vanmarcke et al., 1986). The uncertainty in material properties for units utilized in this study is defined based on the statistical analysis and simulation of material properties in structural elements using non-destructive testing data by Owoeye et al. (2025), while the 3D FEM, along with its validation and in-plane wall reliability, is grounded in the extensive experimental research conducted by Tarifa (2023).

II. NUMERICAL MODEL

This section describes a 3D nonlinear FEM of a masonry brick wall, with dimensions closely matching those tested by Tarifa (2023). The ENDO3D material behavioral model of FLUENDO3D

(Sellier, 2018), incorporated within the CAST3M finite element (FE) software environment, was adopted. The CAST3M FE software was used because it allows for incorporating Python-simulated correlated RF material properties for FE analysis.

Using a 3D micro-modeling strategy, the bricks and mortar joints were represented as nonlinear elastic viscoplastic continuum cube elements (element type CUB8). Within the FE model, the components of the masonry wall are classified into four categories (**FIGURE 1**): half brick (0.2m × 0.2m × 0.051m), full brick (0.42m × 0.2m × 0.051m), head mortar (0.02m × 0.2m × 0.051m), and bed mortar (0.44m × 0.2m × 0.017m).

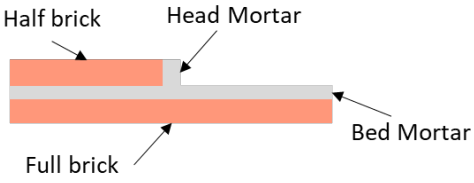
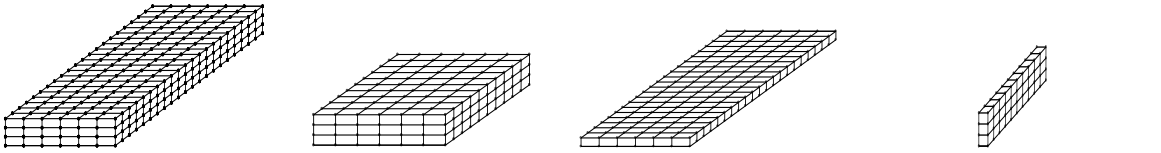


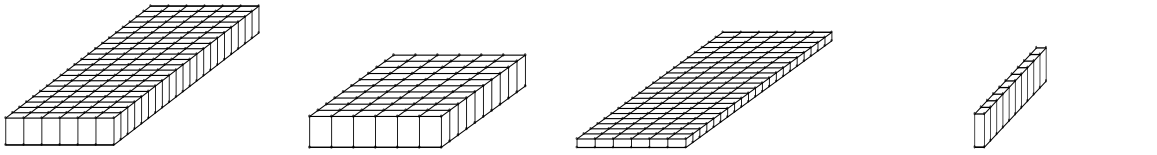
FIGURE 1. Model wall components.

Three nodal discretization configurations that included all the wall components were examined to optimize the FE model's mesh refinement and density. **FIGURE 2** presents the discretized components of each model category, designated as M1, M2, and M3, and their respective discretization in parenthesis. The dimension of the FE wall model is 1.32m × 0.2m × 1.38m (**FIGURE 3**).



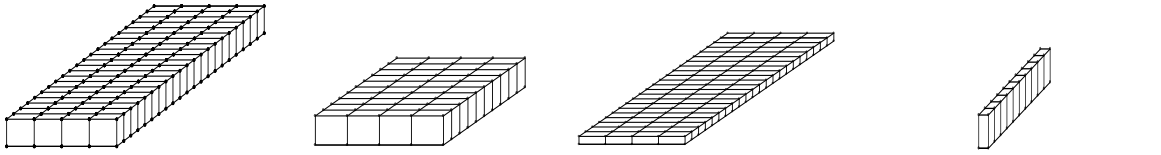
Full Brick (21 × 6 × 3) Half Brick (10 × 6 × 3) Bed Mortar (22 × 6 × 1) Head Mortar (10 × 1 × 3)

(a) M1 component discretization



Full Brick (21 × 6 × 1) Half Brick (10 × 6 × 1) Bed Mortar (22 × 6 × 1) Head Mortar (10 × 1 × 1)

(b) M2 component discretization



Full Brick (21 × 4 × 1) Half Brick (10 × 4 × 1) Bed Mortar (22 × 4 × 1) Head Mortar (10 × 1 × 1)

(c) M3 component discretization

FIGURE 2. Model components discretization.

In terms of boundary conditions, the numerical model mirrors Tarifa (2023) experimental setup. The bottom face of the wall was fully constrained to preclude any horizontal and vertical movement (represent the bearing support), while the out-of-plane displacements are restrained on all lateral faces to enforce two-dimensional in-plane behavior. The top surface of the model is constrained against vertical translation but remain free in the in-plane horizontal direction.

To replicate the monotonic combined in-plane compression-shear behavior (**FIGURE 3**), an equivalent of a constant 70kN imposed uniform vertical compression load is applied on the top surface of the masonry wall model. Simultaneously, an incremental in-plane horizontal displacement control load is applied to the top right edge of the wall at a load step equivalent to 0.00008m horizontal displacement, for a total of 0.008m horizontal in-plane displacement (a significant displacement above the observable decrease in the magnitude of the experimental applied in-plane load (Tarifa, 2023)).

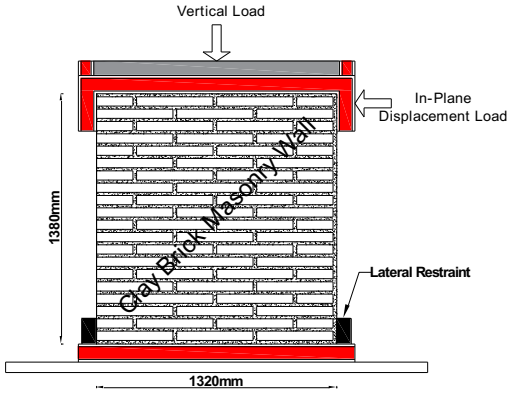


FIGURE 3. Illustration of a monotonic combined in-plane compression-shear test setup.

In this study, a perfect adhesion hypothesis was assumed at the mortar/brick unit interface. This hypothesis was assumed for two reasons. First, under the imposed monotonic combined in-plane compression–shear loading (70 kN constant vertical), the normal stress across the mortar joints closes micro-gaps and promotes frictional interlock, effectively "locking" the bricks and mortar together. Tarifa (2023) observed no measurable slip at the interface up to the onset of microcracking, indicating that, in the elastic regime, the bond behaves nearly rigidly. Second, prior stochastic FEM investigations of URM shear behavior (e.g. Stewart & Heffler, 2008; Gooch et al., 2021) have demonstrated that a full-bond model reproduces global stiffness and peak strength within acceptable accuracy when interface failure is not the primary damage mechanism. Therefore, the perfect adhesion hypothesis is regarded as a simplification for capturing the initial elastic response that simplifies the model and reduces its computational cost.

III. PROBABILISTIC RANDOM FIELD MATERIAL PROPERTY MODEL

The material properties of unit bricks and mortar are assumed to vary from nodes to nodes of the discretized components. The uncertainty due to spatial variability in the material properties of unit bricks has been proposed by Owoeye et al., 2025 to follow a standardized Rational Quadratic (RQ) autocorrelation function, $G_B(x)$ in Gaussian space with a unit variance, defined as in Eq. (1).

$$G_B(x) = \left(1 + \frac{1}{2 \times 1.44}\left(\frac{h}{r_B}\right)^2\right)^{-1.14} \quad (1)$$

While that of the mortar components were assumed to be described by a standardized Standard Exponential (SE) autocorrelation function, $G_M(x)$ in Gaussian space with a unit variance, defined as in Eq. (2).

$$G_M(x) = Exp\left(-\frac{h}{r_M}\right)^{-1.89} \quad (2)$$

Where, x, is the spatial location (nodes) within the domain of the field defined by the geometry of the component, h is lag distance, $r_B = 1.54$ and , $r_M = 3.24$ are the length scale parameter which controls how quickly the correlation between points decreases with distance on a unit brick and mortar respectively (Hristopulos and Žukovič, 2011; Duvenaud, 2014; Montero et al., 2015).

The length-scale parameters and autocovariance model in Eq. (1) was obtained from an empirical variogram analysis of non-destructive testing data. The framework as detailed in the study by Owoeye et al., 2025, include the collection of spatially referenced ultrasonic pulse-velocity and impact-excitation measurements across representative URM panels, computing empirical semi – variograms for brick property fields, fitting variogram models to the brick empirical semi – variogram using least-squares minimization to determine the best-fit correlation length. Full details of the data processing, variogram computation, and fitting are available in Owoeye et al., 2025.

A. Cross-Correlated Random fields

If there are $H_1, H_2, H_3, \ldots, H_n$ cross correlated RFs within a domain, and the RFs share identical standardized autocorrelation function $G(x)$, where $\boldsymbol{C} \in \mathbb{R}^{(n \times n)}$ is the cross-correlation matrix; then according to Vořechovský (2008), $G(x)$ could be expanded as in Eq. (3).

$$G(x) = \sum_{j=1}^{p} V_j \sqrt{\lambda_j}\xi_i(\theta) \quad (3)$$

Where λ_i and V_i are the p non-trivial eigenvalues (arranged in descending order) and corresponding eigenfunctions from a spectral decomposition of $G(x)$ and $\xi_i(\theta) \in \xi^D = [[\xi_1]^T, [\xi_2]^T, [\xi_3]^T, \ldots, [\xi_n]^T,]^T$ is a set of jointly distributed independent random vectors which is estimated as;

$$\xi^D = \sum_{j=1}^{p} V^D \sqrt{\lambda^D}\xi \quad (4)$$

Where; $\boldsymbol{V^D} = \begin{pmatrix} \phi_{1,1}\boldsymbol{I} & \phi_{1,2}\boldsymbol{I} & \cdots & \phi_{1,n}\boldsymbol{I} \\ \phi_{2,1}\boldsymbol{I} & \phi_{2,2}\boldsymbol{I} & \cdots & \phi_{2,n}\boldsymbol{I} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ \phi_{n,1}\boldsymbol{I} & \phi_{n,2}\boldsymbol{I} & \cdots & \phi_{n,n}\boldsymbol{I} \end{pmatrix}$, $\boldsymbol{\Lambda^D} = diag\,(\lambda_1\boldsymbol{I}, \lambda_2\boldsymbol{I}, \lambda_3\boldsymbol{I}, \ \ldots, \lambda_n\boldsymbol{I})$, $\boldsymbol{I} \in \mathbb{R}^{p \times p}$ is a $p \times p$ identity matrix, and the values $\phi_{i,j}$, and λ_i are the components eigenfunctions $\boldsymbol{Vec^C} = \begin{pmatrix} \phi_{1,1} & \phi_{1,2} & \cdots & \phi_{1,n} \\ \phi_{2,1} & \phi_{2,2} & \cdots & \phi_{2,n} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ \phi_{n,1} & \phi_{n,2} & \cdots & \phi_{n,n} \end{pmatrix}$, and eigenvalues $\boldsymbol{\Lambda^C} = diag\,(\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, \ \ldots, \lambda_n)$ obtained from the spectra

decomposition of the cross-correlation matrix $\boldsymbol{C}$, and $\xi \in \mathbb{R}^{p \times n}$ is a $(p \times n)$ independent standard random variable (Vořechovský, 2008).

IV. URM WALL MATERIAL PROPERTIES

The material properties used for the present study are based on research conducted by Tarifa (2023), specifically for the URM, URM components and ENDO3D material behavioral model requirement. The research involves a series of laboratory tests that include a monotonic combined in-plane compression-shear laboratory test on an URM brick wall with dimensions 1.32m × 0.2m × 1.38m (**FIGURE 3**), compression and bending tests on mortar and bricks samples for ENDO3D behavioral model and material property characterization. The URM masonry wall was built using terracotta bricks like those commonly used for historic buildings in Toulouse. The laboratory tests and results have been extensively documented by Tarifa (2023), and they are not the focus of this study. However, all the necessary information required for the FEM of an URM wall is presented herein. **TABLE 1** presents the mechanical properties use for the ENDO3D FEM, taken from Tarifa (2023). Note that the parameters presented in **TABLE 1** are brick and mortar parameters required for the RF FEM. Only the material properties with define Coefficient of Variation (COV) in **TABLE 1** (i.e., E_B, RC_B, RT_B, EPC_B, E_M, RC_M, RT_M, and EPC_M) were assumed to be defined by RF, while all other parameters remain constant. The unit brick deformation at peak tension was assumed to be $EPT_B = \frac{RC_B}{E_B}$, while that of the mortar was assumed to follow the relationship, $EPT_M = 1.3 \times \frac{RC_T}{E_T}$.

TABLE 1. ENDO3D FEM mechanical properties (Tarifa, 2023).

Material	Property	Unit	Mean Value	COV
Brick	Elastic modulus, E_B	MPa	7600	21
	Tensile strength, RT_B	MPa	1.000	22
	Compressive strength, RC_B	MPa	13.72	23
	Poisson ratio, NU_B	-	0.150	-
	Deformation at peak compression, EPC_B	-	0.003	33
	Drucker Prager confinement coefficient	-	0.0025	-
Mortar	Elastic modulus, E_M	MPa	2000	25
	Tensile strength, RT_M	MPa	0.02	20
	Compressive strength, RC_M	MPa	1.300	15
	Poisson ratio	-	0.262	-
	Deformation at peak compression, EPC_M	-	0.0032	25
	Drucker Prager confinement coefficient	-	0.38	-

V. RANDOM FIELD SIMULATION, MODEL VALIDATION AND MESH SENSITIVITY ANALYSIS

Incorporating RFs in nonlinear FE simulation, referred to as Probabilistic FEM (PFEM), is hindered by the lack of practical computer tools that automate RF generation and cross correlation of RFs using available commercial FE software. Therefore, to represent and simulate cross-correlated spatial variability in the URM wall material properties for PFEM analysis, a novel approach based on coupling Python script defined URM wall material properties and Cast3m model was developed and presented in FIGURE 4.

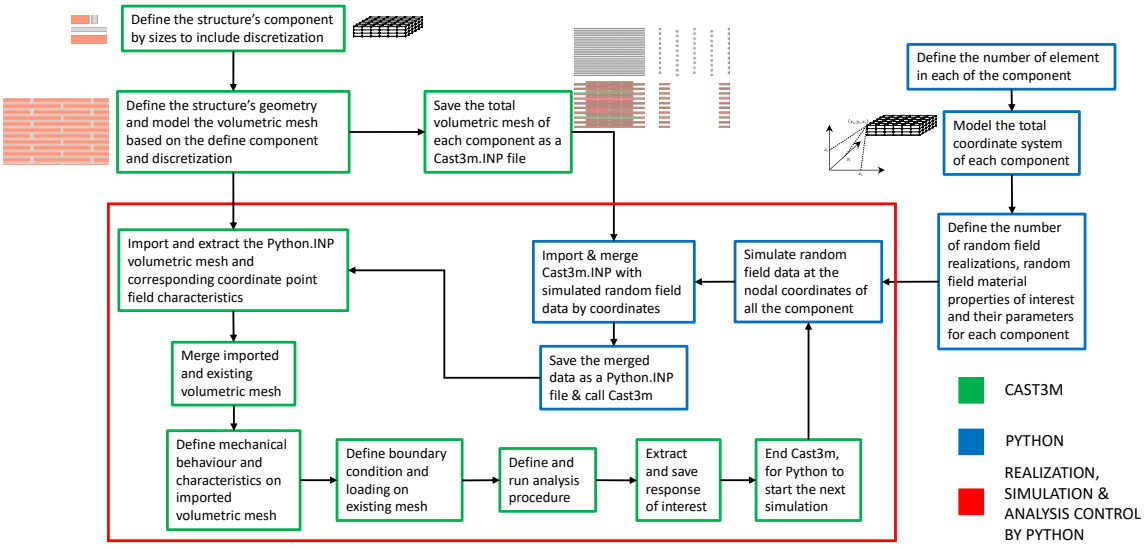


FIGURE 4. Random field simulation and propagation framework.

All the material properties define in TABLE 1 are assumed to follow a Lognormal distribution and are therefore generated according to Eq. (5).

$$H_i = exp\left(\mu_{N,H_i} + \sigma_{N,H_i} G(x)\right) \quad (5)$$

Where H_i is the spatially varied random material property i, μ_{N,H_i} and σ_{N,H_i} are, respectively, the mean and standard deviation of H_i in the normal space. $G(x)$ is the standardized autocorrelation function ($G_B(x)$ for units and $G_M(x)$ for mortar) in Gaussian space with a unit variance. If the parameters μ_{H_i} and σ_{H_i} , respectively, denote the mean and standard deviation of H_i and the coefficient of variation (COV) is $v_{H_i} = \frac{\sigma_{H_i}}{\mu_{H_i}}$, then, $\mu_{N,H_i} = \ln\left(\frac{\mu_{H_i}^2}{\sqrt{\mu_{H_i}^2+\sigma_{H_i}^2}}\right)$, $\sigma_{N,H_i} = \sqrt{\ln\left(1+\frac{\sigma_{H_i}^2}{\mu_{H_i}^2}\right)}$.

The procedure schematically presented in FIGURE 4 could be easily implemented in Python (Rossum et al., 2009) along with its scientific libraries using equation (3), a predefined cross-correlation matrix, $\boldsymbol{C}$, the URM wall material properties in TABLE 1 and their uncertainties.

A. Model Validation and mesh sensitivity analysis

To validate the model and evaluate the FEMs mesh refinement, a near deterministic model was used by initially setting the Coefficient of Variations (COV) for all the RFs material properties to 1×10^{-5} and assuming a near perfect cross correlation, $\boldsymbol{C_B}$ and $\boldsymbol{C_M}$ define as

$$\begin{array}{c} \\ E_B \\ RC_B \\ EPC_B \\ RT_B \end{array} \begin{array}{c} \begin{array}{cccc} E_B & RC_B & EPC_B & RT_B \end{array} \\ \begin{pmatrix} 1.0 & 0.9 & 0.9 & 0.9 \\ 0.9 & 1.0 & 0.9 & 0.9 \\ 0.9 & 0.9 & 1.0 & 0.9 \\ 0.9 & 0.9 & 0.9 & 1.0 \end{pmatrix} \end{array}$$, and $$\begin{array}{c} \\ E_M \\ RC_M \\ EPC_M \\ RT_M \end{array} \begin{array}{c} \begin{array}{cccc} E_M & RC_M & EPC_M & RT_M \end{array} \\ \begin{pmatrix} 1.0 & 0.9 & 0.9 & 0.9 \\ 0.9 & 1.0 & 0.9 & 0.9 \\ 0.9 & 0.9 & 1.0 & 0.9 \\ 0.9 & 0.9 & 0.9 & 1.0 \end{pmatrix} \end{array}$$ respectively.

Presented in **FIGURE 5** is the in-plane force displacement curves from the experimental data and the near deterministic models constructed from the component discretization (M1, M2, and M3) in **FIGURE 2**

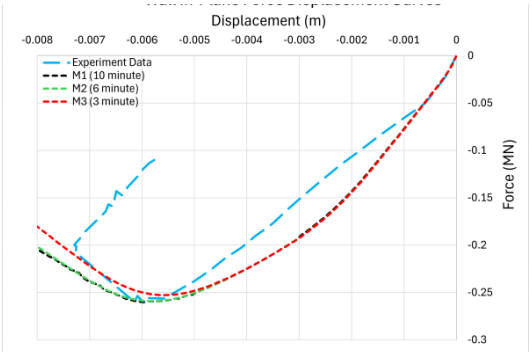


FIGURE 5. In-plane force displacement curves from experimental data and model M1, M2 and M3 for near perfect cross-correlation, and all COV = 1×10^{-5}.

The experimental in-plane force–displacement curve exhibits two distinct stiffness regimes in the pre-peak domain: an initial elastic branch up to ≈0.05 MN, controlled by the composite elastic moduli of bricks and mortar under full bond; and a reduced-stiffness branch from ≈0.05 MN to ≈0.26 MN. The latter corresponds to the initiation and propagation of microcracks within the mortar joints and the onset of interface slip. Because the current model enforces perfect adhesion, it captures only the first elastic regime. Capturing the second branch, and the transition to cracking, would require explicit interface constitutive laws (e.g., cohesive-zone models or frictional slip elements) that allow for stiffness degradation and slip. The perfect-adhesion hypothesis is therefore a simplification for the elastic regime. To replicate the observed stiffness degradation, future extensions of this study will incorporate explicit interface constitutive laws (e.g. cohesive-zone or frictional-slip models) that allow progressive bond degradation and partial debonding at the brick–mortar contact.

All the near-deterministic models aligned with the first segment, while there was an obvious difference between the experimental data and the models in the second segment. The difference observed in the second segment is due to the assumption of a perfect bond between the mortar/brick interface. The same assumption is responsible for the difference in the post-peak slope of the models and experimental data. Also, it was observed that the finer mesh models, M1 and M2 accurately predict the experiment's peak load and corresponding displacement. Therefore, the optimal model, M2 with analysis duration of six-minute will be adopted for evaluating the effect of random spatial

variability in masonry bricks unit material properties on the structural performance of the URM walls.

In addition, like the URM wall tested by Tarifa (2023), all the wall model configurations failed in diagonal shear as shown in **FIGURE 6** (a), for Model M2 tensile damage (scaled 0 – 1: 0 = no damage, 1 = total damage).

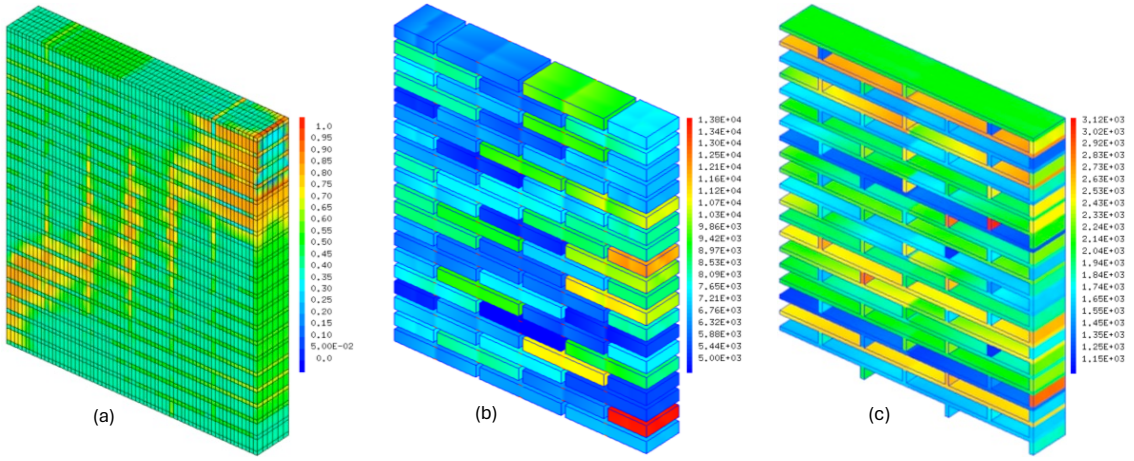


FIGURE 6. (a) Model M1 tensile damage (b) Sample E_B RF realization (c) Sample E_M RF realization

Once the applicability of the model was established, a series of correlated and un-correlated random spatial material properties of URM wall were generated using Python script, and the effect on the global in-plane response of the URM wall was investigated.

VI. EFFECT OF RANDOM FIELD MATERIAL PROPERTIES ON URM RESPONSE TO HORIZONTAL DISPLACEMENT

Three distinct scenarios were analyzed using the proposed PFEM to examine the effect of random spatial variability in the material properties of unit bricks and mortar on the global response of URM walls subjected to in-plane displacement. The scenarios considered include:

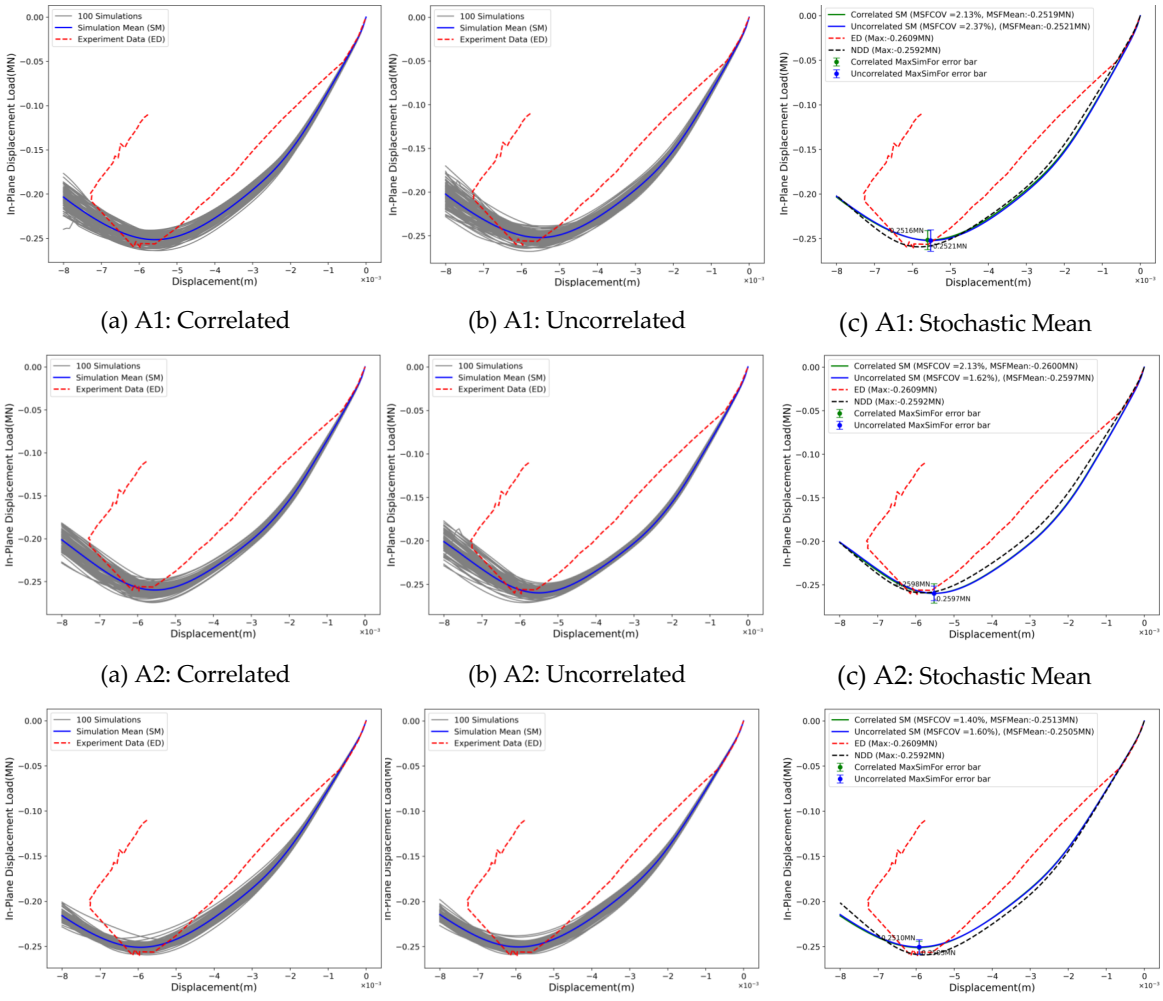
1. A1: Both unit bricks and mortar were modeled with correlated or uncorrelated random field material properties, utilizing the mean and COV specified **TABLE 1**.
2. A2: Only the unit bricks were modeled with correlated or uncorrelated random field material properties, using the mean and COV from **TABLE 1**, while the mortar properties were kept constant at their mean values from **TABLE 1**.
3. A3: Only the mortar was modeled with correlated or uncorrelated random field material properties, using the mean and COV from **TABLE 1**, while the brick properties were kept constant at their mean values from **TABLE 1**.

The cross-correlation matrix, $\boldsymbol{C}$ for correlated and uncorrelated random field material properties is defined as:

$$\begin{array}{c} \\ E \\ RC \\ EPC \\ RT \end{array}\begin{array}{c} \begin{array}{cccc} E & RC & EPC & RT \end{array} \\ \begin{pmatrix} 1.0 & 0.8 & 0.2 & 0.8 \\ 0.8 & 1.0 & 0.2 & 0.8 \\ 0.2 & 0.2 & 1.0 & 0.2 \\ 0.8 & 0.8 & 0.2 & 1.0 \end{pmatrix} \end{array}$$, and $$\begin{array}{c} \\ E \\ RC \\ EPC \\ RT \end{array}\begin{array}{c} \begin{array}{cccc} E & RC & EPC & RT \end{array} \\ \begin{pmatrix} 1.0 & 0.2 & 0.2 & 0.2 \\ 0.2 & 1.0 & 0.2 & 0.2 \\ 0.2 & 0.2 & 1.0 & 0.2 \\ 0.2 & 0.2 & 0.2 & 1.0 \end{pmatrix} \end{array}$$ respectively.

E, RC, EPC, and RT, are E_B, RC_B, EPC_B, and RT_B for unit bricks, or E_M, RC_M, EPC_M, and RT_M for mortar. It is important to note that in the cross-correlation matrix $\boldsymbol{C}$, the deformation at peak compression, EPC was assumed to be uncorrelated to either of E, RC, and RT. These scenarios were designed to comprehensively evaluate the influence of material property variability on the structural behavior of URM walls.

Presented in **FIGURE 6** (b) and (c) are sample simulations of E_B and E_M from A1. **FIGURE 7** (a) and (b) present stochastic responses of the URM wall PFEM to hundred (100) simulated RF material properties from A1, A2, and A3. Meanwhile, **FIGURE 7** (c) presents the Mean of each stochastic response from A1, A2, and A3, the experimental data, and the previously computed near-deterministic data.



(a) A1: Correlated (b) A1: Uncorrelated (c) A1: Stochastic Mean

(a) A2: Correlated (b) A2: Uncorrelated (c) A2: Stochastic Mean

(a) A3: Correlated (b) A3: Uncorrelated (c) A3: Stochastic Mean

FIGURE 7. Stochastic response of URM wall to input RF material properties

As can be seen in **FIGURE 7** (c) for A1, A2, and A3, the mean stochastic responses of the URM wall PFEM to both correlated and uncorrelated RF inputs are indistinguishable. However, the COV of maximum simulated response (MSFCOV) is always lower for correlated input RF than for uncorrelated input RF. This indistinguishability is likely in new structures where the variations in

material properties of unit bricks or mortar are minimal. Consequently, a continuing aspect of this research is to examine the impact of spatial variabilities and the COV of material properties on URM walls. Also, the mean stochastic responses suggest that the URM wall PFEM behave more ductile when only the random spatial variability in mortar (Scenario A3) where considered, with a lower mean maximum horizontal force (MSFMean ≈ 0.25MN) and higher corresponding horizontal displacement of approximately 0.0059m, followed by scenario A1, with MSFMean ≈ 0.252MN and corresponding horizontal displacement of approximately 0.0056m, then scenario A2, with MSFMean ≈ 0.26MN and corresponding horizontal displacement of approximately 0.0055m. The observable phenomena above are related to load redistribution within the URM wall matrix. In scenario A3, for example, the ductile behavior is because there is the highest probability of weak joints being surrounded by higher-strength non variable unit brick properties, which provide load redistribution once the weak joint fails.

It is worth noting that the COV of maximum horizontal displacement force (MSFCOV) for all the scenarios is much smaller than the COV of the input random spatial material properties (**TABLE 1**). This is in line with earlier Li et al., 2014, Gonen et al., 2022, and Müller et al., 2022, that the consideration spatial stochastic analysis significantly reduces the variation in the estimated response values for URM

VII. CONCLUSION AND FUTURE PERSPECTIVES

URM structures are complex systems that require extensive experimental and analytical research to achieve a deeper understanding of their behavior. This study has demonstrated a robust probabilistic framework for assessing the in-plane behavior of URM walls by embedding spatially correlated random fields into a three-dimensional nonlinear finite-element model in CAST3M. Key summaries include:

The stochastic mean force–displacement curves remain nearly identical for both correlated and uncorrelated inputs, confirming that spatial variability does not bias the central tendency of the global response.

Introducing realistic spatial correlation (rational-quadratic for bricks; standard-exponential for mortar) systematically reduces the COV of the wall's ultimate horizontal resistance, underscoring the stabilizing effect of smooth spatial fields.

Simulations in which only mortar properties varied exhibited the greatest ductility (lower peak force and greater displacement) suggesting that localized weak joints, when surrounded by stronger, non-varying bricks, facilitate load redistribution.

Based on the available information used for this study, the variability of the wall's response remained substantially lower than that of the input material fields, demonstrating how the wall's multiple interconnected load paths average out local property fluctuations, thereby reducing the variability of its overall response. This also suggests that there would not be a significant difference in the wall's probability of failure if a response-based reliability assessment is conducted.

While full code calibration lies beyond the scope of this study, the results point to concrete pathways for revising masonry-design regulations, to include:

Monte Carlo–derived distributions of ultimate strength can be used to derive target reliability indices, enabling the back-calibration of partial safety factors in Eurocode 6 (Eurocode 6, 2022), and similar standards.

Recognition of reduced response variability under correlated fields supports the introduction of correlation-length factors in material-uncertainty models, potentially allowing more economical safety factors where spatial coherence is assured.

Quantification of how sampling density and spatial distribution affect response uncertainty can inform prescriptive guidelines for ultrasonic or flat-jack testing (linking minimum sampling requirements to reliability targets.)

The illustrated workflow, from nondestructive material characterization through stochastic FEM to reliability analysis, provides a template for annexes or companion documents that guide practitioners in applying probabilistic methods for performance-based masonry design.

Building on this foundation, forthcoming studies will:

Investigate the influence of material coefficient of variation, random-field parameters (such as length scale), and wall geometry on stochastic response.

Perform reliability-based limit-state analyses to quantify safety factors and serviceability margins under combined loading.

Translate probabilistic findings into draft calibration tables and prescriptive recommendations for inclusion in the next generation of masonry-design regulations.

By bridging advanced stochastic simulation with practical code calibration, this research paves the way toward safer, more economical, and performance-driven strategies for the assessment and design of historic and modern masonry structures.

REFERENCES

CAST3M, 2023. Cast3M Theoretical Documentation — Cast3M Documentation - Theory 2023.0 [WWW Document]. URL https://www-cast3m.cea.fr/html/doc_theo/index.html (accessed 1.2.25).

Duvenaud, D., 2014. Automatic model construction with Gaussian processes. https://doi.org/10.17863/CAM.14087

Eurocode 6, 2022. In Design of Masonry Structures–Part 1–1: General Rules for Reinforced and Unreinforced Masonry Structures (EN 1996-1-1: 2006).

Gonen, S., Pulatsu, B., Erdogmus, E., Lourenço, P.B., Soyoz, S., 2022. Effects of spatial variability and correlation in stochastic discontinuum analysis of unreinforced masonry walls. Construction and Building Materials 337, 127511. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127511

Gonen, S., Pulatsu, B., Soyoz, S., Erdogmus, E., 2021. Stochastic discontinuum analysis of unreinforced masonry walls: Lateral capacity and performance assessments. Engineering Structures 238, 112175. https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2021.112175

Gonen, S., Soyoz, S., 2021. Investigations on the elasticity modulus of stone masonry. Structures 30, 378–389. https://doi.org/10.1016/j.istruc.2021.01.035

Gooch, L.J., Masia, M.J., Stewart, M.G., 2021. Application of stochastic numerical analyses in the assessment of spatially variable unreinforced masonry walls subjected to in-plane shear

loading. Engineering Structures 235, 112095. https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2021.112095

Hristopulos, D.T., Žukovič, M., 2011. Relationships between correlation lengths and integral scales for covariance models with more than two parameters. Stoch Environ Res Risk Assess 25, 11–19. https://doi.org/10.1007/s00477-010-0407-y

Isfeld, A.C., Stewart, M.G., Masia, M.J., 2021. Stochastic finite element model assessing length effect for unreinforced masonry walls subjected to one-way vertical bending under out-of-plane loading. Engineering Structures 236, 112115. https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2021.112115

Li, J., Masia, M.J., Stewart, M.G., 2017. Stochastic spatial modelling of material properties and structural strength of unreinforced masonry in two-way bending. Structure and Infrastructure Engineering 13, 683–695. https://doi.org/10.1080/15732479.2016.1188125

Li, J., Masia, M.J., Stewart, M.G., Lawrence, S.J., 2014. Spatial variability and stochastic strength prediction of unreinforced masonry walls in vertical bending. Engineering Structures 59, 787–797. https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2013.11.031

Li, J., Stewart, M.G., Masia, M.J., Lawrence, S.J., 2016. Spatial Correlation of Material Properties and Structural Strength of Masonry in Horizontal Bending. Journal of Structural Engineering-asce 142, 04016112.

Makoond, N., Cabané, A., Pelà, L., Molins, C., 2020. Relationship between the static and dynamic elastic modulus of brick masonry constituents. Construction and Building Materials 259, 120386. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120386

Montero, J.-M., Mateu, J., Fernández-Avilés, G., 2015. Spatio-temporal structural analysis (I): empirical semivariogram and covariogram estimation and model fitting, in: Spatial and Spatio-Temporal Geostatistical Modeling and Kriging. John Wiley & Sons, Ltd, pp. 162–177. https://doi.org/10.1002/9781118762387.ch6

Müller, D., Bujotzek, L., Proske, T., Graubner, C.-A., 2022. Influence of spatially variable material properties on the resistance of masonry walls under compression. Mater Struct 55, 84. https://doi.org/10.1617/s11527-022-01913-z

Müller, D., Förster, V., Graubner, C.-A., 2017. Influence of material spatial variability on required safety factors for masonry walls in compression. Mauerwerk 21, 209–222. https://doi.org/10.1002/dama.201700004

Müller, D., Graubner, C.-A., 2018. Uncertainties in the assessment of existing masonry structures.

Müller Dominik, Förster Valentin, Graubner Carl-Alexander, 2017. Influence of material spatial variability on the reliability of masonry walls in compression, in: 13th Canadian Masonry Symposium Halifax, Canada June 4th – June 7th 2017. Presented at the 13th Canadian masonry symposium Halifax, Canada June 4th – June 7th 2017, Canada.

Owoeye, A., Duprat, F., De Larrard, T., Djamai, Z.D., 2025. Statistical analysis and simulation of material properties in structural elements using non-destructive testing data, employing the Karhunen–Loève Expansion method [Manuscript submitted for publication]. Université de Toulouse; INSA, LMDC (Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions).

Owoeye, A.O., Larrard, T.D.L., Djamai, Z.D., Duprat, F.D., 2024. Brick Masonry Constituent Material Property Characterization Through Impact Excitation and Ultrasonic Pulse Velocity Test. 9th European Congress on Computational Methods in Applied Sciences and Engineering New Trends in Computational Modelling of Masonry Material and Structures. https://doi.org/10.23967/eccomas.2024.208

Pulatsu, B., Gencer, F., Erdogmus, E., 2022. Study of the effect of construction techniques on the seismic capacity of ancient dry-joint masonry towers through DEM. European Journal of Environmental and Civil Engineering 26, 3913–3930. https://doi.org/10.1080/19648189.2020.1824823

Rossum, V., Guido, Drake, F.L., 2009. Python 3 Reference Manual. CreateSpace, Scotts Valley, CA.

Sellier, A., 2018. Anisotropic Damage and Visco-Elasto-Plasticity Applied to Multiphasic Materials (Research Report). LMDC - Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions de Toulouse ; Université de Toulouse III - Paul Sabatier ; INSA de Toulouse.

Stewart, M., Heffler, L., 2008. Statistical Analysis and Spatial Correlation of Flexural Bond Strength for Masonry Walls. Masonry International 21, 57–70.

Sýkora, M., Diamantidis, D., Holický, M., Marková, J., Rózsás, Á., 2018. Assessment of compressive strength of historic masonry using non-destructive and destructive techniques. Construction and Building Materials 193, 196–210. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.180

Tabbakhha, M., Deodatis, G., 2017. Effect of Uncertainty of Tensile Strength of Mortar Joints on the Behavior of Masonry Walls under Lateral Loads. Journal of Structural Engineering 143, 04016166. https://doi.org/10.1061/(ASCE)ST.1943-541X.0001640

Tarifa, N., 2023. Renforcement de la maçonnerie historique par les composites TRM (phdthesis). INSA de Toulouse.

Vanmarcke, E., Shinozuka, M., Nakagiri, S., Schuëller, G.I., Grigoriu, M., 1986. Random fields and stochastic finite elements. Structural Safety 3, 143–166. https://doi.org/10.1016/0167-4730(86)90002-0

Vořechovský, M., 2008. Simulation of simply cross correlated random fields by series expansion methods. Structural Safety 30, 337–363. https://doi.org/10.1016/j.strusafe.2007.05.002

Durabilité des géopolymères à base de métakaolin et de cendres volantes comparée à celle d'un ciment bas carbone de type III

François El Inaty

Unité Mixte de Recherche - Matériaux pour une Construction Durable (UMR MCD), Université Gustave Eiffel et le Cerema, F-77454 Marne-la-Vallée, France

Laboratoire Expérimentation et Modélisation pour le Génie Civil et Urbain (EMGCU), Université Gustave Eiffel, F-77454 Marne-la-Vallée, France

Institut de Recherche, ESTP, 28 Avenue du Président Wilson, F-94230, Cachan, France

RESUME La production de ciment Portland (OPC), responsable de près de 5 % des émissions mondiales de CO_2, nécessite des alternatives durables. Les géopolymères surpassent souvent l'OPC en termes de performance, mais leur dépendance à la cure thermique, coûteuse et peu écologique, ainsi que l'utilisation de nanomatériaux onéreux, limite leur adoption. De plus, ils sont rarement comparés aux ciments bas carbone, comme le CEM III. Cette étude vise à combler ces lacunes en comparant les performances mécaniques et la durabilité de géopolymères à base de métakaolin et de cendres volantes, n'ayant pas subi de cure thermique et n'incorporant pas de nanomatériaux, à celles des ciments OPC et CEM III. Le métakaolin MK II se distingue par sa résistance à la compression comparable à celle du CEM III (35,2 MPa à 90 jours), et sa résistance face à la carbonatation, aux sulfates, au feu et au gel-dégel. Ces résultats mettent en lumière le potentiel des géopolymères comme alternatives compétitives et écologiques dans des environnements sévères. Toutefois, des recherches supplémentaires sont nécessaires pour améliorer leur capacité de fixation des chlorures et garantir leur durabilité dans des environnements maritimes.

Mots-clefs Géopolymères, Métakaolin, Cendres volantes, Ciment bas carbone, Durabilité.

I. INTRODUCTION

Le secteur de la construction repose fortement sur le ciment Portland (OPC), utilisé pour son coût abordable, sa disponibilité, ainsi que ses propriétés mécaniques et sa durabilité dans des applications variées, y compris les environnements sévères (Amran et al., 2020; El Inaty et al., 2023; Shaikh, 2016). Cependant, la production de l'OPC est responsable de près de 5 % des émissions mondiales de CO_2, ce qui en fait un contributeur majeur au réchauffement climatique (Malhotra and Mehta, 2002). Cette situation critique exige le développement de matériaux de construction alternatifs capables de réduire significativement leur empreinte carbone tout en répondant aux exigences de performance et de durabilité.

Une étude réalisée par le CERIB (CERIB, 2022) illustre les impacts environnementaux des matériaux couramment utilisés pour la production de béton. Par exemple, le ciment Portland

(CEM I) émet environ 765 kg de CO_2 par tonne, tandis que des matériaux alternatifs comme le métakaolin, les cendres volantes et le laitier de haut fourneau affichent des émissions nettement inférieures, avec respectivement 139-239 kg, 47,5 kg et 100 kg de CO_2 par tonne. Ces matériaux offrent donc une opportunité majeure de réduire l'empreinte environnementale du béton. Cependant, leur intégration nécessite une compréhension approfondie de leurs performances mécaniques et de leur durabilité.

Dans ce contexte, les géopolymères, formulés à partir de sous-produits industriels tels que le métakaolin et les cendres volantes, se démarquent par leur faible impact environnemental et leur capacité à rivaliser avec l'OPC en termes de performance et de durabilité (Amorim Júnior et al., 2021; Amran et al., 2021; Bakri et al., 2011; Singh et al., 2024). Leur durabilité exceptionnelle, attribuée à une faible perméabilité, un réseau aluminosilicaté stable et une microstructure dense, leur confère un potentiel unique pour remplacer les ciments traditionnels. Toutefois, leur adoption à grande échelle reste limitée par plusieurs obstacles majeurs. Parmi ceux-ci, l'usage d'une cure thermique pour atteindre des performances optimales qui augmente ainsi leur coût et leur impact environnemental (Aydın and Baradan, 2012; Jindal et al., 2017; Nath et al., 2015; Trindade et al., 2017). De plus, ils intègrent fréquemment des nanomatériaux, limitant leur viabilité économique (Jindal and Sharma, 2020). Enfin, les comparaisons directes avec des ciments bas carbone, comme le CEM III, qui sont conçus pour des environnements agressifs, sont rares dans la littérature (Amran et al., 2020), réduisant davantage encore la visibilité sur ces matériaux.

L'objectif de cette étude est de surmonter ces limites par des formulations de géopolymères à base de métakaolin et de cendres volantes ne nécessitant ni cure thermique ni nanomatériaux, capables de résister aux conditions environnementales sévères. En comparant ces formulations aux ciments OPC et CEM III, cette recherche contribue à identifier des formulations écologiques et performantes adaptées à une construction durable. Les propriétés testées incluent la résistance à la compression, à la carbonatation, aux attaques chimiques (sulfates, et capacité de fixation des chlorures), aux cycles de gel-dégel et au feu.

II. MATERIAUX ET METHODES

A. Elaboration des mélanges et préparation des échantillons

Les matériaux utilisés dans cette étude incluent deux types de ciment (CEM I et CEM III), deux métakaolins (MK I et MK II) et deux cendres volantes (FA I et FA II), avec FA II contenant 30 % de biomasse. La composition chimique de ces matériaux, qui possèdent des teneurs en oxydes majeurs tels que SiO_2, Al_2O_3, CaO et Fe_2O_3, est présentée dans le tableau 1. Les géopolymères ont été activés à l'aide d'une solution alcaline de silicate de potassium, avec un rapport de K_2O/SiO_2 de 0,59. Les solutions activatrices à base de silicate de potassium surpassent généralement celles à base de sodium, en améliorant les performances des géopolymères (Taman et al., 2021; Yun-fen and Dong-min, 2007).

TABLEAU 1. Composition chimique des matières premières utilisées dans les formulations des pâtes de ciment et de géopolymère étudiées

	SiO_2 (%)	Al_2O_3 (%)	Fe_2O_3 (%)	CaO (%)	MgO (%)	Na_2O (%)	K_2O (%)	TiO_2 (%)	SO_3 (%)	LOI* (%)
CEM I	**20,38**	**4,30**	**3,80**	**62,79**	**1,25**	**0,35**	**0,73**	**0,24**	**3,46**	**2,54**
CEM III	**24,93**	**8,22**	**2,12**	**51,15**	**5,50**	**1,30**	**0,85**	**0,73**	**3,73**	**1,30**
MK I	**67,10**	**28,80**	**2,60**	**1,10**	**7,20**	**0,01**	**0,12**	**1,40**	**-**	**0,84**
MK II	**55,00**	**40,00**	**1,41**	**0,3**	**0,21**	**-**	**0,82**	**1,50**	**-**	**1,00**
FA I	**55,46**	**23,30**	**6,16**	**4,83**	**2,50**	**1,60**	**2,17**	**1,38**	**0,80**	**1,52**
FA II	**48,69**	**22,03**	**7,41**	**8,96**	**2,80**	**1,70**	**3,07**	**1,21**	**2,41**	**1,47**

Les formulations des pâtes étudiées ont été ajustées pour optimiser la réaction d'hydratation des ciments et la géopolymérisation des liants géopolymères. Pour les pâtes de ciment, un rapport eau/liant de 0,55 a été utilisé pour les deux types de ciments, garantissant une hydratation complète pour les tests d'attaque chimique tout en évitant les problèmes de ségrégation. De manière similaire, les formulations de géopolymères à base de métakaolin (MK I et MK II) ont été préparées avec un rapport eau/liant de 0,55, en accord avec les formulations à base de ciment, afin de permettre une comparaison équitable des performances dans des conditions équivalentes. Toutefois, pour les géopolymères à base de cendres volantes (FA I et FA II), un rapport eau/liant de 0,55 a conduit à une insuffisance de séchage et à des problèmes d'intégrité des échantillons. Pour y remédier, un rapport inférieur de 0,40 a été adopté pour ces formulations, ce qui a facilité le processus de séchage et assuré la stabilité des échantillons. Le rapport liquide/solide (L/S) des formulations de géopolymères a été optimisé à 1 pour les géopolymères à base de métakaolin et à 0,70 pour ceux à base de cendres volantes afin de promouvoir une géopolymérisation complète des liants.

Des tests préliminaires ont été effectués pour évaluer la géopolymérisation et l'hydratation des échantillons, en utilisant notamment l'essai de résistance à l'ébullition de l'eau, une méthode rapide recommandée par Davidovits (Davidovits, 2020). Cet essai permet de déterminer le degré de condensation des géopolymères, où ceux totalement condensés doivent résister, tandis que les échantillons peu réactifs ou incomplets se désintègrent (Alloul et al., 2023). Les échantillons cylindriques ont été immergés dans de l'eau bouillante pendant 15 minutes, suivis de tests de résistance à la compression et de mesure de la vitesse des impulsions ultrasonores pour évaluer la perte par rapport aux échantillons témoins âgés de 90 jours. La perte observée pour les formulations testées était inférieure à 6%, ce qui est considéré comme négligeable selon d'autres études (Alloul et al., 2023).

Une procédure de mélange identique a été suivie pour les pâtes de ciment et de géopolymère. Les matières premières ont été mélangées mécaniquement pour assurer une homogénéité optimale. Le processus de malaxage pour les pâtes de ciment et de géopolymère a commencé par l'ajout du liquide (eau ou silicate de potassium) au liant dans un malaxeur Hobart. Le malaxage a débuté à une faible vitesse de 100 tours par minute (tpm) pendant 3 minutes, suivi d'un malaxage à une vitesse élevée de 300 tpm pendant 2 minutes. Les pâtes ainsi préparées ont été coulées dans des moules cylindriques de diamètre 50 mm et de hauteur 50 mm. Pour les essais de résistance au feu,

des échantillons prismatiques spécifiques de dimensions 45 x 45 x 50 mm^3 ont été fabriqués. Afin d'éliminer les bulles d'air, tous les échantillons ont été vibrés pendant 2 minutes après le coulage.

Après démoulage, effectué 24 heures après la fabrication de tous les échantillons, les échantillons de ciment ont été conservés dans l'eau à 20°C ± 2°C pendant une période de 90 jours pour garantir une hydratation complète. Les échantillons de géopolymère n'ont reçu aucune cure thermique particulière afin de maintenir l'objectif de faible niveau d'émission de CO_2. Ils ont été stockés dans des sacs en plastique scellés à température ambiante (20 °C ± 2°C).

Après 90 jours de cure, les résistances à la compression des six formulations se sont distinguées comme suit : le CEM I a atteint 39,8 ± 4,5 MPa, suivi du CEM III avec 35,2 ± 2.4 MPa, confirmant les performances mécaniques robustes des formulations cimentaires. Parmi les géopolymères, MK II a affiché une résistance remarquable de 33 ± 2,7 MPa, tandis que MK I a atteint 27,2 ± 0,5 MPa, démontrant le potentiel des métakaolins dans les formulations de géopolymères. Les géopolymères à base de cendres volantes présentent des résistances mécaniques inférieures par rapport aux autres formulations (26,7 ± 2,6 MPa pour FA I et 21,3 ± 3,5 MPa pour FA II).

B. Tests de durabilité

Plusieurs essais de durabilité ont été réalisés pour évaluer les performances des pâtes de ciment et des géopolymères dans des conditions environnementales agressives et les comparer entre elles. Le test de résistance au gel-dégel, conforme à la norme NF P 18-424 (Afnor, 2008), consiste à exposer des échantillons cylindriques à 150 cycles alternant entre -18 °C et +8 °C avec une durée conforme à la norme applicable. Avant les essais, les échantillons ont été préalablement complètement saturés par immersion dans l'eau pendant 48 heures, puis enveloppés dans un film plastique pour éviter tout échange d'humidité avec l'atmosphère extérieure, comme recommandé par Omary et al. (Omary, 2017). Un contrôle visuel et des analyses par microscopie électronique à balayage ont été effectués, alors que la porosité totale à l'eau et la résistance à la compression ont été mesurées tous les 30 cycles pour quantifier les dommages causés par de tels cycles thermiques.

L'essai de carbonatation, réalisé selon la norme XP P 18-458 (Afnor, 2022), a été effectué sur des échantillons sous forme de poudre, obtenue en broyant les échantillons cylindriques (d=50 mm ; h=50 mm) 90 jours après leur fabrication, jusqu'à une taille de particules inférieure à 2,5 mm. Ces poudres ont ensuite été exposées à une atmosphère contrôlée contenant 3 % de CO_2 à une humidité relative de 65 %. Selon une étude de Visser (Visser, 2014), la concentration de CO_2 n'altère pas la réaction chimique de la carbonatation, mais influence uniquement le processus de diffusion du CO_2. Les évolutions du pH ont été mesurées (comme indiqué dans la section D) à différents intervalles (0(T0), 1(T1), 3(T2), 5(T3), 7(T4), 14(T5) et 28(TF) jours de carbonatation) pour évaluer la progression de la carbonatation. La phénophtaléine a été pulvérisée sur les échantillons en poudre pour compléter ces analyses.

Pour les attaques chimiques, des échantillons sous forme de poudre, présentant également une taille de particules inférieure à 2,5 mm et extraites 90 jours après leur fabrication, ont été immergés dans des solutions de sulfate de sodium (15 g/L) et de chlorure de sodium (30 g/L). Ces essais ont permis de simuler de manière accélérée les attaques par les sulfates et d'évaluer la capacité de fixation des chlorures. Le ratio solutions d'attaques/solide (poudres obtenues des

échantillons après 90 jours de fabrication) a été fixé à 8:1, et des analyses périodiques (de T0 à TF) ont permis de surveiller l'absorption des ions.

Enfin, la résistance au feu a été testée selon les normes EN 13501-1 (AFNOR, 2018) et ISO 1182 (NF EN ISO 1182, 2020). Des échantillons prismatiques ont été chauffés à 750 °C pendant 30 minutes. La stabilité thermique et la conformité aux critères de classification A1 ont été mesurées et utilisées comme indicateurs clés de leur performance.

C. Caractérisations physiques et mécaniques

Les caractéristiques physiques et mécaniques des pâtes de ciment et des géopolymères ont été étudiées par des essais de compression, de porosité totale accessible à l'eau, et des analyses par microscopie électronique à balayage (MEB). La résistance à la compression a été mesurée conformément à la norme NF EN 196-1 (NF 196-1, 2006) sur des échantillons cylindriques, en appliquant une charge croissante jusqu'à rupture. La porosité totale accessible à l'eau a été déterminée selon la norme NF P18-459 (AFNOR, 2010). Les échantillons ont été soumis à un vide de 30 mbar pendant 4 heures, puis immergés sous vide pendant 44 heures pour saturer complètement les pores. Après immersion, les échantillons ont été pesés sous l'eau, séchés en surface, et ensuite placés dans un four à 60 °C jusqu'à stabilisation de la masse, permettant ainsi de calculer la porosité totale en pourcentage. L'adoption de 60°C pour le séchage a été choisie afin de réaliser un séchage doux, évitant ainsi tout dommage aux échantillons, bien que la norme recommande une température de 105 ± 5°C. Enfin, l'analyse microstructurale a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (Zeiss Auriga 40) sur des fragments d'échantillons (surface et cœur de l'échantillon) avant (état initial, T0) et après (TF, après détérioration) les cycles de gel-dégel. Ces fragments ont été séchés, imprégnés de résine époxy et polis avec une pâte de diamant et sous éthanol pour obtenir une surface adaptée à l'imagerie. Les images obtenues ont été analysées avec le logiciel Olympus Stream pour identifier les phases microstructurales et les pores, fournissant ainsi des informations essentielles sur l'évolution des matériaux après soumission à ces contraintes environnementales.

D. Caractérisation chimique

Les propriétés chimiques des matériaux ont été étudiées par des tests de lixiviation pour le pH, la spectroscopie d'émission atomique à plasma induit (ICP-AES), et la titration des ions chlorure. Le test de lixiviation a été réalisé sur des poudres carbonatées avec un ratio liquide/poudre de 10, en utilisant de l'eau distillée agitée pour une immersion complète pendant 36 heures à 20 °C. Après filtration, le pH des solutions a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre Mettler Toledo, fournissant l'évolution de l'alcalinité des matériaux après carbonatation. La technique ICP-AES a été mise en œuvre pour quantifier les concentrations des ions sulfates dans les solutions d'attaque chimique prélevées à intervalles réguliers (1, 3, 5, 7, 14 et 28 jours). Les solutions diluées ont été introduites dans un plasma à haute température pour analyser les émissions spectrales des ions, fournissant ainsi un suivi des interactions des solutions avec les matériaux. Enfin, la capacité de fixation des ions chlorure a été quantifiée par titration potentiométrique. Les solutions résultantes de l'attaque, filtrées à l'aide de papier filtrant qualitatif VWR européen (8–12 μm) pour éliminer les particules solides, ont été analysées à l'aide d'un titrateur automatique afin de mesurer les concentrations résiduelles en chlorures libres. Ces méthodes analytiques ont permis de caractériser la stabilité

chimique des matériaux et leur comportement dans des environnements agressifs, notamment en présence de sulfates, chlorures et CO_2.

III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

A. Gel dégel

Les essais de gel-dégel ont mis en évidence des différences significatives dans les performances des formulations testées. Les observations visuelles (Fig. 1) ont révélé une dégradation progressive, plus marquée pour les formulations à base de cendres volantes (FA I et FA II), avec une désintégration complète des échantillons contenant du FA II après 120 cycles. En revanche, les échantillons de ciment Portland (CEM I) et de ciment bas carbone (CEM III) ont présenté des microfissures limitées après 150 cycles, confirmant une meilleure capacité à résister à de tels cycles thermiques sévères. Les géopolymères à base de métakaolin (MK I et MK II) ont montré des performances intermédiaires, avec des fissures internes modérées, attribuables à leur réseau aluminosilicaté relativement stable, bien que sensible aux variations de température.

La résistance à la compression après les cycles de gel-dégel corrobore ces observations, comme le montre la Fig. 1. Les formulations cimentaires ont maintenu les pertes de résistance les plus faibles, avec une réduction de 57 % pour CEM I et de 70 % pour CEM III, soulignant leur capacité à préserver une microstructure intacte. Les pertes plus élevées des géopolymères (82 % pour MK I et 76 % pour MK II) traduisent une dégradation partielle de leur réseau, probablement attribuable à la formation de microfissures dans les zones moins densifiées. Les cendres volantes (FA I et FA II) ont montré des pertes critiques de résistance supérieures à 70 % après 90 cycles seulement, reflétant leur faible cohésion structurelle sous cycles thermiques.

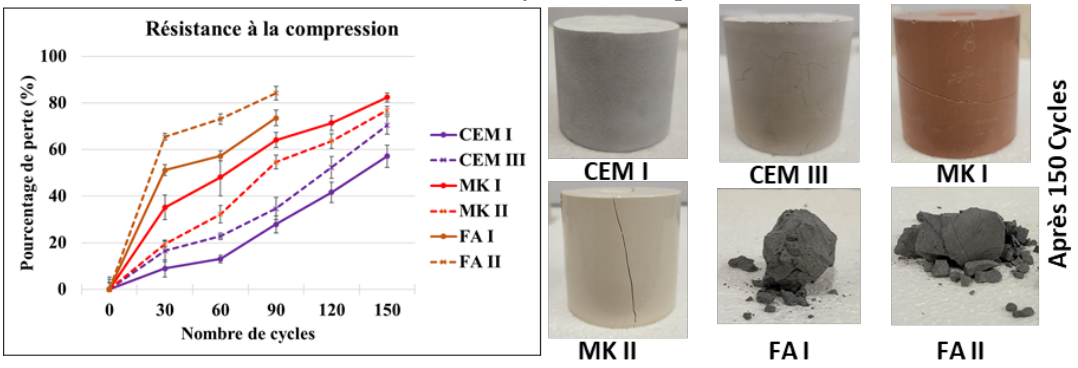


FIGURE 1. Perte de résistance à la compression (%) des échantillons en fonction du nombre de cycles de gel-dégel (de -18°C à +8°C) ainsi qu'une observation visuelle après 150 cycles

L'augmentation de la porosité totale accessible à l'eau a également mis en évidence l'effet des cycles de gel-dégel sur la microstructure des matériaux (Fig. 2). Alors que les formulations cimentaires ont montré une augmentation limitée (de 28 % à 38 % pour CEM I), les formulations géopolymères ont enregistré des augmentations significatives de la porosité accessible à l'eau (de 17 % à 37 % pour MK II). Les cendres volantes, en particulier FA II, ont affiché une augmentation drastique de la porosité, dépassant 42 % pour FA II après seulement 90 cycles, ce qui explique leur désintégration précoce.

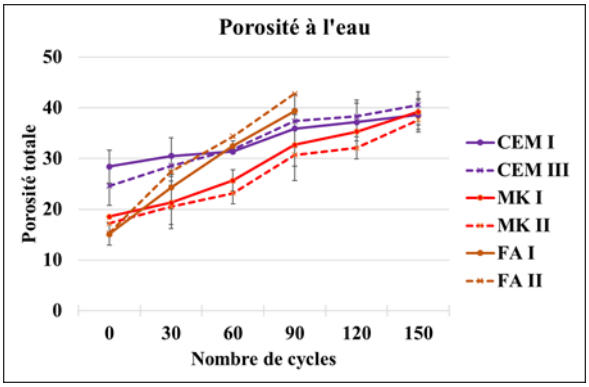


FIGURE 2. Porosité totale accessible à l'eau (%) en fonction du nombre de cycles de gel-dégel (de -18°C à +8°C)

L'analyse MEB a confirmé ces tendances, révélant des microstructures distinctes après 150 cycles. Les échantillons cimentaires ont conservé une matrice compacte, avec une légère augmentation des microfissurations. En revanche, les échantillons à base de cendres volantes ont présenté des fissures larges et des vides considérables (Fig.3), confirmant leur instabilité structurelle. Les géopolymères à base de métakaolin ont montré une structure relativement dense, bien qu'affaiblie par des fissures internes, indiquant une dégradation localisée du réseau aluminosilicaté.

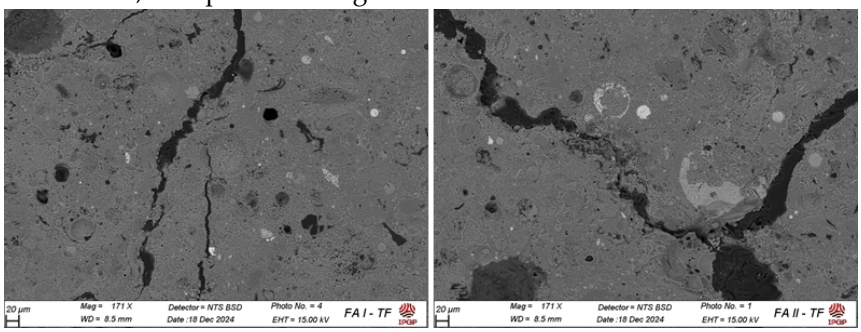


FIGURE 3. Images MEB de FA I (gauche) et de FA II (à droite) après 150 cycles

À l'état initial (T0), l'analyse MEB a montré que les ciments présentaient des matrices denses avec des proportions beaucoup plus élevées de calcium (Ca) par rapport aux géopolymères, favorisant la formation d'hydroxydes de calcium (C-H) et de phases C-S-H, essentielles pour la cohésion structurelle. Le CEM III, ayant une teneur en silicium (Si) plus élevée (10,6 % ± 4,5) et une teneur en calcium plus faible (19,9 % ± 4,4) par rapport au CEM I (23,4 % ± 5,4 de Ca, 7,6 % ± 2,6 de Si), a montré une résistance plus faible par rapport au CEM I. Les géopolymères à base de métakaolin (MK I et MK II) se distinguent par leurs réseaux silicatés denses et une teneur en aluminium (Al) plus élevée (12,9 % ± 2,5 pour MK II contre 11,4 % ± 1,8 pour MK I), contribuant à leur meilleure résistance par rapport aux géopolymères à base de cendres volantes (5,0 % ± 1,4 d'Al pour FA II contre 5,4 % ± 0,9 pour FA I).

B. Carbonatation

Les essais de carbonatation ont également révélé des différences significatives entre les formulations, tant en raison de leur composition chimique que de leur microstructure. Les observations après application de la phénolphtaléine ont montré qu'à T0, tous les échantillons

présentaient une coloration rose intense, indiquant un pH alcalin et l'absence de carbonatation, comme le montre la Fig. 4 (gauche). Les ciments (CEM I : 12,6 ; CEM III : 12,2) et les géopolymères à base de métakaolin (MK I : 12,4 ; MK II : 12,1) ont maintenu une alcalinité initiale élevée (Fig. 5). À T6, les ciments avaient complètement perdu leur coloration rose, indiquant une carbonatation complète, attribuée à la réaction rapide du CO_2 avec les hydroxydes de calcium et les C-S-H pour former du carbonate de calcium (Hobbs, 2001; Pouhet and Cyr, 2016). En revanche, les géopolymères à base de métakaolin ont conservé une légère coloration rose, traduisant une meilleure résistance à la carbonatation grâce à leur réseau aluminosilicaté stable, qui probablement réagit moins avec le CO_2.

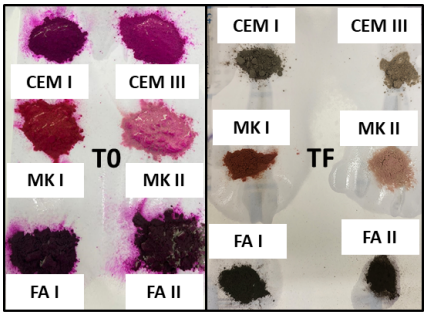


FIGURE 4. Test de l'indicateur phénolphtaléine à T0 (à gauche) et TF (à droite)

Les mesures de pH (Fig. 5) corroborent ces observations : les ciments ont subi des baisses marquées, atteignant 8,4 (CEM I) et 8,6 (CEM III) à T6, indiquant une carbonatation avancée. Un pH inférieur à 9 est susceptible d'entraîner la rupture de la couche de passivation protégeant les armatures en acier dans les éléments en béton armé (Pouhet and Cyr, 2016). Les géopolymères à base de métakaolin ont montré un meilleur maintien de leur alcalinité, avec des pH de 9,3 (MK I) et 9,1 (MK II) à T6, attribuables à la faible réactivité de leur réseau aluminosilicaté. En revanche, les géopolymères à base de cendres volantes (FA I et FA II) ont affiché les baisses de pH les plus rapides, atteignant 7,8 (FA I) et 7,4 (FA II) à T6, reflétant leur faible teneur en aluminium, dans le cas de FA II, l'effet aggravant de sa fraction organique.

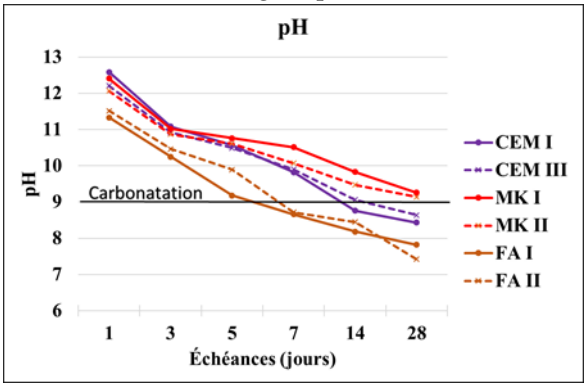


FIGURE 5. Évolution du pH des échantillons pendant la carbonatation à différents intervalles de temps, le seuil critique de carbonatation étant fixé à 9

Ces résultats soulignent le rôle crucial de la composition chimique des matériaux dans leur résistance à la carbonatation, mettant en évidence le potentiel des géopolymères à base de métakaolin pour des applications dans des environnements riches en CO_2.

C. Attaques chimiques

Les tests ICP-AES et de titration des chlorures (Fig. 6) ont aussi mis en évidence des différences significatives entre les formulations cimentaires et géopolymériques face aux attaques chimiques. Concernant l'attaque sulfatique externe, le CEM I a rapidement absorbé des ions sulfates, réduisant leur concentration en solution de 5,3 g/L à 1,8 g/L après 28 jours. Cette absorption, attribuée à la formation de phases expansives telles que le gypse et l'ettringite, compromet la durabilité du matériau en favorisant des fissurations internes. Le CEM III, grâce à sa teneur réduite en hydroxyde de calcium libre et à la présence de laitier, a présenté une absorption plus modérée, avec une concentration finale de 3,9 g/L, traduisant une meilleure stabilité chimique. Les géopolymères à base de métakaolin (MK I et MK II) ont affiché une meilleure résistance, avec des réductions limitées des teneurs en sulfates (de 10,2 g/L à 9 g/L pour MK I et de 10,1 g/L à 7,9 g/L pour MK II), ce qui suggèrerait une faible réactivité du réseau aluminosilicaté avec les ions sulfates libres de la solution. En revanche, les géopolymères à base de cendres volantes (FA I et FA II) ont montré une réactivité moindre, avec des résidus de sulfates plus élevés, traduisant une faible capacité de liaison.

Les ciments se sont révélés plus performants en matière de fixation des chlorures. Le CEM I a réduit la concentration des ions chlorure de 8,6 g/L à 3,3 g/L après 28 jours, principalement grâce à la formation de composés tels que le sel de Friedel. Le CEM III, bien que moins rapide, a atteint une réduction notable à 5,9 g/L, ce qui reflète une cinétique de liaison plus lente mais une microstructure dense assurant une durabilité accrue. Les géopolymères à base de métakaolin ont montré une capacité plus limitée, avec des concentrations résiduelles de 10,5 g/L pour MK I et 9 g/L pour MK II, tandis que les formulations à base de cendres volantes (FA I et FA II) ont affiché des performances encore moindres, avec des résidus respectifs de 8,4 g/L et 7,3 g/L. Ces résultats soulignent que, bien que les géopolymères soient plus stables face aux sulfates, leur capacité de fixation des chlorures reste limitée, ce qui posera des problèmes dans des environnements maritimes.

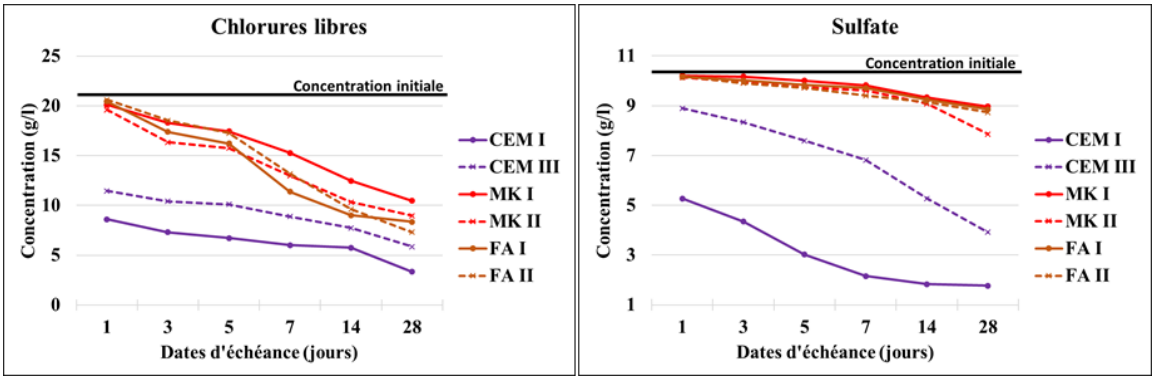


FIGURE 6. Concentration des ions chlorure libres (à droite) et des ions de sulfate dans la solution d'attaque (à gauche) pendant les attaques chimiques en fonction du temps

D. Résistance au feu

Des différences significatives de propriétés thermiques des formulations testées sont ressorties des essais de résistance au feu (voir le Tableau 2). Bien que ces tests aient été effectués sur des pâtes et non sur du béton, ils fournissent néanmoins des indications importantes sur le

comportement des matériaux sous des contraintes thermiques élevées. L'élévation de température a été mesurée après le test, en utilisant un thermomètre pour enregistrer la température de surface des échantillons.

Les géopolymères à base de métakaolin (MK I et MK II) ainsi que le ciment bas carbone (CEM III) ont satisfait aux critères de classification A1, démontrant une excellente stabilité thermique. MK II a présenté la meilleure performance globale, avec une perte de masse de 4,5 % et une élévation de température limitée à 42 °C, tandis que MK I affichait une perte de masse de 4,2 % et une élévation de température de 43 °C. Cette stabilité thermique peut être attribuée au réseau dense et stable d'aluminosilicates, qui limite la décomposition thermique et ralentit le transfert de chaleur. Le CEM III, avec une perte de masse modérée de 12,8 % et une élévation de température de 45 °C, a également démontré une bonne résistance au feu, due à la présence de laitier dans sa composition, qui favorise la formation de phases thermiquement stables.

En revanche, le ciment Portland (CEM I) et les géopolymères à base de cendres volantes (FA I et FA II) ont montré une résistance inférieure. CEM I, bien qu'exempt d'ignition, n'a pas satisfait aux critères A1 en raison d'une élévation de température de 61 °C, excédant le seuil de 50 °C. Les géopolymères FA I et FA II ont enregistré les performances les plus faibles. FA I, malgré l'absence d'ignition, a affiché une perte de masse de 13,3 % et une augmentation de température de 72 °C. FA II, contenant des cendres volantes issues de biomasse, a présenté les résultats les plus défavorables avec une ignition, une perte de masse de 14,8 % et une augmentation de température de 78 °C. Ces performances médiocres sont attribuées à la porosité élevée et à la composition hétérogène des matrices de cendres volantes, qui favorisent la diffusion de la chaleur et la dégradation thermique.

TABLEAU 2. Propriétés de résistance au feu et classification A1 des formulations

	Ignition (Oui/Non)	Perte de masse (%)	Elévation de température (°C)	Classification A1 (Oui/Non)
CEM I	**Non**	**12,2**	**61**	**Non**
CEM III	**Non**	**12,8**	**45**	**Oui**
MK I	**Non**	**4,2**	**43**	**Oui**
MK II	**Non**	**4,5**	**42**	**Oui**
FA I	**Non**	**13,3**	**72**	**Non**
FA II	**Oui**	**14,8**	**78**	**Non**

IV. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Cette étude a permis d'évaluer les performances mécaniques et la durabilité des formulations de géopolymères à base de métakaolin et de cendres volantes, en comparaison aux matériaux cimentaires (CEM I et CEM III), sous diverses conditions environnementales agressives, et ce, sans recours à la cure thermique pour les géopolymères. Les résultats obtenus mettent en lumière des différences significatives entre les formulations testées et leur aptitude à répondre à des exigences spécifiques en fonction des conditions d'exposition. La Fig. 7 indique quelle formulation a franchi avec succès chaque test de durabilité. Les notes attribuées dans le tableau de la Fig. 7 reflètent les

performances relatives des formulations, basées sur une évaluation qualitative des résultats expérimentaux obtenus dans différents tests.

Pâtes de ciments/géopolymères	CEM I	CEM III	MK I	MK II	FA I	FA II
Conditions de cure	22°C, 100% RH	22°C, 100% RH	22°C, Hermétique	22°C, Hermétique	22°C, Hermétique	22°C, Hermétique
Compression (90 jours)	39,8 ± 4,5 MPA	35,2 ± 2,4 MPA	27,2 ± 0,5 MPA	33,0 ± 2,7 MPA	26,7 ± 2,6 MPA	21,3 ± 3,5 MPA
Gel-dégel	★★★★★	★★★★★	★★★☆☆	★★★★☆	★☆☆☆☆	★☆☆☆☆
Carbonation	★★★☆☆	★★★☆☆	★★★★★	★★★★★	★★☆☆☆	★★☆☆☆
Attaque aux sulfates	★☆☆☆☆	★★☆☆☆	★★★★★	★★★★☆	★★★★★	★★★★★
Fixation des chlorures	★★★★★	★★★★☆	★☆☆☆☆	★★☆☆☆	★★☆☆☆	★★★☆☆
Résistance au feu	★★☆☆☆	★★★★☆	★★★★★	★★★★★	★☆☆☆☆	★☆☆☆☆

FIGURE 7. Résumé des performances des formulations utiliser dans divers environnements agressifs

- Les géopolymères à base de métakaolin, notamment MK II, ont démontré des performances mécaniques élevées, avec une résistance à la compression de 33 MPa à 90 jours rivalisant avec le CEM III.
- Les formulations à base de cendres volantes (FA I et FA II) ont montré des résultats inférieurs, avec une forte dégradation sous cycles de gel-dégel et des augmentations significatives de porosité, en raison de leur microstructure et de leur composition chimique hétérogène.
- Les géopolymères à base de métakaolin ont présenté une meilleure résistance à la carbonatation et à l'attaque sulfatique par rapport aux ciments, grâce à leur réseau aluminosilicaté stable.
- La capacité de fixation des chlorures reste cependant un point faible pour les formulations de géopolymères, limitant leur utilisation dans des environnements riches en chlorures comme les milieux marins.
- Les tests de résistance au feu ont mis en évidence la supériorité des géopolymères MK I et MK II, qui ont satisfait aux critères de classification A1, confirmant leur stabilité thermique et leur aptitude pour des applications exposées aux incendies.

Pour aller plus loin, plusieurs pistes de recherche peuvent être envisagées. L'optimisation des formulations géopolymériques, notamment par l'intégration de matériaux supplémentaires comme le laitier ou d'autres ajouts minéraux, améliorerait leurs performances, notamment en termes de résistance aux cycles de gel-dégel et de capacité de fixation des ions chlorure. Par ailleurs, une transition vers des études à l'échelle des mortiers et des bétons est essentielle pour évaluer l'applicabilité pratique de ces matériaux dans des scénarios de construction réels.

REFERENCES

Afnor, 2022. XP P18-458 Essai sur béton durci - Essai de carbonatation accélérée [WWW Document]. Afnor Ed. URL https://www.boutique.afnor.org/fr-fr/norme/xp-p18458/essai-sur-beton-durci-essai-de-carbonatation-acceleree/fa187358/340442 (accessed 8.12.24).

AFNOR, 2010. Béton - Essai pour béton durci - Essai de porosité et de masse volumique NF P18-459 [WWW Document]. Afnor Ed. URL https://www.boutique.afnor.org/fr-fr/norme/nf-p18459/beton-essai-pour-beton-durci-essai-de-porosite-et-de-masse-volumique/fa160729/34961 (accessed 1.9.24).

Afnor, 2008. NF P18-424 Bétons - Essai de gel sur béton durci - Gel dans l'eau - Dégel dans l'eau [WWW Document]. Afnor Ed. URL https://www.boutique.afnor.org/fr-fr/norme/nf-p18424/betons-essai-de-gel-sur-beton-durci-gel-dans-leau-degel-dans-leau/fa157736/916 (accessed 8.12.24).

Alloul, A., Amar, M., Benzerzour, M., Abriak, N.-E., 2023. Geopolymer mortar with flash-calcined sediments cured under ambient conditions. Constr. Build. Mater. 391, 131809. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.131809

Amorim Júnior, N.S., Andrade Neto, J.S., Santana, H.A., Cilla, M.S., Ribeiro, D.V., 2021. Durability and service life analysis of metakaolin-based geopolymer concretes with respect to chloride penetration using chloride migration test and corrosion potential. Constr. Build. Mater. 287, 122970. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122970

Amran, M., Al-Fakih, A., Chu, S.H., Fediuk, R., Haruna, S., Azevedo, A., Vatin, N., 2021. Long-term durability properties of geopolymer concrete: An in-depth review. Case Stud. Constr. Mater. 15, e00661. https://doi.org/10.1016/j.cscm.2021.e00661

Amran, Y.H.M., Alyousef, R., Alabduljabbar, H., El-Zeadani, M., 2020. Clean production and properties of geopolymer concrete; A review. J. Clean. Prod. 251, 119679. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.119679

Aydın, S., Baradan, B., 2012. Mechanical and microstructural properties of heat cured alkali-activated slag mortars. Mater. Des., New Rubber Materials, Test Methods and Processes 35, 374–383. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.10.005

Bakri, M.M.A., Mohammed, H., Kamarudin, H., Niza, I.K., Zarina, Y., 2011. Review on fly ash-based geopolymer concrete without Portland Cement. J. Eng. Technol. Res. 3, 1–4.

CERIB, 2022. Ressources minérales pour les liants des bétons décarbonés : disponibilité, perspectives d'évolution et innovations.

Davidovits, J., 2020. Geopolymer: chemistry & applications, 5th ed. ed. Institut Géopolymère, Saint-Quentin.

El Inaty, F., Marchetti, M., Quiertant, M., Omikrine Metalssi, O., 2023. Chemical Mechanisms Involved in the Coupled Attack of Sulfate and Chloride Ions on Low-Carbon Cementitious Materials: An In-Depth Study. Appl. Sci. 13, 11729. https://doi.org/10.3390/app132111729

French Standardization Association (AFNOR), 2018. NF EN 13501-1 [WWW Document]. Afnor Ed. URL https://www.boutique.afnor.org/en-gb/standard/nf-en-135011/fire-classification-of-construction-products-and-building-elements-part-1-c/fa187539/82734 (accessed 8.7.24).

Hobbs, 2001. Concrete deterioration: causes, diagnosis, and minimising risk [WWW Document]. URL https://journals.sagepub.com/doi/abs/10.1179/095066001101528420 (accessed 11.19.24).

Jindal, B.B., Sharma, R., 2020. The effect of nanomaterials on properties of geopolymers derived from industrial by-products: A state-of-the-art review. Constr. Build. Mater. 252, 119028. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119028

Jindal, B.B., Singhal, D., Sharma, S.K., Ashish, D.K., Parveen, 2017. Improving compressive strength of low calcium fly ash geopolymer concrete with alccofine. Adv. Concr. Constr. 5, 017–029.

Malhotra, V.M., Mehta, P.K., 2002. High-performance, high-volume fly ash concrete: materials, mixture proportioning, properties, construction practice, and case histories.

Nath, P., Sarker, P.K., Rangan, V.B., 2015. Early Age Properties of Low-calcium Fly Ash Geopolymer Concrete Suitable for Ambient Curing. Procedia Eng., Civil Engineering Innovation for a Sustainable 125, 601–607. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2015.11.077

NF 196-1, 2006. Méthodes d'essais des ciments.

Omary, S., 2017. Effet de l'incorporation des granulats recyclés sur le comportement et la durabilité vis-à-vis du gel-dégel des bétons (These de doctorat). Cergy-Pontoise.

Pouhet, R., Cyr, M., 2016. Carbonation in the pore solution of metakaolin-based geopolymer. Cem. Concr. Res. 88, 227–235. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.05.008

Shaikh, F.U.A., 2016. Mechanical and durability properties of fly ash geopolymer concrete containing recycled coarse aggregates. Int. J. Sustain. Built Environ. 5, 277–287. https://doi.org/10.1016/j.ijsbe.2016.05.009

Singh, R.P., Vanapalli, K.R., Jadda, K., Mohanty, B., 2024. Durability assessment of fly ash, GGBS, and silica fume based geopolymer concrete with recycled aggregates against acid and sulfate attack. J. Build. Eng. 82, 108354. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2023.108354

Standard NF EN ISO 1182 [WWW Document], 2020. . Afnor Ed. URL https://www.boutique.afnor.org/en-gb/standard/nf-en-iso-1182/reaction-to-fire-tests-for-products-noncombustibility-test/fa190427/85794 (accessed 11.28.24).

Taman, M., Ghazy, M., Abd Elaty, M., Eissa, M., 2021. Fresh and mechanical properties of fly ash-based geopolymer mortars activated by different alkaline. Int. J. Adv. Struct. Geotech. Eng. 05, 24–39. https://doi.org/10.21608/asge.2022.152693.1003

Trindade, A.C.C., Silva, F. de A., Alcamand, H.A., Borges, P.H.R., 2017. On The Mechanical Behavior of Metakaolin Based Geopolymers Under Elevated Temperatures. Mater. Res. 20, 265–272. https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2017-0101

Visser, J.H.M., 2014. Influence of the carbon dioxide concentration on the resistance to carbonation of concrete. Constr. Build. Mater., International Conference on Sustainable Construction Materials & Technologies 67, 8–13. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.11.005

Yun-fen, H., Dong-min, W., 2007. Effects of Activator on Compressive Strength of Fly Ash-Based Geopolymers. J. Build. Mater.

Développement de corrélations entre résultats d'essais ex-situ et autocontrôles en vue de simplifier les processus de justification des performances des produits à réemployer

Aghiless YAHMI [1,2,3]

1 Icam site de Nantes, 35 Av. du Champ de Manœuvres, 44470 Carquefou, France

2 Nantes Université, Ecole Centrale de Nantes, CNRS, GeM, UMR 6183, F-44600 Saint-Nazaire, France

3 Centre Scientifique et Technique du Bâtiment (CSTB), 77420 Marne-la-Vallée, France

RESUME Le recours aux essais non destructifs en remplacement des essais destructifs est une étape essentielle pour massifier et accélérer le réemploi des produits et matériaux (PM) dans le secteur du bâtiment. Actuellement, l'évaluation des performances des PM après des années de vieillissement repose majoritairement sur des essais destructifs, engendrant des coûts élevés et des délais importants qui freinent leur réemploi. Cet article propose une méthodologie innovante combinant l'analyse modale expérimentale à des approches numériques, permettant d'évaluer les propriétés ainsi que les dégradations des PM tout en préservant leur intégrité. L'approche développée présente l'avantage d'être applicable à différentes familles de produits et de répondre à plusieurs problématiques. Cette étude se concentre sur deux cas spécifiques : la détermination des propriétés, notamment le module d'élasticité et la masse volumique, et la détection de fissures dans les dalles de bardage minérales. Les résultats mettent en évidence la pertinence de cette méthodologie en fournissant des indicateurs fiables et reproductibles, ouvrant ainsi la voie à un réemploi plus systématique des PM, conformément aux principes de l'économie circulaire.

Mots-clefs réemploi, analyse modale, fissuration, éléments finis, algorithme génétique

I. INTRODUCTION

Le modèle socio-économique classique fonctionne principalement sur une économie linéaire (Jørgensen et al., 2018) où les entreprises produisent des biens que les consommateurs utilisent avant qu'ils ne se transforment en déchets. Cette pensée linéaire, repose sur une utilisation non viable des ressources et sur la production de grandes quantités de déchets, ce qui engendre des dommages environnementaux de grande ampleur (Wuni, 2022). Face à la raréfaction des ressources, ainsi qu'à la nécessité de réduire les émissions de gaz à effet de serre et la consommation d'énergie, l'adoption de modèles économiques alternatifs, tels que l'économie circulaire, devient une nécessité urgente, plaçant le réemploi des matériaux au cœur des solutions durables. Bien que le réemploi ait été omniprésent tout au long de l'histoire, il ne représente aujourd'hui que 1 % dans tout le secteur du bâtiment (Rotor, 2022), en raison de plusieurs obstacles interconnectés. Le vieillissement des différents matériaux de construction entraîne une variabilité de leurs propriétés (Poncelet et al., 2021), rendant leur réemploi incertain et compliquant leur assurance en l'absence de méthodologies de requalification adaptées. Aujourd'hui, ces dernières sont similaires aux méthodologies de produits neufs notamment pour les peaux de bardage rapporté

(Yahmi et al., 2024), engendrant des coûts d'évaluation élevés (Djaber, 2023) et des délais prolongés, dissuadant les acteurs du bâtiment. Ainsi, l'absence de protocoles de requalification adaptés aux enjeux du réemploi freine son développement à grande échelle.

Aujourd'hui, il existe des diagnostics qui permettent d'estimer le potentiel de réemploi d'un produit comme les poutres en bois de structure (Yahmi et al., 2023) mais ne permettent pas d'évaluer ses performances. Les méthodes de contrôle non destructif (CND) offrent une solution prometteuse en accélérant l'évaluation des matériaux tout en réduisant les coûts économiques, énergétiques et environnementaux. Parmi ces méthodes, l'analyse modale se distingue comme une approche efficace pour surmonter les limitations actuelles. Principalement utilisée dans le domaine du contrôle non destructif et de la mécanique des structures, elle permet de caractériser le comportement dynamique d'une structure en étudiant ses fréquences propres, ses modes de vibration et ses déformées modales (Piranda, 2001).

Il est établi qu'il est possible de déterminer analytiquement les fréquences propres d'un élément en fonction de sa géométrie et de ses conditions aux limites (Leissa, 1973). Par ailleurs, la méthode des éléments finis est couramment exploitée pour estimer les propriétés dynamiques des matériaux, notamment le module d'élasticité (E), le module de cisaillement (G) et le coefficient de Poisson (υ), dans le cas des tuiles et des éléments structurels en bois (Fogue-Djombou et al., 2019; Kouroussis et al., 2017). L'introduction des algorithmes génétiques et de la photogrammétrie dans cette approche permet d'affiner encore davantage la précision (Higoun et al., 2024). Par ailleurs, (Owolabi et al., 2003) ont démontré, sur des poutres en aluminium, que les fréquences naturelles d'une structure sont significativement influencées par la présence de fissures, en établissant des ratios entre un élément intact et un élément fissuré. Leurs résultats expérimentaux ont confirmé que la position et la profondeur des fissures ont un impact mesurable sur les fréquences propres.
Ce travail applique l'analyse modale à l'évaluation des matériaux de réemploi en combinant approche expérimentale, numérique et une méthode innovante basée sur les ratios de modes pour éliminer l'influence des propriétés (E, ρ) sur les résultats. Cette méthodologie vise à fournir une détection fiable et rapide des défauts tout en préservant l'intégrité des éléments. Par ailleurs, l'intégration d'algorithmes génétiques permettra d'affiner l'identification des propriétés (E, ρ).
L'approche développée a été appliquée à six gisements de bois lamellé-collé, un gisement de bois massif et cinq gisements de dalles de bardage minérales. Ces dernières sont constituées de pierre reconstituée, un matériau composite composé d'une matrice polymère intégrant plus de 90 % de renforts minéraux. Le présent article se concentre sur l'application de la méthodologie à l'un des gisements de bardage, en présentant en détail les procédures mises en œuvre ainsi que les résultats obtenus.

II. MATERIAUX ET METHODES

L'évaluation des propriétés mécaniques d'un élément nécessite, en premier lieu, d'identifier les propriétés pertinentes à déterminer en fonction de l'usage prévu. Dans le cadre de cette étude, l'objectif est d'évaluer les propriétés dynamiques des éléments, notamment le module d'élasticité E, ainsi que la masse volumique ρ, tout en détectant la présence de fissures ou de toute autre dégradation significative.

A. Matériaux

Pour ce travail, un gisement de 15 dalles de bardage minérales a été récupéré en 2024 d'un chantier de démolition à Vannes en Bretagne. Ces dalles mesurent 600 × 900 mm avec une épaisseur de 12,36 ± 0,28 mm (Figure 1.a). Elles sont composées à 88 % de charges minérales et à 11 % de résine polyester. Chaque élément est identifié par un nom Cx où x est le numéro de la dalle. Deux types d'éprouvettes ont été découpées à l'aide d'une scie diamantée :

- 30 éprouvettes de grande taille (600 × 300 × h mm), illustrées en Figure 1.b, ont été découpées en respectant le sens de la portée principale, correspondant à la direction de sollicitation du bardage. Ce sens a bien été aligné avec la longueur des éprouvettes. Notées Cxy où y = 1 à 3. La masse des éprouvettes a été déterminée à l'aide d'une balance de précision (0,01 g).
- 8 éprouvettes normées de dimensions (80 × 20 × h mm), comme montrées dans la Figure 1.c, découpées suivant la norme ISO 178 (AFNOR, 2019), destinées à un essai de flexion standard. Elles sont notées CxyFz où z est de 1 à 3.

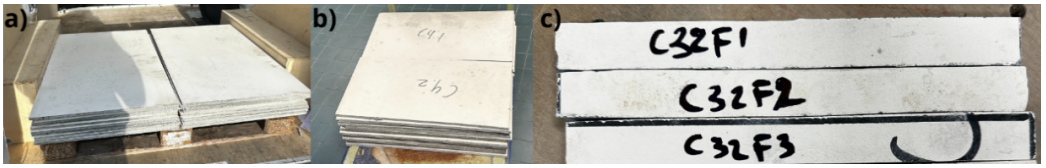


FIGURE 1. Illustrations des différentes éprouvettes de peau de bardage (a) Dalles en taille complète, (b) Éprouvettes de grande taille, (c) Éprouvettes de petite taille pour essai normé.

B. Essai de flexion 3 points

1. Petites éprouvettes

Les essais ont été réalisés sur les éprouvettes normées avec une vitesse de chargement fixée selon la norme ISO 178 (AFNOR, 2019). Les tests ont été faits sur une machine Instron 5566A, équipée d'une cellule de charge de 1 kN (précision de 5%). Le module de Young a été déterminé par corrélation d'image numérique avec GOM Snap 2020 et le logiciel ARAMIS Professional 2020, permettant un suivi sans contact des champs de déformation en surface.

2. Grandes éprouvettes

Le protocole suivi est conforme à la NF EN 14617-2 (AFNOR, 2016), sur la même machine que pour les petites éprouvettes avec une cellule de charge de 10 kN (précision de 5%). Avec des supports de flexion optimisés à un diamètre de 20 mm selon les formules théoriques établis par (Baratta, 1984). La vitesse d'essai a été fixée à 0,25 MPa/s (AFNOR, 2016). Le module de Young et la résistance à la flexion ont été évalués selon la même méthodologie que pour les petites éprouvettes.

C. Essai de fatigue

Générer une fissure contrôlée dans ce type de matériau fragile sans provoquer une rupture complète représente un défi technique vu sa faible résistance à la propagation des fissures. Pour surmonter cette difficulté, un essai de fatigue est mis en place. L'essai s'est fait dans les mêmes conditions que l'essai de flexion, sur 5 grandes éprouvettes, avec pour seule différence l'application d'une charge cyclique de 700 N (valeur proche du seuil de rupture, déterminée expérimentalement). Cette charge a été appliquée de manière cyclique jusqu'à l'apparition des

premiers signes de fissuration, identifiés par l'émission d'un bruit associé au début de rupture. Le test est alors immédiatement arrêté afin de préserver l'intégrité de la peau de bardage.

D. Analyse modale expérimentale

L'analyse modale expérimentale est réalisée pour caractériser les fréquences propres et les modes de vibration des éléments. Les grandes éprouvettes sont posées sur des mousses souples, dont la faible rigidité garantit des conditions aux limites libres, minimisant les interactions avec l'environnement (Bui, 2020). Le protocole consiste à exciter les matériaux à l'aide d'un marteau d'impact instrumenté et à mesurer les réponses vibratoires via des accéléromètres PCB Piezotronics 303A03 grâce à un système Bruel & Kjaer. La fonction de réponse en fréquence (FRF) est ensuite utilisée pour établir la relation entre l'excitation et la réponse vibratoire, permettant d'extraire précisément les fréquences naturelles et d'identifier les modes de vibration (Figure 2). Ces données sont ensuite exploitées pour calibrer les modèles numériques et affiner l'estimation des propriétés mécaniques des matériaux. La reproductibilité des résultats est assurée par l'utilisation de la moyenne obtenue à partir de cinq impacts successifs réalisés.

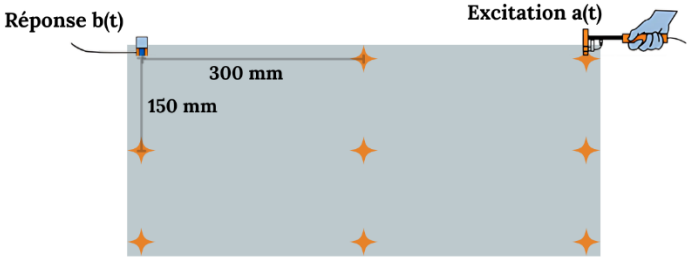


FIGURE 2. Schéma du principe de l'analyse modale expérimentale.

A. Méthodologie générale

1. Diagnostic

Le diagnostic préliminaire, basé sur un arbre décisionnel, une analyse visuelle et des outils simples, évalue le potentiel de réemploi des éléments étudiés. Ces derniers ne sont toutefois pas détaillés dans cet article. Les dégradations superficielles, l'altération de l'intégrité du matériau et l'état du système de fixation (trous de vis, rainures) sont pris en compte afin de prévenir tout risque de détachement.

2. Evaluation des propriétés (E , ρ)

Plusieurs paramètres sont mesurés sur l'ensemble des grandes éprouvettes : masse, dimensions et fréquences propres. Ces données permettent d'estimer une masse volumique apparente ρ et d'établir un modèle analytique qui utilise la première fréquence modale (f_1) pour calculer une valeur initiale du module d'élasticité E selon l'équation 1, issue de la théorie classique des poutres minces, cette approche est applicable à tout élément dont le ratio épaisseur sur longueur est inférieur à 1/20 (Bui, 2020).

$$f_n = \frac{a_n}{2\pi L^2}\sqrt{\frac{EI}{A\rho}} \qquad (1)$$

Avec : $a_1 = \left(\frac{3\pi}{2}\right)^2$ où I le moment d'inertie secondaire, tandis que A et L correspondent respectivement à la section transversale et à la longueur de l'échantillon.

Ces valeurs (E , ρ) servent ensuite de données d'entrée pour le modèle numérique, qui est la deuxième phase de la méthodologie. Le modèle numérique est construit à partir de la géométrie mesurée en conditions libres et est enrichi par les fissures identifiées. Un script en *Ansys Parametric Design Language* (APDL) pour automatiser la génération du modèle sous Ansys et un algorithme génétique (sous Matlab) sont utilisés pour automatiser l'ajustement des paramètres E et ρ, minimisant l'écart de fréquence suivant la formule 2.

$$Erreur_i\ (\%) = \frac{(f_{exp_i} - f_{num_i})}{f_{exp_i}} \times 100 \qquad (2)$$

Cet algorithme repose sur des opérateurs de sélection, de croisement et de mutation afin d'identifier les combinaisons optimales de ces paramètres (Higoun et al., 2024). La taille du maillage, de type quadratique, est optimisée de manière à assurer la convergence des fréquences propres sans alourdir les temps de calcul. Une fois cette convergence atteinte, les valeurs finales de E et ρ sont attribuées à l'élément.

3. Identification de présence de fissures

Cette troisième partie, consiste à calculer les ratios de fréquences obtenus à partir de l'analyse modale, à l'aide de la formule 3, et à la comparer aux valeurs contenues dans une base de données créée par avance.

$$Ratio_i = {}^{f_1}/_{f_i} \qquad (3)$$

Cette base de données regroupe des ratios obtenus numériquement à l'aide d'un script combinant Matlab et APDL, appliqué à des modèles présentant des fissures de tailles variables mais conservant la même géométrie que l'élément testé expérimentalement. Cette comparaison permet de détecter, en cas d'écart important entre le numérique et l'expérimental, la présence de dégradations importantes, telles que des fissures ou des altérations internes, non identifiées par le diagnostic initial. Il est important de noter que ce ratio, rarement cité en littérature, constitue une approche innovante qui n'est pas influencée par les propriétés (E , ρ) de l'élément.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

A. Diagnostic des dalles

Le diagnostic a été réalisé sur l'ensemble de dalles et des éprouvettes, révélant l'absence de toute dégradation. En effet, ce gisement est visuellement neuf d'après son état, même en l'absence d'informations sur la date d'installation ou son historique d'usage.

B. Etude de la fiabilité du test de flexion développé

Des tests de flexion ont été effectués sur les petites et grandes éprouvettes afin de comparer les modules obtenus par essais destructifs dans les deux configurations et de vérifier leur concordance. Cette analyse permet d'évaluer la représentativité des essais normés par rapport aux échantillons de plus grande taille, plus proches des conditions réelles d'utilisation. La Figure 3 synthétise les résultats obtenus. Ces derniers montrent que le module moyen des petites éprouvettes 22,83 ± 0,92 GPa est légèrement supérieur à celui des grandes éprouvettes 18,21 ± 1,68 GPa. Ces résultats montrent que les valeurs obtenues sur les grandes éprouvettes sont proches de celles des petites, confirmant ainsi la faisabilité des tests sur des éprouvettes de grande taille pour une évaluation plus représentative des propriétés mécaniques des dalles destinées au réemploi.

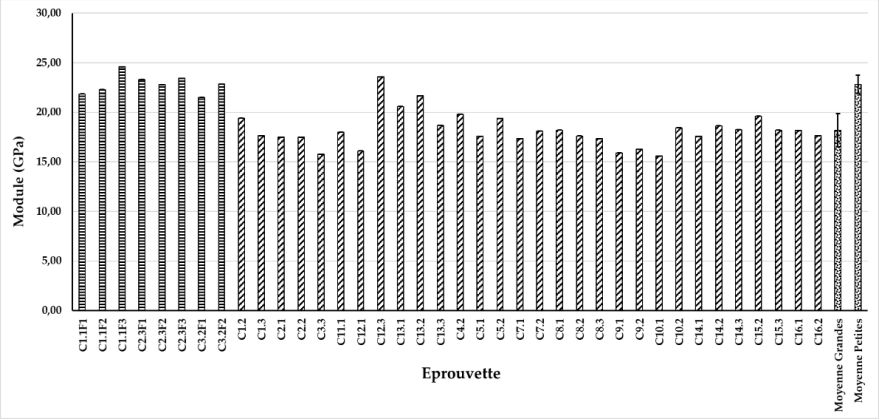


FIGURE 3. Comparaison des modules obtenus entre les essais de flexion sur petites et grandes éprouvettes.

C. Détermination des propriétés E et ρ

La première étape de l'étude consiste à réaliser des essais d'analyse modale expérimentale sur l'ensemble des grandes éprouvettes. Ces essais sont effectués sur les deux faces de chaque élément afin d'évaluer la répétabilité des mesures. La Figure 4 montre un exemple qui illustre cela. Les intensités varient mais les pics restent similaires démontrant ainsi la répétabilité des mesures et les similarités entres les deux faces.

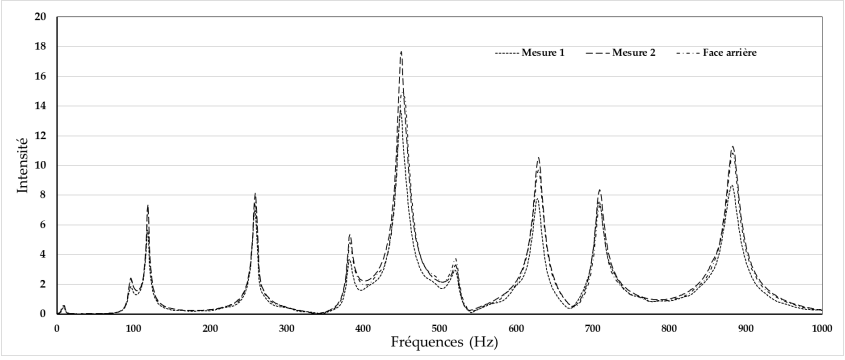


FIGURE 4. Répétabilité des mesures sur les deux faces de l'éprouvette C7.3.

Ensuite, tous les premiers modes de vibration en flexion sont extraits des données traitées à l'aide de deux algorithmes sur Python et Matlab. Le Tableau 1 présente les résultats obtenus par l'algorithme génétique après les simulations numériques.

TABLEAU 1. Récapitulatif de quelques résultats analytiques et numériques

Eprouvette	$E_{expérimental}$ (GPa)	$E_{numérique}$ (GPa)	Ecart (GPa)	Ecart (%)
C5.1	17,58	17,40	0,18	1,02
C5.2	19,40	19,90	-0,50	-2,58
C7.1	17,35	17,00	0,35	2,02
C7.2	18,11	16,38	1,73	9,55
C8.1	18,19	18,50	-0,31	-1,70
C8.2	17,62	18,10	-0,48	-2,72
C8.3	17,35	18,80	-1,45	-8,37

C9.1	15,90	16,10	-0,20	-1,26
C9.2	16,28	15,60	0,68	4,18
C10.1	15,60	16,90	-1,30	-8,33
C14.1	17,58	17,70	-0,12	-0,68
C14.2	18,64	17,60	1,04	5,58
C14.3	18,24	18,90	-0,66	-3,64
C15.2	19,60	18,10	1,50	7,65
C15.3	18,20	17,10	1,10	6,04
C16.1	18,18	18,00	0,18	0,99
C16.2	17,65	16,00	1,65	9,35
Moyenne	17,73	17,53		
Ecart-type	1,04	1,12		

La comparaison entre les modules de Young expérimentaux et numériques, respectivement en moyenne 17,73 ± 1,04 GPa et 17,53 ± 1,12 GPa montre une différence moyenne de 0,20 GPa. Cette faible différence (moins de 10 %) indique que les résultats numériques sont globalement cohérents avec les valeurs expérimentales et confirme que le modèle numérique est globalement fiable pour représenter les propriétés mécaniques observées expérimentalement.

D. Détection de présence de fissures

Afin d'identifier la présence de fissures dans les peaux de bardage minérales, la première étape a consisté à isoler l'effet de la variation des propriétés mécaniques sur les fréquences propres. Le Tableau 2 présente des exemples purement numériques d'éléments sains dont les dimensions et propriétés mécaniques sont spécifiées. Les résultats obtenus montrent que les variations de ces dernières n'affectent pas les ratios de fréquences, confirmant ainsi que cette approche permet de s'affranchir des incertitudes liées aux propriétés du matériau. La constance des ratios constitue un indicateur fiable pour détecter et caractériser les fissures, indépendamment des variations des propriétés mécaniques, permettant ainsi une évaluation simplifiée, robuste et généralisable des peaux de bardage minérales en comparant directement les fréquences expérimentales et numériques.

TABLEAU 2. Exemples de résultats numériques : influence de différentes combinaisons de (8–12 GPa) et de $\rho_{numérique}$ (450–700 kg/m³) sur les ratios modaux, avec un coefficient de Poisson υ fixé.

L (m)	b (m)	h (m)	Ratio_2	Ratio_3	Ratio_4
0,50	0,0875	0,0100	0,3624	0,3002	0,1848
0,50	0,1625	0,0575	0,6181	0,4393	0,3885
0,86	0,1625	0,0575	0,3891	0,3722	0,3713
1,21	0,0500	0,0100	0,3628	0,2012	0,1851
1,57	0,1625	0,0575	0,3656	0,3654	0,2051
1,93	0,0500	0,0100	0,3628	0,2005	0,1851
2,29	0,1625	0,0575	0,3641	0,3594	0,1868
2,64	0,0500	0,0100	0,3628	0,2003	0,1851
2,64	0,1250	0,0575	0,4629	0,3639	0,1864
3,00	0,0500	0,0100	0,3628	0,2002	0,1851

Pour illustrer et valider ces résultats théoriques, des éprouvettes notées C5.1, C7.1, C14.1, C14.2 et C15.2 ont été soumises à des essais de fatigue pour générer des fissures. Les modes de vibrations

en flexion (f_1, f_2, f_3, f_5 *et* f_6) ont été extraits avant et après fissuration. La fréquence f_4 est absente car elle correspond à un mode de torsion (Bui, 2020) qui n'a pas été détecté lors du test de contrôle non destructif. Conformément aux principes de flexion en trois points, la fissure est générée vers le centre de la partie inférieure de l'échantillon. Elle s'étend sur toute la largeur avec une ouverture très fine. Des modèles numériques ont été réalisés suivant la méthodologie développée et l'ensemble des résultats est présenté dans le Tableau 3.

TABLEAU 3. Récapitulatif des résultats expérimentaux et numériques de la peau de bardage saine et fissurée.

Eprouvette	Modèle	Etat	f_1 (Hz)	f_2 (Hz)	f_3 (Hz)	f_5 (Hz)	f_6 (Hz)	$E_{numérique}$* (GPa)	$\rho_{numérique}$* (kg/m³)
C5.1	Expérimental	Sain	94	115	251	366	434	16,7	2188
		Fissuré	80	113	244	363	436		
	Numérique	Sain	95	114	252	392	439		
		Fissuré	80	117	251	379	442		
C7.1	Expérimental	Sain	94	114	252	363	435	15,88	2167
		Fissuré	82	113	244	361	430		
	Numérique	Sain	95	114	252	392	439		
		Fissuré	83	113	245	383	436		
C14.1	Expérimental	Sain	97	118	261	380	450	16,2	2117
		Fissuré	77	117	250	376	442		
	Numérique	Sain	98	118	261	407	454		
		Fissuré	78	117	250	392	450		
C14.2	Expérimental	Sain	103	130	283	431	482	17,68	2136
		Fissuré	82	129	273	423	479		
	Numérique	Sain	104	128	281	449	488		
		Fissuré	82	126	270	429	484		
C15.1	Expérimental	Sain	99	125	277	425	474	17,28	2206
		Fissuré	80	123	266	418	470		
	Numérique	Sain	100	124	272	437	470		
		Fissuré	84	122	263	422	467		
* Pour le modèle sain									

Pour le modèle numérique de C5.1, par exemple, l'algorithme génétique a déterminé les propriétés E = 16,7 GPa et ρ = 2188 kg/m³ , qui ont ensuite été retenues. Les modes répertoriés sont globalement similaires entre les cas sain et fissuré, sauf certains modes comme f_1, f_3 et f_5 qui montrent une diminution notable. Cette baisse résulte de la fissure, qui modifie la rigidité de l'élément et affecte ainsi les modes (Agarwalla and Parhi, 2013). Globalement, le modèle numérique reproduit avec précision les résultats expérimentaux, avec des écarts inférieurs à 2 % pour f_1. Ces écarts sont un peu plus importants pour les autres modes, allant jusqu'à 9 % pour f_5. L'analyse des ratios, présentée dans le Tableau 4, permet de visualiser les valeurs obtenues pour les éléments sains et fissurés, en simulation numérique comme en expérimentation. Les écarts entre les résultats numériques et expérimentaux, respectivement pour les cas sains et fissurés, restent faibles et ne dépassent pas 5 % pour f_1, et allant jusqu'à 7 % pour f_5, montrant l'efficacité du modèle numérique et suggérant qu'une optimisation des paramètres, notamment par une mesure plus précise des dimensions et un affinement des calculs via l'algorithme génétique, pourrait encore réduire ces différences et améliorer la précision du modèle. Plus encore, la comparaison entre ratios des

éléments sains et fissurés (en numérique et en expérimental) montre des variations entre 9 % et 19 % selon le mode étudié. Ces résultats indiquent que la simple comparaison des ratios permet de détecter efficacement la présence de dégradations et de rejeter un élément.

TABLEAU 4. Récapitulatif des ratios calculés ainsi que les écarts en %.

	Eprouvette	Modèle	Etat	Ratio 2	Ratio 3	Ratio 5	Ratio 6
Ratios	C5.1	Expérimental	Sain	0,817	0,375	0,257	0,217
			Fissuré	0,708	0,328	0,220	0,183
		Numérique	Sain	0,833	0,378	0,243	0,217
			Fissuré	0,682	0,318	0,210	0,180
	C7.1	Expérimental	Sain	0,825	0,373	0,259	0,216
			Fissuré	0,726	0,336	0,227	0,191
		Numérique	Sain	0,834	0,378	0,243	0,217
			Fissuré	0,733	0,338	0,216	0,190
Ecarts (%)	C5.1	Comparaisons entre modèles	Entre sain (exp) et fissuré (exp)	13,39	12,45	14,19	15,28
			Entre sain (num) et fissuré (num)	18,19	15,88	13,31	16,90
			Entre sain (exp) et sain (num)	-1,97	-0,84	5,48	-0,10
			Entre fissuré (exp) et fissuré (num)	3,69	3,11	4,52	1,80
	C7.1		Entre sain (exp) et fissuré (exp)	11,99	9,91	12,28	11,75
			Entre sain (num) et fissuré (num)	12,06	10,61	11,09	12,51
			Entre sain (exp) et sain (num)	-1,11	-1,28	6,25	-0,38
			Entre fissuré (exp) et fissuré (num)	-1,03	-0,49	4,97	0,48

IV. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

A. Conclusions

- Les simulations numériques concordent bien avec les essais expérimentaux, avec des écarts faibles, confirmant la fiabilité de l'approche sur les dalles (à petite et grande échelle). Une optimisation des paramètres (mesures plus précises, ajustement par algorithme génétique) pourrait améliorer davantage la précision des résultats.
- L'approche développée permet d'évaluer les propriétés mécaniques, et de détecter les fissures. Elle constitue une méthodologie fiable pour la classification des matériaux dans une logique de réemploi. Rapide, simple à mettre en œuvre et sans difficulté technique majeure, l'analyse modale expérimentale offre un fort potentiel d'industrialisation pour le tri et le contrôle qualité, en comblant l'absence actuelle de protocoles de requalification.

B. Perspectives

- Développer une base de données des ratios de fréquences pour renforcer la détection des dégradations et l'optimisation de l'échantillonnage.
- Comparer avec des dalles neuves pour établir des valeurs de référence et mieux situer les performances des éléments issus du réemploi.
- Définir les limites de la méthode et établir des seuils de rejet en fonction des valeurs de ratios est essentiel pour garantir une évaluation fiable des éléments réemployés.

- Développer des zones de fissuration contrôlées et concevoir un modèle d'interprétation des résultats notamment en se basant sur la base de données des ratios.
- Analyser l'influence de la présence de fissures sur la résistance mécanique, l'évolution des modes de vibration, les variations des ratios de fréquences ainsi que sur l'amortissement.

REFERENCES

AFNOR, 2019. NF EN ISO 178 : Plastiques - Détermination des propriétés en flexion.

AFNOR, 2016. NF EN 14617-2 : Pierre agglomérée - Méthodes d'essai - Partie 2 : détermination de la résistance à la flexion (traction).

Agarwalla, D.K., Parhi, D.R., 2013. Effect of Crack on Modal Parameters of a Cantilever Beam Subjected to Vibration. Procedia Engineering, Chemical, Civil and Mechanical Engineering Tracks of 3rd Nirma University International Conference on Engineering (NUiCONE2012) 51, 665–669. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.01.094

Baratta, F.I., 1984. Requirements for Flexure Testing of Brittle Materials, in: Methods for Assessing the Structural Reliability of Brittle Materials. Presented at the Methods for Assessing the Structural Reliability of Brittle Materials, ASTM International, pp. 194–222. https://doi.org/10.1520/STP35245S

Bui, T.A., 2020. Experimental and numerical uncertain vibration analysis of multilayered timber structures assembled using compressed wood dowels (These de doctorat). Université de Lorraine.

Djaber, M., 2023. Equation économique du réemploi dans le bâtiment. IFPEB. URL https://www.ifpeb.fr/webinaire-equation-economique-du-reemploi-dans-le-batiment/ (accessed 9.16.24).

Fogue-Djombou, Y.I., Corn, S., Clerc, L., Salze, D., Garcia-Diaz, E., 2019. Freeze-thaw resistance of limestone roofing tiles assessed through impulse vibration monitoring and finite element modeling in relation to their microstructure. Construction and Building Materials 205, 656–667. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.211

Higoun, A., Amamra, M.A., Bourahla, N., 2024. Structural and Material Identification of Historic Monuments through AI-based Photogrammetry and Ambient Vibration Testing. Academic Journal of Civil Engineering 42, 107–116. https://doi.org/10.26168/ajce.42.1.10

Jørgensen, S., Pedersen, L.J.T., 2018. The Circular Rather than the Linear Economy, in: Jørgensen, S., Pedersen, L.J.T. (Eds.), RESTART Sustainable Business Model Innovation. Springer International Publishing, Cham, pp. 103–120. https://doi.org/10.1007/978-3-319-91971-3_8

Kouroussis, G., Ben Fekih, L., Descamps, T., 2017. Assessment of timber element mechanical properties using experimental modal analysis. Construction and Building Materials 134, 254–261. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.12.081

Leissa, A.W., 1973. The free vibration of rectangular plates. Journal of Sound and Vibration 31, 257–293. https://doi.org/10.1016/S0022-460X(73)80371-2

Owolabi, G.M., Swamidas, A.S.J., Seshadri, R., 2003. Crack detection in beams using changes in frequencies and amplitudes of frequency response functions. Journal of Sound and Vibration 265, 1–22. https://doi.org/10.1016/S0022-460X(02)01264-6

Piranda, J., 2001. Analyse modale expérimentale. https://doi.org/10.51257/a-v1-r6180

Poncelet, F., Vrijders, J., 2021. J. Technical framework for re-used materials: How can the technical performance of re-used materials be justified? (In French). CSTC, Brussels, Belgium.

Rotor, 2022. Réemploi des matériaux de construction – Recensement des filières et mise en œuvre des pratiques de réemploi en France.

Wuni, I.Y., 2022. Mapping the barriers to circular economy adoption in the construction industry: A systematic review, Pareto analysis, and mitigation strategy map. Building and Environment 223, 109453. https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2022.109453

Yahmi, A., Nouri, M., Tahlaiti, M., Khelidj, A., Raffin, C., Place, N., 2023. Mind-Mapping Assessment of Reuse Potential of Glulam: An Experimental Study. Buildings 13, 2929. https://doi.org/10.3390/buildings13122929

Yahmi, A., Rolle, A., 2024. Méthodologie de diagnostic et d'évaluation des performances pour le réemploi de bardages rapportés Projet SPIROU.

Evaluation of Suitable Soils for Compressed Earth Block Manufacturing

Noel CHIA[1,2,3]

[1] *Icam, Site de Nantes, 35 av. du Champ de Manœuvres, 44470 Carquefou, France*

[2] *Nantes Université, Ecole Centrale de Nantes, CNRS, GeM, UMR 6183, F-44600 Saint-Nazaire, France*

[3] *Institut Ucac-Icam, BP 5504, Douala, Cameroon.*

ABSTRACT: This study aims to establish soil suitability criteria for compressed earth block (CEB) production, addressing the limitations of existing granulometry and plasticity nomograms in evaluating soil for unstabilized CEBs. Soils were sourced from five deposits, and their fine particles were analyzed using X-ray diffraction (XRD), methylene blue value (MBV), and granulometric analysis. Large portions of the soils were dried and sieved into various grain size classes, which were then mixed in specific proportions to produce 50 soil samples with known granulometric characteristics. Compressed earth blocks (CEBs) were made from each sample, and their compressive strengths were evaluated. Additionally, some blocks were characterized for shrinkage, and empirical models linking the compressive strength and shrinkage values of CEBs to specific soil characteristics were developed. This helped to establish a more objective soil suitability criterion based on minimum compressive strength and maximum shrinkage values. This research paves the way for a more reliable and systematic approach to soil assessment for earth-based construction, while emphasizing the necessity of considering a broader range of soil and production parameters to expand the current soil selection criteria.

Keywords: Compressed earth block; Earth construction; Suitable soil for construction; Compressive strength; Soil shrinkage.

I. INTRODUCTION

Sub-Saharan Africa is experiencing a significant demographic surge, with a population of 800 million projected to reach 2 billion by 2050 **(Zuberi and Thomas, 2012)**. The construction industry, a sector with immense potential for environmental, social, and economic impacts **(Fei et al., 2021)**, must effectively respond to the growing demand for housing. Currently, housing remains a significant challenge even at the local level. According to estimates by the United Nations-Habitat Program, around 60 percent of the population in Yaoundé, the capital of Cameroon, lives in slum settlements **(UN-Habitat, 2020)**. Due to the relatively high construction cost, about 87.6% of Cameroonian families cannot afford to own a home without direct aid from the state **(INS, 2020)**. On the other hand, in 2017, building construction and operations accounted for approximately 36% of global energy consumption and 39% of energy-related carbon dioxide (CO_2) emissions. Of this, 11% resulted from the manufacturing of building materials and products like steel, cement, and glass, while 28% came from operational emissions related to heating, cooling, and powering buildings **(Global Status, 2018)**. This suggests that efforts to address housing challenges and accommodate demographic growth will likely result in heightened energy demands and increased

emissions. In this context, eco-construction emerges as a vital solution, offering a pathway to reduce the industry's environmental impact while promoting sustainable development. Various sustainable housing concepts are currently being explored, and building with earth has shown considerable promise and has garnered significant research interest in recent years **(Shantanu et al., 2022; Turco et al., 2021)**. Among various earth construction methods, compressed earth blocks (CEBs) stand out, as they represent a modern evolution of adobe. They offer modular advantages that facilitate easier construction and design flexibility, and are distinguished by a compaction process that uses mechanical stabilization to create denser and stronger blocks **(Turco et al., 2021)**. CEBs also require less water during production, minimizing excessive shrinkage and enhancing durability. The controlled compaction process lowers porosity, improving dimensional stability and reducing the risk of structural failure **(Brahim et al., 2025)**. Additionally, CEBs allow for efficient space utilization, as they can be stacked immediately after production **(Houben and Guillard, 1989)**. Despite the extensive research published on earth constructions, the effective implementation of this building technique still encounters several challenges. These include ambiguity in soil selection criteria for earth constructions, a lack of universally accepted standards for production and testing, insufficient models to describe the durability and longevity of constructed buildings, etc. **(Islam et al., 2020)**.

Soil selection recommendations based on granulometry and plasticity are available in various literature **(AFNOR, 2021; Houben and Guillard, 1989; Rigassi, 1995)**. However, the recommendations often vary among authors and can be broad or vague, complicating the soil assessment process **(Ciancio and Jaquin, 2011)**. Furthermore, the literature presents numerous cases where soils not meeting established recommendations can still produce quality earth blocks. In contrast, some soils that comply with these guidelines may result in poor-quality blocks. These inconsistencies have led many researchers **(Ciancio and Jaquin, 2011; Hamard et al., 2018; Nshimiyimana et al., 2022; Rojat et al., 2020)** to question the adequacy of the current standards and methods used for soil assessment. To address this gap, this work proposes an objective method of soil selection for earth construction, based on empirical relationships established between soil properties and structural characteristics of CEBs: compressive strength and shrinkage. The goal is to generate evidence-based insights that can inform the development of improved soil evaluation procedures, potentially enhancing the sustainable use of local earth materials for affordable, high-performance building solutions. In this study, soil samples were collected from five deposits in different parts of Cameroon. These locations were selected to ensure that the samples exhibited distinct characteristics. The soil from each deposit was sieved to obtain different grain size classes, which were then mixed in defined proportions to create soil samples with specific granulometries, resulting in a total of 50 soil samples. XRD analyses were conducted, followed by the determination of MBV for the fine particles that passed through a 0.2 mm sieve from each deposit. Next, the static optimum moisture content (OMC) for each sample was also determined, compressed earth blocks (CEBs) were produced, and their compressive strengths and shrinkage were measured. The effects of soil properties on the compressive strength and shrinkage of CEBs were analyzed using an empirical model. This relationship served as a base in developing a clear methodology for selecting suitable soil for CEB production.

II. MATERIAL AND METHOD

A. Soil collection and characterization

Soil was collected from earth block-making sites in five towns in Cameroon: Maroua (Ma), Garoua (Ga), Bamenda (Ba), Bertoua (Be), and Douala (Do), using the diagonal sampling method as described by Mathieu and Pieltain **(2003)**.

Soil from each deposit was sun-dried, crushed, and sieved through a 0.2 mm sieve. The coarse fraction (particles > 0.2 mm) was washed and sieved through various sieve sizes: 20 mm, 6.3 mm, 2 mm, 1 mm, 0.63 mm, and 0.4 mm. The particles on each sieve were then dried and mixed in specific ratios to create samples with granulometric structures labeled "C1" to "C10" (Figure 1). From the five deposits and ten granulometric structures, a total of 50 soil samples were obtained. Each sample is named to reflect its soil deposit and the curve that defines the granulometry of its coarse fraction. For example, "MaC1" indicates the soil sample from the Ma deposit, with the coarse fraction represented by curve C1. The fine fraction of each sample (particles < 0.2 mm) retained the original granulometry of the deposit from which the soil was collected. This fine fraction was characterized through the methylene blue value test (MBV), which correlates with the soil's plasticity properties (Suhendra Nugraha et al., 2020), in accordance with NF P94-068 (AFNOR, 1996). This was followed by X-ray diffractometry (XRD) conducted with a Seifert Calypso goniometer (40 kV, 40 mA, copper anode, wavelength 1.5418 Å). Their particle size distribution (PSD) of the fine fraction was determined by wet sieving and the hydrometer method described in NF ISO 11277 (AFNOR, 2020).

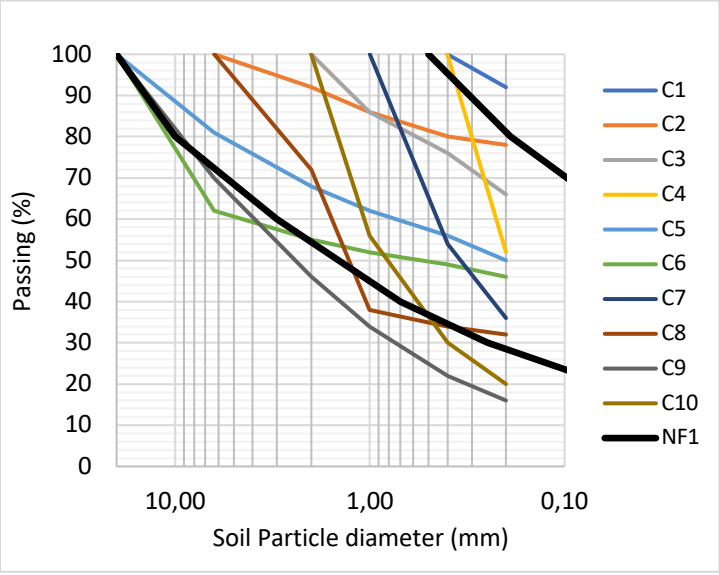


FIGURE 1. **Granulometric curves of coarse-grained soil samples.**

Curves: NF1, NF2 (XP_P13_901 2001**)** (AFNOR, 2021) **; C1, C2, C4, C9 (Rojat et al., 2020); C3 (Goutsaya et al., 2021); C6 (Wouatong, 2015); C8 (Pagna Kagonbe et al., 2020); and C10, C7, C5 (Tchamba et al., 2012).**

B. Production of CEBs

Firstly, the static OMCs of each sample were determined to identify the moisture levels at which each sample achieves it optimal compaction. The procedure described in Boubekeur et al. (2000) was adopted, given that the method better reflects CEB production when compared to the Proctor test (Nshimiyimana et al., 2022). The procedure involved preparing soil samples with varying

moisture contents by mixing them with distilled water. Each mixture was placed in a compaction mold, where a compacting pressure of 6 MPa was applied using a static compaction machine, simulating conditions for earth brick production. The resulting dry densities were measured and plotted against their moisture contents to create a moisture-density curve, identifying OMC at the peak of the curve. This method ensures that the OMCs are theoretically valid and relevant to production, enhancing the reliability of the evaluated material properties. Furthermore, each soil sample was mixed with distilled water to achieve its OMC, ensuring uniform texture. Five CEBs were produced from each mixture at a forming pressure of 6 MPa, a value between medium and high compression as defined by Rigassi (1995). After production, the compressed earth blocks (CEBs) were allowed to dry in a room where the temperature and humidity varied slightly around 25°C and 76%, respectively, until they reached a constant mass. They were then tested for compressive strength after a curing period of 14 days.

C. Compressive strength and shrinkage test on CEBs

The compressive strength test was conducted following the equipment description, material preparation, and operational procedures outlined in XP P13-901 (AFNOR, 2021). A slight deviation from this standard was implemented by performing a direct unit test on cubes measuring 4x4x4 cm (Hussain et al., 2023) instead of a stacking of two half blocks separated by mortar. This adjustment aimed to avoid yielding an unconfined masonry strength rather than the actual strength of the blocks, and also to eliminate variations that may arise from mortar performance and the quality of workmanship in preparing the prism (Morel et al., 2007).

The shrinkage analysis was conducted on selected soil samples to evaluate the effect of soil properties on the shrinkage of CEBs. The study was done on samples with 92%, 66%, and 32% fines content (C1, C3, and C8 soils) from various deposits, with brick sizes measuring approximately 10cm×10cm×10cm. This targeted selection reduced the number of evaluations while allowing for a general view of the entire experimentation domain. Four CEBs of each size were produced from the stated samples, and their dimensions were measured before being allowed to dry in a room at 25°C until they reached a constant mass and dimensions over 14 days. Afterward, they were dried again in an oven for 48 hours at 105°C. Their final dimensions were taken, and the shrinkage value was calculated as a percentage of the initial dimensions of the soil blocks.

D. Empirical Models

The empirical analysis involved studying data from 50 soil characteristics to establish separate relationships between soil properties and compressive strength, as well as between soil properties and shrinkage. These relationships guided the formulation of empirical models that define soil suitability for compressed earth block (CEB) production. The models focus on identifying suitable soil types based on minimum compressive strength values and maximum shrinkage values. This approach enables the development of a range of soil materials that meet the necessary criteria for effective earth construction, enhancing the reliability and applicability of soil assessments in this context.

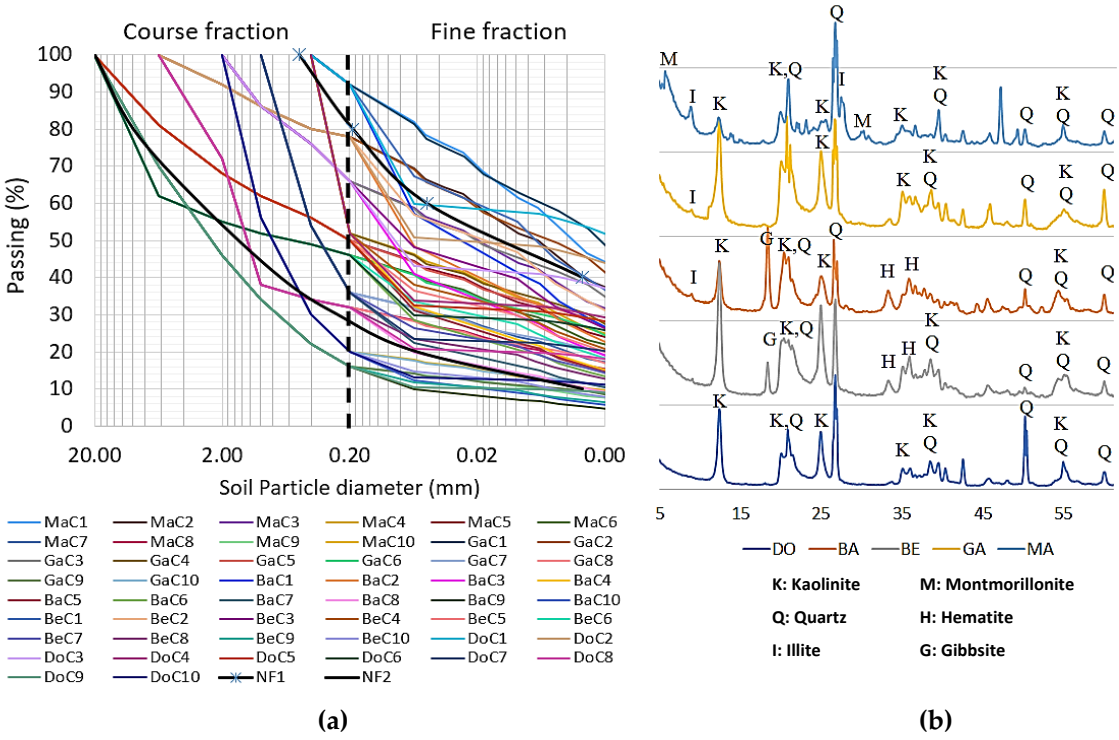
II. RESULTS AND DISCUSSION

A. Characterization of soil samples

Figure 2a presents the granulometric curves obtained for all 50 soil samples. The clay content of the soil from each deposit is summarized in Table 2, along with its respective MBV. The MBV values range from 4.79 g/100g to 0.62 g/100g, in decreasing order: Ma, Ga, Be, Ba, Do. The XRD analysis (Figure 2b) revealed a diverse range of mineral compositions in the soil samples. Importantly, the Do sample was predominantly composed of quartz and kaolinite, which are also present in all deposits. In addition to quartz and kaolinite, the soil from Ma contained montmorillonite and illite, while the soils from Ga and Be exhibited traces of illite. Furthermore, both the Ba and Be soils, classified as lateritic, featured hematite and maghemite.

The Ma sample, with a clay content of 49.7% and the presence of montmorillonite, exhibits the highest MBV of 4.785 g/100g. This high value indicates a strong capacity for dye adsorption, largely due to montmorillonite's extensive surface area, along with illite and kaolinite (Hang and Brindley, 1970). In contrast, the Ga sample, despite having the highest clay content of 57.1%, presents a significantly lower MBV of 1.644 g/100g. This discrepancy can be attributed to the presence of kaolinite and traces of illite in Ga, which generally have lower adsorption capacities compared to montmorillonite (Hang and Brindley, 1970).

Meanwhile, the Ba sample, with a clay percentage of 29.2%, has an even lower MBV of 0.661 g/100g, reflecting its mineral composition that limits dye adsorption. On the other hand, the Be sample, featuring 35.3% clay, achieves a moderate MBV of 1.112 g/100g, thanks to the presence of illite, which enhances its adsorption potential (Hang and Brindley, 1970). Lastly, the Do sample, despite having a clay content of 54.4%, exhibits the lowest MBV of 0.624 g/100g, underscoring how even its high kaolinite content results in relatively lower dye adsorption capabilities.



(a) **(b)**

FIGURE 2. **(a) Granulometric curves and (b) XRD data of soil samples**

TABLE 2. **Soil sample nomenclature**

	Clay (%)	MBV (g /100g)	Minerals
Ma	49.7±2.8	4.785 ±0.18	M, I, K, Q
Ga	57.1±1.9	1.644 ±0.01	K, Q, I
Ba	29.2±1.8	0.661 ±0.06	K, Q, H, G
Be	35.3±3.9	1.112 ±0.11	I, K, Q, H, G
Do	54.4±3.3	0.624 ±0.05	K,Q

B. Empirical Models for Predicting Compressive Strength and Shrinkage

Compression test results (Figure 3a) reveal notable differences in CEB strength, with a trend from C1 to C10 indicating that finer particles enhance strength. For instance, MaC1 achieves 10 MPa, whereas DoC10's 0.36 MPa underscores the challenges of attaining high strengths from soils with significant percentages of coarse particles (Minke, 2005). Strength increases linearly with the fine fraction percentage (Figure 3a), with R^2 values ranging from 97.0% to 98.5%, ranked as Ma > Be > Ga > Ba > Do. The Ma samples, rich in montmorillonite, exhibit the highest compressive strengths due to their superior plasticity. However, this also increases shrinkage, aligning with findings in the literature (Mango-Itulamya and Fagel, 2022 Panda et al., 2023). Ga's substantial clay enhances plasticity but falls short of the strength seen in Be with presence sesquioxides which improves cohesion and structural integrity (Oyelami and Van Rooy, 2018; Townsend et al., 1971). The relatively low amount of clay in Ba slightly limits its performance when compared to Be and Ga. Composed mainly of quartz and kaolinite, Do shows the weakest strength and lowest shrinkage values, aligning with previous research indicating that low of kaolinites limits their strength and also reduces shrink-swell potential (Miranda-Trevino and Coles, 2003).

It was observed that compressive strength exhibits a cubic relationship with MBV across soil samples with the same percentage of fine particles. Consequently, the graph of compressive strength against the cube root of MBV is a straight line (Figure 3b).

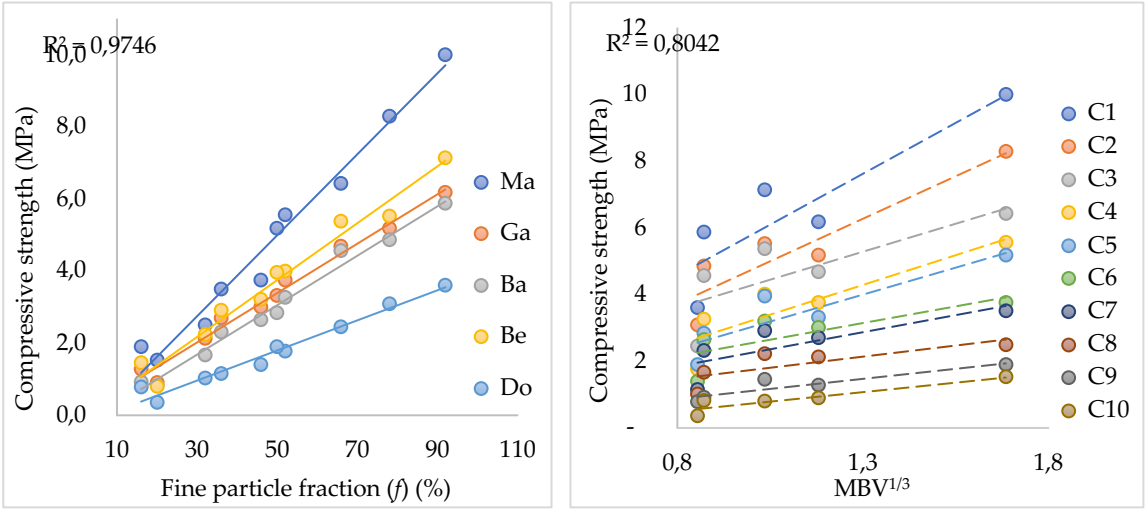


FIGURE 3. **Compressive strength CEBs versus (a) fine fraction of soil and (b) cube root of MBV**

Both compressive strength and shrinkage values evolve linearly with the property: f×MBV$^{1/3}$, with R^2 values of 91% and 92%, respectively, with RMSE of 0.62MPa and .31% (Figure 4).

The resulting empirical equation for compressive (Y_T) strength and shrinkage (Y_s) is given in equation (2).

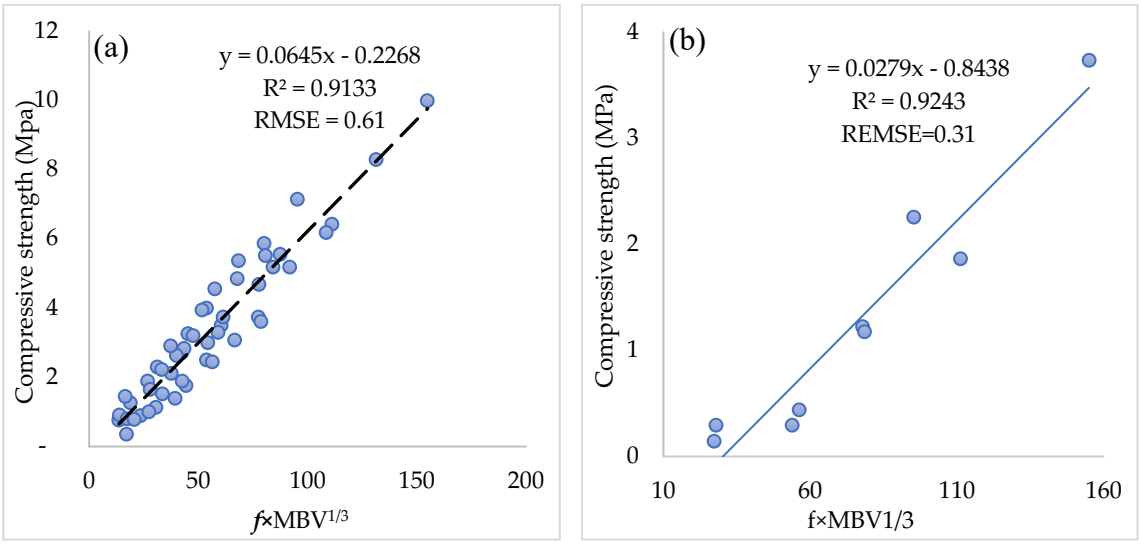


FIGURE 4. **(a) Compressive strength and (b) Soil shrinkage versus properties of fine particles.**

$$Y_T = 0.0645f \times MBV^{\frac{1}{3}} - 0.2268 \quad (1)$$

$$Y_S = 0.0279f \times MBV^{\frac{1}{3}} - 0.8438 \quad (2)$$

C. *Determination of suitable soil for earth construction.*

For soil to be suitable for earth construction, the compressive strength of the soil must meet a minimum value (T_{min}), defined by various standards. At the same time, the shrinkage value must not remain below a maximum value S_{max} defined by the standard. Therefore, a suitable soil for earth construction is such that equations (3) must hold.

$$T_{min} + \epsilon < 0.0645f \times MBV^{\frac{1}{3}} - 0.2268$$

$$S_{max} - \varepsilon > 0.0279f \times MBV^{\frac{1}{3}} - 0.8438$$

$$\frac{T_{min} + \epsilon + 0.2268}{0.0645} < f \times MBV^{\frac{1}{3}} < \frac{T_{min} - \varepsilon + 0.8428}{0.0279} \quad (3)$$

Where ϵ and ε represent the RMSE for the models of tensile strength and shrinkage, respectively.

For example, any arbitrary standards that define a minimum compressive strength of 2 MPa (NMAC, 2009) and a maximum shrinkage value of 2% (WD-ARS 1333 (ARSO, 2018), and considering RMSE values of 0.61 MPa for compressive strength and 0.31% for shrinkage, the suitability of soils for earth construction will be determined by the expression in equation 4:

$$44 < f \times MBV^{\frac{1}{3}} < 90 \quad (4)$$

Note: this is for a forming pressure of 6 MPa. At higher forming pressures, OMC may value decreases, resulting in a lower amount of water needed to form the blocks. This may lead to reduced shrinkage values for the same soil sample. At the same time, increased forming pressures contribute to higher compressive strengths of CEB. Consequently, soil samples that were previously excluded due to poor strength or high shrinkage may become suitable. Therefore, it is essential to study how forming pressure affects compressive strengths and shrinkage values to develop a generalized soil suitability chart for earth construction.

D. Analysis of the proposed model under the French standard XP_P13_901 (AFNOR, 2021)

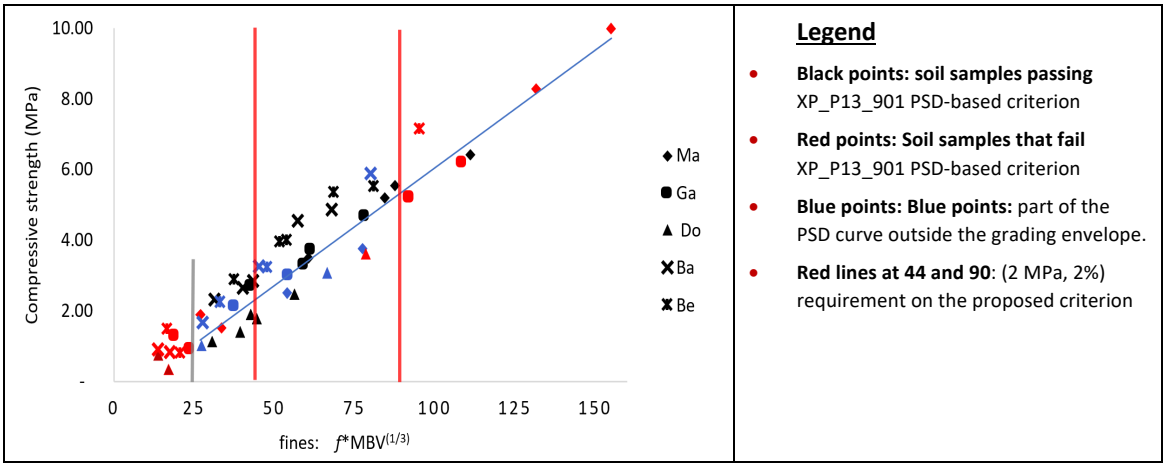


FIGURE 5. **Analysis of the model**

In analyzing the proposed suitability criterion under the PSD-based criterion of the French standard: XP_P13_901 (AFNOR, 2021), three important considerations can be drawn from Figure 5.

- It is observed that most soils passing the PSD-based criterion are found between 25 (1.13 MPa) (indicated by short gray line) and 90 on the horizontal axis. In contrast, XP_P13_901 (AFNOR, 2021) and other commonly used PSD-based recommendations like Boubekeur et al. (1998) suggest similar PSD, yet request a minimum compressive strength of 2MPa for CEBs. This discrepancy may explain why many authors report several instances in the literature where soils passing the PSD-criterion still produce substandard CEBS (Ciancio and Jaquin, 2011; Danso, 2018; Jiménez Delgado and Guerrero, 2007).
- The graph also indicates that, based on the PSD criterion, MaC3 is suitable for earth construction, while DoC1 is not, due to its higher fine particle content. However, the evaluation based on shrinkage values favors DoC1 over MaC3, raising further concerns similar to those highlighted in the literature (Ciancio and Jaquin, 2011; Danso, 2018).
- Additionally, soils represented in blue indicate ambiguous cases (e.g., C6 and C8 soils) where a small part of the granulometric curve goes outside the grading envelope of the PSD-based criterion. In such instances, the decision regarding suitability may be very subjective.

In essence, correlating fine particle properties with compressive strength and shrinkage marks a significant advancement in identifying suitable soils for earth construction, aiding in soil stabilization techniques by allowing for targeted modifications of fine content to improve soil stabilization. The proposed criterion offers objectivity by defining precise parameters (compressive strength and shrinkage) to assess soil suitability, and enhances flexibility, allowing for adjustable requirements of compressive strength and shrinkage based on specific requirements. Finally, it simplifies assessment, saving time by requiring only a dry mass of the fine fraction of the soil sample and a quick MBV analysis, thereby avoiding painstaking methods like sedimentation.

Conclusion

This study introduces a novel soil suitability criterion for compressed earth block (CEB) production, overcoming limitations in conventional granulometry-based assessments. By analyzing 50 soil samples from five distinct deposits, empirical models that correlate specific soil properties with the compressive strength and shrinkage of resulting CEBs were developed. These models provide a comprehensive framework for assessing soil suitability in earth construction.

Our findings demonstrate significant improvements over existing PSD-based criteria (e.g., XP_P13_901), revealing cases where soils meeting traditional standards still produced inadequate blocks. The proposed criterion eliminates such ambiguities, offering a more reliable, objective, and flexible assessment method. Beyond refining soil selection, this research advances the understanding of CEB performance and opens new avenues for soil stabilization techniques. By establishing clear relationships between fine particle properties and mechanical behavior, this research opens avenues for further exploration in soil stabilization techniques wherein one can objectively modify the fine fraction of soil to obtain specific mechanical characteristics of CEBs. In perspective, the influence of forming pressure on shrinkage and compressive strength can be further explored to create a versatile selection guide applicable to all CEB production conditions.

REFERENCES

AFNOR, 2021. XP P13-901: Blocs de terre comprimée pour murs et cloisons : définitions - Spécifications - Méthodes d'essais - Conditions de réception (No. XP P13-901).

AFNOR, 2020. Soil quality - Determination of particle size distribution in mineral soil material - Method by sieving and sedimentation (NF ISO 11277) (No. NF ISO 11277).

AFNOR, 1998. Sols : reconnaissance et essais - Mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux - Détermination de la... (NF P94-068) (No. NF P94-068).

ARSO, 2018. Compressed stabilized earth blocks — Requirements, production and construction.

Boubekeur, S., CRATerre-EAG, Houben, H., 2014. CRATerre-EAG: Compressed earth blocks: standards (Guide Séries Technologies No. 11). https://doi.org/10.58079/nado

Boubekeur, S., Rigassi, V., Morel, A., Houben, J.C., 2000. Compressed earth blocks: testing procedures.

Brahim, M., Ndiaye, K., Aggoun, S., 2025. Durability and stability performance of compressed earth blocks (CEB) made with sediment and FA. Frontiers in Engineering and Built Environment ahead-of-print. https://doi.org/10.1108/FEBE-10-2024-0068

Ciancio, D., Jaquin, P., 2011. AN OVERVIEW OF SOME CURRENT RECOMMENDATIONS ON THE SUITABILITY OF SOILS FOR RAMMED EARTH.

Danso, H., 2018. Suitability of Soil for Earth Construction as Building Material 2, 1–13. https://doi.org/10.31031/ACET.2018.02.000540

Fei, W., Opoku, A., Agyekum, K., Oppon, J.A., Ahmed, V., Chen, C., Lok, K.L., 2021. The Critical Role of the Construction Industry in Achieving the Sustainable Development Goals (SDGs): Delivering Projects for the Common Good. Sustainability 13, 9112. https://doi.org/10.3390/su13169112

Global Status, 2018. : International Energy Agency and the United Nations Environment Programme (2018): 2018 Global Status Report: towards a zero-emission, efficient and resilient buildings and construction secto.

Hamard, E., Lemercier, B., Cazacliu, B., Razakamanantsoa, A., Morel, J.-C., 2018. A new methodology to identify and quantify material resource at a large scale for earth construction – Application to cob in Brittany. Construction and Building Materials 170, 485–497. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.097

Hang, P.T., Brindley, G.W., 1970. Methylene Blue Absorption by Clay Minerals. Determination of Surface Areas and Cation Exchange Capacities (Clay-Organic Studies XVIII). Clays and Clay Minerals 18, 203–212. https://doi.org/10.1346/CCMN.1970.0180404

Houben, H., Guillard, H., 1989. Earth Construction: A comprehensive guide. Practical Action Publishing, Rugby, Warwickshire, United Kingdom. https://doi.org/10.3362/9781780444826

Hussain, M., Zmamou, H., Provost, A., Mahieu, A., Leblanc, N., Levacher, D., Chenot, E., Kane, A., 2023. Feasibility for the Recovery of Excavated Soils in Compressed Earth Blocks as a Sustainable Building Material. Environments 10, 131. https://doi.org/10.3390/environments10080131

INS, 2020. Institut National de la Statistique du Cameroun.

Islam, M., Elahi, T.E., Shahriar, A., Nahar, K., Hossain, T., 2020. Strength and Durability Characteristics of Cement-Sand Stabilized Earth Blocks. Journal of Materials in Civil Engineering 32, 04020087. https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0003176

Jiménez Delgado, M.C., Guerrero, I.C., 2007. The selection of soils for unstabilised earth building: A normative review. Construction and Building Materials 21, 237–251. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.08.006

Mango-Itulamya, L.A., Fagel, N., 2022. Study of parameters influencing the compressive strength of Compressed Earth Blocks. J. Phys.: Conf. Ser. 2368, 012004. https://doi.org/10.1088/1742-6596/2368/1/012004

Mathieu, C., Pieltain, F., 2003. Analyse chimique des sols: méthodes choisies. Tec & doc.

Minke, G., 2005. Building with Earth: Design and Technology of a Sustainable Architecture.

Morel, J.-C., Pkla, A., Walker, P., 2007. Compressive strength testing of compressed earth blocks. Construction and Building Materials 21, 303–309. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.08.021

NMAC, 2009. New Mexico Earthen Building, 2009, Title 14, Chapter 7, Part 4; The Construction Industries Division of the Regulation and Licensing Department.

Nshimiyimana, P., Cheick, O., Hema, C., Ousmane, Z., Messan, A., Courard, L., 2022. A discussion of "optimisation of compressed earth blocks (CEBs) using natural origin 1 materials: a systematic literature review" 2.

Oyelami, C.A., Van Rooy, J.L., 2018. Mineralogical characterisation of tropical residual soils from south-western Nigeria and its impact on earth building bricks. Environ Earth Sci 77, 178. https://doi.org/10.1007/s12665-018-7354-1

Panda, G.P., Bahrami, A., Nagaraju, T.V., Isleem, H.F., 2023. Response of High Swelling Montmorillonite Clays with Aqueous Polymer. Minerals 13, 933. https://doi.org/10.3390/min13070933

Reddy, B.V.V., Morel, J.C., Faria, P., Fontana, P., Oliveira, D.V., Serclerat, I., Walker, P., Maillard, P., 2022. Codes and Standards on Earth Construction, in: Fabbri, A., Morel, J.-C., Aubert, J.-E., Bui, Q.-B., Gallipoli, D., Reddy, B.V.V. (Eds.), Testing and Characterisation of Earth-Based Building Materials and Elements, RILEM State-of-the-Art Reports. Springer Science and Business Media B.V., Cham, Switzerland, pp. 243–259. https://doi.org/10.1007/978-3-030-83297-1_7

Riaz, K., Ahmad, N., 2024. Effect of illite on the mechanical properties of subgrade soil under varying surcharge loads. Heliyon 10, e29919. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e29919

Rigassi, V., 1995. Compressed earth blocks Vol_1 Manual of production. Vieweg, Braunschweig.

Rojat, F., Hamard, E., Fabbri, A., Carnus, B., McGregor, F., 2020. Towards an easy decision tool to assess soil suitability for earth building. Construction and Building Materials 257, 119544. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119544

Shantanu, P., Islam, M.S., Elahi, T.E., 2022. Comparative effectiveness of fibers in enhancing engineering properties of Earth as a building Material: A review. Construction and Building Materials 332, 127366. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127366

Suhendra Nugraha, A., Rahardjo, P.P., Hutapea, B.M., Sadisun, I.A., 2020. Correlation between Plasticity Index and Methylene Blue Value to Determining Soil Classification. IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 852, 012012. https://doi.org/10.1088/1757-899X/852/1/012012

Townsend, F.C., Manke, P.G., Parcher, J.V., 1971. THE INFLUENCE OF SESQUIOXIDES ON LATERITIC SOIL PROPERTIES. Highway Research Record.

Turco, C., Paula Junior, A.C., Teixeira, E.R., Mateus, R., 2021. Optimisation of Compressed Earth Blocks (CEBs) using natural origin materials: A systematic literature review. Construction and Building Materials 309, 125140. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125140

UN-habitat, 2020. Urbanization in Cameroon: Building inclusive & sustainable cities [WWW Document]. URL https://unhabitat.org/cameroon (accessed 3.20.24).

Zuberi, T., Thomas, K.J.A., 2012. Demographic Projections, the Environment and Food Security in Sub-Saharan Africa.

Effet des agrégats et des liants minéraux sur les propriétés mécaniques du béton biosourcé par la méthode CIN.

Rafik Bardouh

Clermont Auvergne INP, Institut Pascal UMR 6602 - UCA/CNRS, 63178 Aubière, France

RESUME Cet article évalue l'effet de 2 liants minéraux (CSA et CEM IV) et de 3 types de bio-agrégats (chanvre, colza et bambou) sur les propriétés mécaniques du béton biosourcé. Les résultats des tests mécaniques ont montré que les éprouvettes chargées parallèlement à l'axe des bio-agrégats étaient plus raides mais moins résistantes, à partir d'un taux de déformation précoce inférieur à 4 %. Indépendamment de la résistance mécanique commune des pâtes de ciment CSA et CEM IV seules, les éprouvettes biosourcés à base de CSA ont montré une performance mécanique très faible par rapport aux éprouvettes à base de CEM IV, mettant en évidence l'impact chimique défavorable des sucres sur les hydrates d'ettringite du ciment CSA. Le béton de chanvre a été le plus performant, tandis que le béton de bambou était le plus faible. Le béton de colza a été rigidifié jusqu'à des taux de déformation élevés en raison des longues pailles de colza, ce qui a amélioré sa flexibilité. Les graphiques cinématiques de la CIN ont montré que les éprouvettes orientées perpendiculairement se déplaçaient mieux verticalement pendant l'endommagement, ce qui a amélioré la dissipation d'énergie de ces configurations par rapport aux éprouvettes orientées parallèlement. Le béton de chanvre a été le plus uniforme en termes de déplacement vertical, tandis que le béton de bambou a été le plus souple.

Mots-clefs Résistance de service ; Béton biosourcé ; Module de Young (déterminé par méthode flottante) ; CIN

I. INTRODUCTION

Afin d'atteindre l'objectif fixé par l'Accord de Paris visant à réduire les émissions de gaz à effet de serre de 50 % d'ici 2030 ("L'Accord de Paris | CCNUCC," n.d.), l'utilisation de matériaux de construction biosourcés s'accroît naturellement pour diminuer l'empreinte carbone (Mazhoud et al., 2017). Ces matériaux présentent des propriétés hygrothermiques très intéressantes (Bakkour et al., 2024) mais souffrent d'un inconvénient majeur : leurs faibles performances mécaniques (Niyigena et al., 2016). Ces performances dépendent fortement de divers facteurs à différentes échelles, notamment au niveau composite et microscopique (Bardouh et al., 2024a).

Le béton biosourcé, notamment le béton de chanvre a été utilisé pour divers applications à condition de respecter des seuils mécaniques : murs (≥0,2 MPa, 15 MPa), toitures (≥0,05 MPa, 3

MPa) et planchers (≥0,3 MPa, 15 MPa), pour la résistance à la compression et le module d'élasticité respectivement(Bardouh et al., 2024a). Cependant, en replaçant le béton biosourcé dans une perspective comparative avec les matériaux à base de terre renforcés par des fibres naturelles, ces derniers se distinguent par des performances mécaniques nettement supérieures, avec une résistance à la compression de 2,73 MPa et un module d'élasticité atteignant 141 MPa (Koutous and Hilali, 2021). Ces résultats s'expliquent principalement par leur densité sèche, environ quatre fois plus élevée que celle du béton biosourcé.

En effet, les propriétés mécaniques du béton biosourcé sont influencées par celles des liants minéraux (Arnaud and Gourlay, 2012) et des granulats végétaux utilisés (Brouard et al., 2018). Les sucres présents dans ces granulats induisent une zone de transition interfaciale creuse autour de l'agrégat, perturbant et retardant la prise du ciment (Delhomme et al., 2022). À cet égard, (Cokely et al., 2024) ont démontré que même une faible proportion massique de 2 % de bio-agrégats broyés a un impact significatif sur la cinétique d'hydratation du ciment. Cette observation met en lumière leur influence potentielle sur les performances du béton biosourcé lorsqu'ils sont incorporés à hauteur de 20 % à l'échelle composite.

Un autre facteur majeur de variabilité des propriétés mécaniques du béton biosourcé à l'échelle composite est l'orientation des particules. Plus précisément, les granulats orientés perpendiculairement à la direction de coulage présentent un comportement mécanique nettement différent de ceux alignés parallèlement (Nozahic et al., 2012).

Par ailleurs, la corrélation d'images numériques (CIN) s'est imposée comme une technique fiable pour analyser la déformation aux échelles inter- et intra-granulaire, grâce à son indépendance vis-à-vis des dimensions physiques exactes du matériau (Dave et al., 2009). Des études récentes menées par (Bardouh et al., 2023) ont appliqué cette technique à l'étude des propriétés mécaniques du béton de chanvre, soulignant son efficacité dans l'analyse des champs de déformation localisés. Leur travail met en évidence la nature hétérogène du comportement mécanique du béton de chanvre, observée grâce à la cartographie spatialisée des déformations obtenue par la CIN.

II. MATÉRIAUX ET MÉTHODES

A. Matériaux

A.1 Liants minéraux

Cette étude a utilisé deux liants minéraux fournis par VICAT : un ciment pouzzolanique CEM IV (NATURAT CEM IV/A (P) 42.5 N CE NF) et un ciment sulfoalumineux à faible alcalinité (CSA). Le liant CSA, composé de 82 % de clinker et 18 % d'anhydrite ("ALPENAT," 2025). La résistance à la compression des deux liants est présentée dans le Tableau 1. Ces valeurs ont été obtenues à partir d'éprouvettes de mortier de 4×4×16 cm^3, préparées et testées conformément à la norme française ("NF EN 196-1," 2016). Une différence majeure entre ces ciments réside dans leurs produits d'hydratation : le ciment CSA forme principalement de l'ettringite ($C_6AŠ_3H_{32}$) (Équation 1), tandis que le CEM IV/A génère des phases classiques de silicate de calcium hydraté (C-S-H).

$$C_4A_3Š + 2CŠ + 38H \rightarrow C_6AŠ_3H_{32} + 2AH_3 \quad (1)$$

Tableau 1. Résistance à la compression des deux liants minéraux à différents temps de cure.

Résistance à la compression (MPa)	1J	2J	7J	28 J
CEM IV	18,53±0,74	29,20±2,78	41,20±2,62	58,20±2,29
CSA	9,48±0,53	13,25±1,37	31,70±2,19	60,32±3,01

A.2 Agrégats végétaux

Cette étude a intégré trois bio-agrégats, identifiés par leur nomenclature scientifique : chènevotte (Cannabis sativa), bambou (Bambusa vulgaris) et colza (Brassica napus). Ces agrégats ont été soumis à une caractérisation physico-chimique conformément à la méthodologie standardisée de la RILEM TC 236-BBM (Amziane et al., 2017). Les propriétés physiques des agrégats, notamment la densité apparente et la capacité d'absorption d'eau, ont été évaluées de manière systématique dans cette section.

Le bambou présente une masse volumique relativement plus élevée que le chanvre et le colza, comme indiqué dans le Tableau 2. Cependant, le bambou s'est avéré le moins absorbant en eau, ce qui justifie sa formulation spécifique lors du processus de fabrication. À l'inverse, la chènevotte a affiché la plus forte capacité d'absorption, avec un taux de diffusion de 0,84.

Tableau 2. Propriétés physiques des différents bio-agrégats.

Propriétés		Chanvre	Bambou	Colza
ϱ (kg/m³)	Avant séchage	107 ± 4	305 ± 10	99 ± 6
	Après séchage	112 ± 5	304 ± 7	89 ± 7
Absorption d'eau	Teneur en eau initiale	1,65	0,37	2,68
	Taux de diffusion (k)	0,84	0,07	0,39
Taille moyenne	Longueur (mm)	8	5	10
	Largeur (mm)	5	5	9

B. Méthodes

B.1 Préparation des éprouvettes de béton biosourcé

Indépendamment du type de liant, la composition des formulations de béton biosourcé a été adaptée en fonction de l'agrégat utilisé. Quatre mélanges distincts ont été développés avec les rapports massiques suivants (Agrégat:Liant:Eau) : béton de chanvre (1:2:2), béton de bambou (1:0.6:0.6), et béton de colza (1:2:2). Les formulations de béton biosourcé ont été conçues en maintenant un rapport Eau/Liant (E/L) constant de 0,5 pour la pâte de ciment. Pour cela, la moitié de l'eau pesée a été dédiée à l'hydratation de la pâte de ciment, alors que l'autre moitié a servi à l'humidification préalable des granulats. Cette méthode de préparation garantit une maniabilité homogène entre les différents échantillons de béton biosourcé.

Il est à noter que les bétons à base de chanvre et de colza ont été formulés de manière identique, ces 2 types de bio-agrégats partagent des proportions identiques, tandis que le béton de bambou

nécessite une réduction du liant et de l'eau par rapport à la masse d'agrégat. La formulation du béton à base de bambou se différencie de celles des autres bétons biosourcés en raison de la faible capacitée d'absorption d'eau du bambou, comme le montre le Tableau 2.

Les éprouvettes biosourcées ont été moulées dans des cubes de 15 cm de côté. Les étapes de préparation ont été détaillées dans une étude précédente (Bardouh et al., 2023). Les éprouvettes ont été fabriquées en 3 couches successives du mélange préparé, selon chaque configuration. Les interfaces entre ces couches, ou les lignes de joint, constituent des zones de concentration des déformations, comme établi dans l'analyse des résultats. Pour chaque couple liant/agrégat, quatre éprouvettes ont été fabriquées : deux ont été testées avec une orientation des agrégats perpendiculaire à la direction de compactage, et deux avec une orientation parallèle. Après démoulage (Figure 1), les éprouvettes ont été placées dans une chambre conditionnée à 20 °C et 50 % HR pendant un an afin de suivre toute variation de densité à long terme. Il convient de préciser qu'une éprouvette orientée parallèlement correspond à une rotation de 90° après démoulage, les particules étant naturellement orientées perpendiculairement à la direction de compactage lors du moulage.

Tableau 3. Masse volumique des éprouvettes biosourcées à l'état frais et sec

	Eprouvettes à base de CEMIV				Eprouvettes à base de CSA			
Masse volumique (kg/m^3)	Etat frais		Etat sec		Etat frais		Etat sec	
	Moy	CV (%)	Moy	CV (%)	Moy	CV (%)	Moy	CV (%)
Béton de chanvre	564	0.08	356	0.13	551	0.12	335	1.33
Béton de bambou	621	0.24	425	0.72	647	0.04	437	0.44
Béton de colza	575	0.17	359	0.08	576	0.11	359	0.66

Figure 1. Béton biosourcé démoulé

B.2 Configuration du test de compression cyclique et installation de la CIN

Les éprouvettes de béton biosourcé ont été soumises à des essais de compression cyclique à l'aide d'une machine Zwick Roelle (capacité de 250 kN) afin d'évaluer leur réponse mécanique. L'application de la charge a été enregistrée à une fréquence d'acquisition de 10 Hz. Le protocole comprenait 19 cycles de chargement-déchargement, avec une augmentation progressive de la déformation globale de 1 % à 10 % par incréments de 0,5 %, suivie d'un chargement continu jusqu'à la rupture. Les vitesses de test ont été fixées à 3 mm/min pour le chargement et 10

mm/min pour le déchargement, le logiciel Zwick arrêtant l'essai après une chute de 80 % de la charge maximale (Figure 2). Afin de minimiser les irrégularités de surface influençant les résultats, des plaques en bois ont été insérées entre la machine et les éprouvettes, garantissant un contact homogène, un facteur essentiel pour une caractérisation mécanique précise (Cérézo, 2005).

La corrélation d'images numériques (CIN) en 2D a été employée pour mesurer de manière non invasive la déformation des surfaces des éprouvettes biosourcées. Le dispositif expérimental (Figure 2) comprenait une caméra PCO 2000 (2048×2048 pixels, objectif de 105 mm) et un éclairage LED, alignés sur le centre de gravité des éprouvettes. Les images ont été capturées à une fréquence d'une image par seconde via le logiciel Camware64, synchronisé avec la machine d'essai Zwick grâce à une boîte d'acquisition et le logiciel Catman. Les champs de déplacement et de déformation ont été calculés à l'aide du logiciel SeptD (Cuynet et al., 2019), qui analyse la distribution des niveaux de gris selon un critère de corrélation normalisée avec interpolation bilinéaire. Les principaux paramètres—taille de sous-ensemble et pas—ont été fixés à 10 pixels chacun, définissant ainsi la taille de la grille et l'analyse du motif.

Figure 2. Configuration de compression cyclique et installation de la CIN

B.3 Méthodologie de computation des propriétés mécaniques

Deux paramètres mécaniques ont été évalués dans cette étude : le module d'élasticité (E) et la résistance de service (σ_s). La méthodologie d'évaluation de ces paramètres est illustrée à la Figure 3. Le module d'élasticité correspond à la pente calculée lors de la phase de rechargement de chaque cycle, avec une différence de déformation de 0,1 %, comme indiqué par les lignes rouges dans la Figure 3. Son évaluation a suivi la technique flottante décrite par (Niyigena et al., 2019), permettant d'optimiser le module maximal à un taux de déformation spécifique au cours de la phase de rechargement. Le module d'élasticité a été déterminé dans la phase de rechargement plutôt que dans celle de déchargement, cette dernière correspondant à un état de relaxation du matériau, au cours duquel le plateau supérieur de la machine n'est plus en contact direct avec l'éprouvette, et aucune charge effective n'est appliquée.

La résistance de service représente la contrainte mécanique de la courbe enveloppe au cycle où le module calculé atteint sa valeur maximale, en tenant compte du fait que l'essai de compression cyclique a engendré 19 cycles de chargement-déchargement. La résistance de service n'a pas été définie comme le maximum de la courbe contrainte–déformation pour deux raisons principales. Premièrement, les éprouvettes dont les particules sont orientées perpendiculairement à la direction de compactage ne présentent pas de pic de contrainte : la contrainte augmente de

manière continue jusqu'à la fin de l'essai, rendant toute comparaison directe avec les éprouvettes orientées parallèlement non pertinente. Deuxièmement, au maximum de contrainte — atteint en fin d'essai — le matériau est fortement endommagé, ce qui engendre une variabilité importante des valeurs de résistance mesurées.

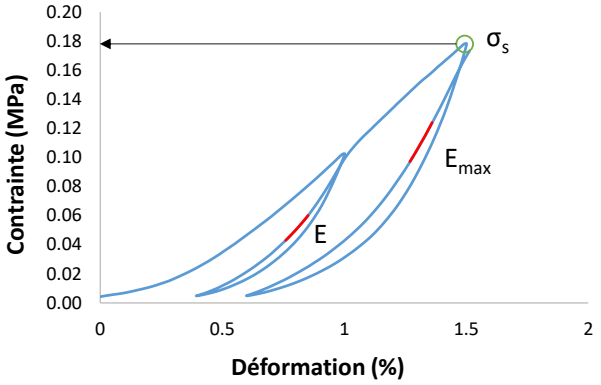


Figure 3. Méthodologie d'évaluation des paramètres mécaniques

III. RESULTATS ET DISCUSSION

A. Comportement mécanique du béton biosourcé

A.1 Éprouvettes à base de CEM IV

La Figure 4 montre le comportement mécanique des éprouvettes de béton biosourcé avec une orientation perpendiculaire des agrégats (a), et une orientation parallèle (b). La réponse mécanique en orientation perpendiculaire a été décrite par un durcissement sous contrainte après chaque cycle, également appelé densification dans la littérature (Walker et al., 2014), tandis que les éprouvettes orientées parallèlement ont montré une diminution continue de la contrainte, à partir d'une déformation précoce de 2,5 % pour les bétons de chanvre et de bambou, et de 4 % pour le béton de colza. Cet aspect distinct entre les deux orientations est dû au glissement et à la faible capacité de résilience des particules pour supporter la charge mécanique sur leur axe mineur par rapport à l'axe principal. En effet, les particules orientées parallèlement à la direction de compaction sont plus vulnérables à l'endommagement, car la charge mécanique entre en contact direct avec les lignes de joint définies lors du processus de fabrication. Dans les deux orientations des agrégats, le béton de chanvre a été le plus performant, tandis que le béton de bambou était le plus faible. Il convient de mentionner que la formulation du béton de bambou était unique en raison de l'absorption d'eau des agrégats, ce qui a entraîné une teneur en liant plus faible, provoquant ainsi une faible affinité entre les particules et la pâte de ciment. La structure de squelette de la chènevotte, ainsi que ses propriétés physiques, ont joué un rôle majeur dans la performance mécanique du composite.

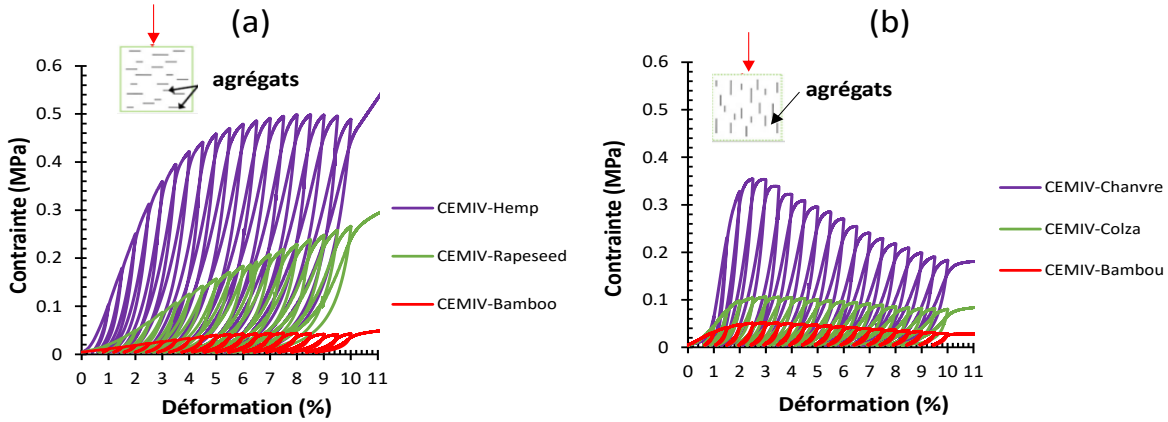


Figure 4. Comportement mécanique des éprouvettes à base de CEM IV
(a) : orientation perpendiculaire, (b) : orientation parallèle

A.2 Éprouvettes à base de CSA

La même tendance mécanique a été remarquée pour les éprouvettes à base de CSA en ce qui concerne l'orientation des agrégats (Figure 5). Le béton de bambou a toujours été le moins performant dans toutes les configurations. Cependant, une réponse distincte du béton de colza en orientation parallèle des agrégats peut être observée, où la contrainte continue d'augmenter jusqu'à un taux de déformation élevé (7 %). Cela peut être expliqué par la flexibilité des pailles de colza sur leur axe transversale (largeur), celles-ci étant les plus grosses particules parmi l'ensemble des bio-particules utilisées (voir tableau 2), et ce, indépendamment de l'orientation parallèle. En comparant les pâtes de ciment seules, leur résistance à la compression était presque identique après 28 jours (voir Tableau 1). Cependant, lorsqu'elles sont mélangées avec des bio-agrégats, une énorme différence peut être observée entre les deux composites, où les éprouvettes à base de CSA ont montré des performances mécaniques très faibles. Une hypothèse peut expliquer cette observation : la teneur en sucres solubles des bio-agrégats entraîne un retard plus prononcé du mécanisme d'hydratation de l'ettringite par rapport aux hydrates de silicate de calcium (Bardouh et al., 2024b).

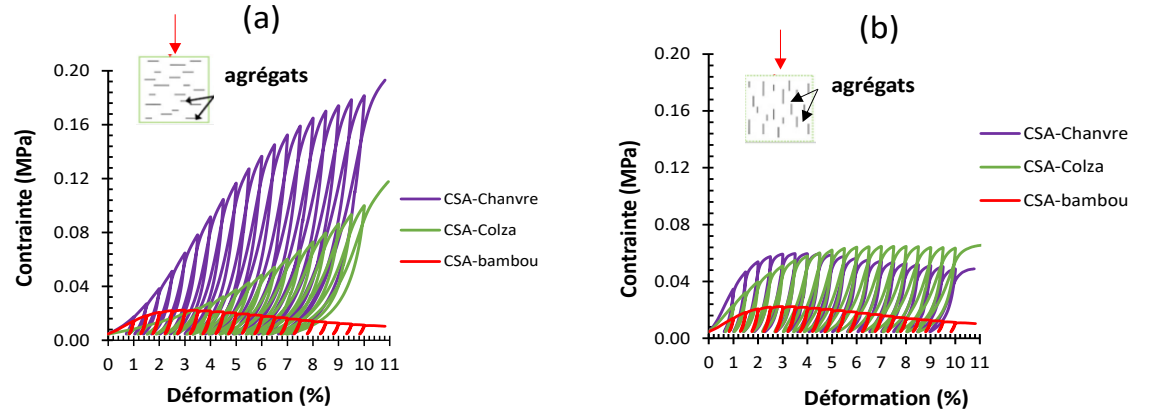


Figure 5. Comportement mécanique des éprouvettes à base de CSA
(a) : orientation perpendiculaire, (b) : orientation parallèle

B. Propriétés mécaniques du béton biosourcé

B.1 Module de Young

La Figure 6 montre les valeurs du module maximal en fonction du taux de déformation auquel elles ont été calculées pour (a) : éprouvette à base de CEM IV, (b) : éprouvette à base de CSA. Indépendamment du type de liant minéral, les éprouvettes orientées parallèlement ont toujours été plus rigides que celles orientées perpendiculairement. En raison de leur réponse mécanique, les éprouvettes orientées parallèlement ont atteint leur rigidité maximale à un taux de déformation plus faible avant d'entrer dans la phase de d'endommagement (voir Figures 4.b et 5.b). Cependant, le béton de bambou a présenté une rigidité maximale presque identique entre les deux orientations des agrégats. Cela est dû à la morphologie du bambou où leur largeur et leur hauteur étaient presque identiques, ce qui atténue l'effet de l'orientation des agrégats sur les propriétés mécaniques de leur composite. Il peut être noté que le béton de colza en orientation perpendiculaire a atteint son module maximal à des taux de déformation relativement plus élevés (8,3 % et 9,7 % pour CEM IV-colza et CSA-colza, respectivement). Cela est dû au plus grand élancement des pailles de colza, augmentant leur flexibilité pour maintenir la charge mécanique.

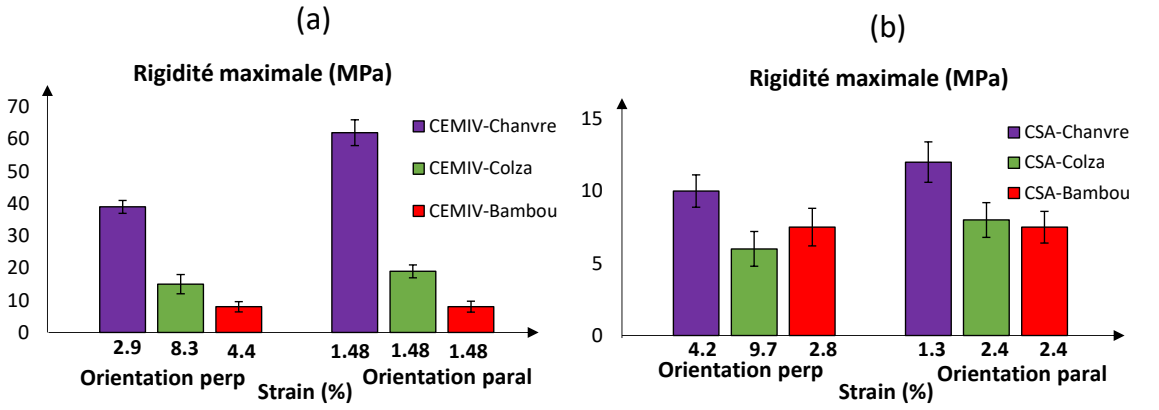


Figure 6. Module maximal dans différentes orientations des agrégats pour (a) : éprouvettes à base de CEM IV, (b) : éprouvettes à base de CSA

B.2 Résistance de service

La résistance en service σs est un paramètre important pour déterminer la résistance mécanique du béton biosourcé à sa performance mécanique ultime, permettant de réduire l'incertitude dans le calcul de la résistance à la compression, en particulier pour les éprouvettes orientées perpendiculairement. L'incertitude observée provient de la variabilité des protocoles utilisés pour la détermination de la résistance à la compression des bétons biosourcés, soumis à différents niveaux de déformation (1,5 %, 5 %, 7,5 %) (Tronet et al., 2016). Cette variabilité méthodologique est renforcée par le caractère pseudo-ductile du comportement mécanique de ces matériaux en orientation perpendiculaire, se traduisant par une courbe contrainte–déformation sans pic clairement identifiable, rendant difficile la définition d'une résistance maximale univoque (Bardouh et al., 2024a).

σs était plus élevé pour les éprouvettes orientées perpendiculairement par rapport à celles orientées parallèlement, quel que soit le type de liant. Cela est dû à la disposition plane des particules en cas d'orientation perpendiculaire, ce qui a conduit à une contrainte de compression

uniaxiale quasi pure. Cependant, la charge de compression cyclique appliquée sur les lignes de joint (2 couches lors du processus de fabrication) dans le cas de l'orientation parallèle a conduit à un effet de flambage à proximité de ces couches, entraînant la séparation des particules entre les couches. En effet, la résistance en service des éprouvettes orientées parallèlement représente l'affinité entre les agrégats et la pâte de ciment plutôt que la véritable résistance du composite (Bardouh et al., 2024b). Les éprouvettes à base de CEM IV ont montré une résistance en service supérieure à celle des éprouvettes à base de CSA. De manière similaire à la rigidité maximale, le béton de chanvre était le plus résistant et le béton de bambou le moins résistant.

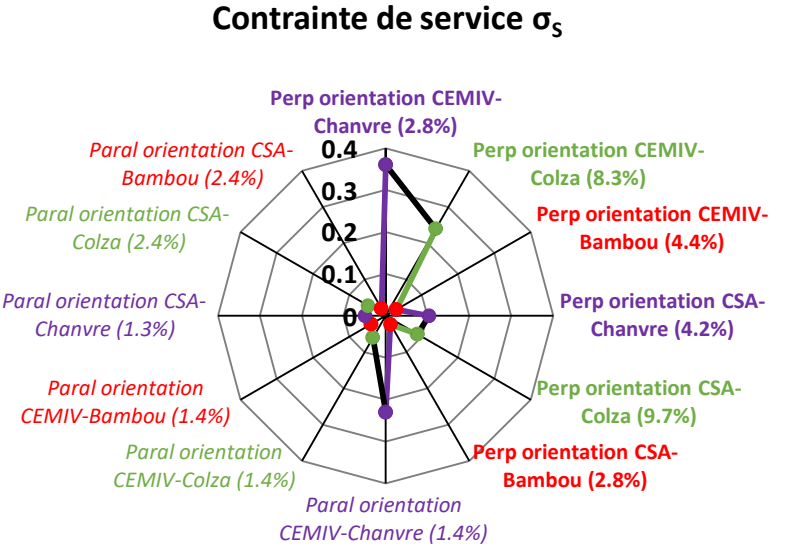


Figure 7. Résistance de service des différents éprouvettes biosourcées

B.3 Graphiques cinématiques de la CIN

Afin d'optimiser la performance mécanique du béton biosourcé, et étant donné que les éprouvettes à base de CEM IV ont montré une meilleure performance mécanique, cette section se concentre sur l'évaluation des graphiques cinématiques uniquement pour les éprouvettes à base de CEM IV.

Les graphiques de la CIN ont été réalisés sur les éprouvettes à base de CEM IV pendant la phase d'endommagement entre 0 % et 5,24 % de déformation pour toutes les éprouvettes. L'objectif était de normaliser le taux de déformation pour les deux orientations, tout en faisant varier la contrainte appliquée. Depuis les courbes mécaniques de Figure 4, les cartes de déplacement du béton biosourcé pendant la phase d'endommagement en orientation perpendiculaire ont été calculées entre les niveaux de contrainte de 0 MPa à 0,36 MPa (béton de chanvre), de 0 MPa à 0,14 MPa (béton de colza), et de 0 MPa à 0,03 MPa (béton de bambou). Cependant, les mêmes cartes de déplacement pendant l'endommagement pour les éprouvettes orientées parallèlement ont été évaluées dans les niveaux de contrainte de 0 MPa à 0,21 MPa (béton de chanvre), de 0 MPa à 0,08 MPa (béton de colza), et de 0 MPa à 0,02 MPa (béton de bambou). Le béton de chanvre a montré un déplacement uniforme dans les deux orientations des agrégats entre les zones d'interfaces des lignes de joints (Figures 8.a et 9.a), ce qui explique la dissipation uniforme de l'énergie au sein de son composite, contribuant efficacement à sa performance mécanique. D'ailleurs, le béton de

chanvre en orientation perpendiculaire était le moins déformé par rapport aux autres configurations comme le montre la carte de déformation longitudinale (Figure 8.a). Le béton de colza en orientation perpendiculaire (Figure 8.b) a montré le moins de déplacement parmi sa structure en raison de la rigidification prononcée de ce type de béton biosourcé, limitant ainsi son déplacement vertical. Cependant, le béton de bambou a subi le plus grand déplacement vertical dans les deux orientations des agrégats, avec un déplacement hétérogène prononcé en orientation parallèle (Figures 8.c et 9.c). Cela est en ligne avec la faible performance du béton de bambou soumis à la charge mécanique, ce qui a entraîné un plus grand déplacement dans sa microstructure par rapport aux autres bétons biosourcés. De ce fait, une corrélation inverse est observée entre l'intensité des déformations subies par le matériau et ses performances mécaniques. Les zones de concentration de déformation, matérialisées par des lignes bleu foncé sur les cartes de déformations et généralement localisées au niveau des interfaces inter-couches (lignes de joints), indiquent que plus ces concentrations sont marquées, plus la performance mécanique du matériau est compromise.

Pour le même taux de déformation (5.24%), les configurations parallèles (Figure 9) présentent une hétérogénéité plus marquée, malgré un niveau de contrainte globalement inférieur à celui observé pour les configurations perpendiculaires (Figure 8). Ce comportement s'explique par l'effondrement direct des lignes de joints, induisant un phénomène de flambage latéral au sein des éprouvettes.

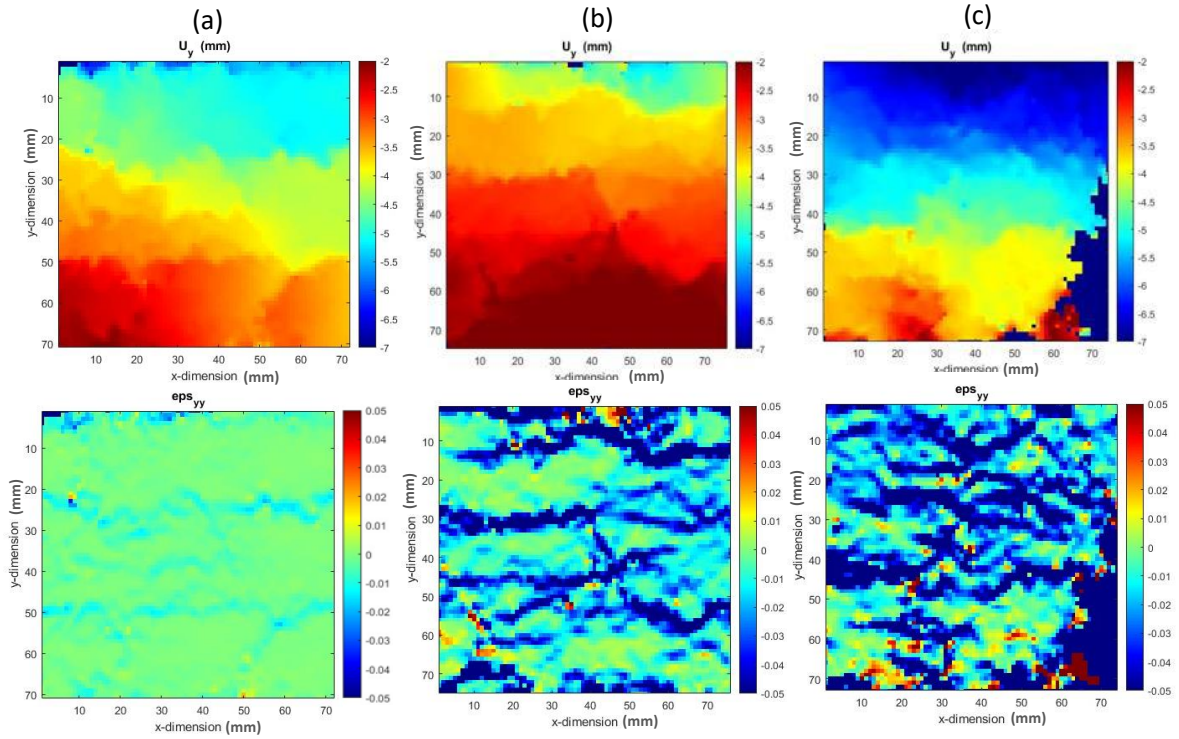


Figure 8. Graphiques de déplacement vertical (en haut) et de déformation longitudinale (en bas) pendant l'endommagement pour les éprouvettes testées avec une orientation perpendiculaire des agrégats, (a) : CEM IV-Chanvre, (b) : CEM IV-Colza, (c) : CEM IV-Bambou

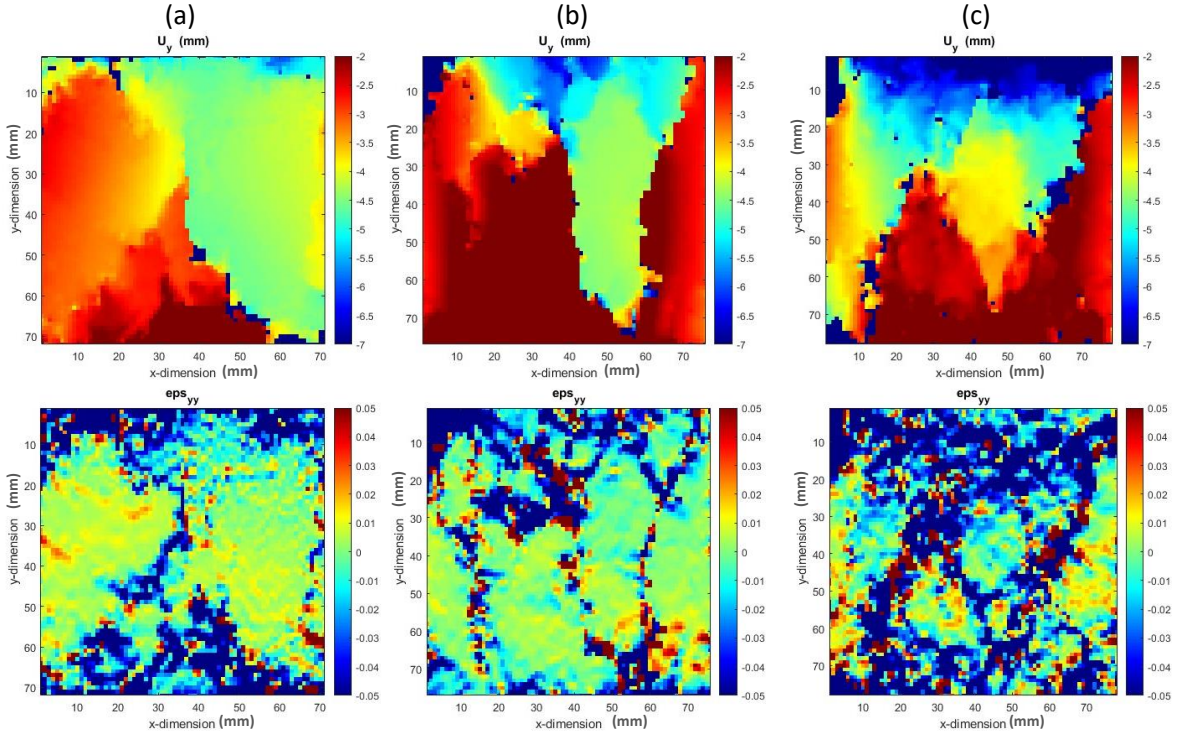


Figure 9. Graphiques de déplacement vertical (en haut) et de déformation longitudinale (en bas) pendant l'endommagement pour les éprouvettes testées avec une orientation parallèle des agrégats, (a) : CEM IV-Chanvre, (b) : CEM IV-Colza, (c) : CEM IV-Bambou

IV. CONCLUSION

Sur la base de la corrélation entre les résultats expérimentaux et les graphiques de la CIN de cette étude, les points suivants peuvent être conclus :

- Les éprouvettes à base de CEM IV ont montré de meilleures performances mécaniques que les éprouvettes à base de CSA, en raison de l'effet chimique prononcé des sucres solubles sur l'ettringite par rapport aux hydrates de silicate de calcium.
- Les éprouvettes orientées perpendiculairement ont montré un durcissement sous contrainte en raison de l'optimisation de l'enrobage des particules et du durcissement du liant, tandis que les éprouvettes orientées parallèlement ont démontré un effet de flambage entre les couches suivi d'un effondrement en traction du liant.
- Les éprouvettes orientées parallèlement ont montré une rigidité plus élevée à un taux de déformation plus faible.
- La résistance de service représente l'affinité entre les particules et el liant pour les éprouvettes orientées parallèlement, plutôt que la véritable résistance du composite biosourcé dans le cas de l'orientation perpendiculaire.
- Une forte concentration de déformation au niveau des interfaces entre les couches est corrélée à une faiblesse des performances mécaniques du béton biosourcé.

- Pour le même taux de déformation, les configurations parallèles présentent une hétérogénéité plus intense malgré le niveau faible de contrainte appliquée sur ces configurations par rapport aux configurations perpendiculaires.

REMERCIEMENTS

Les travaux de cette étude ont été financés par le projet ANR BIO-UP de l'Agence Nationale de la Recherche (ANR-21-CE22-0009).

REFERENCES

ALPENAT [WWW Document], 2025. URL https://www.ciment-vicat.fr/Nos-Ciments/Les-ultra-performants/ALPENAT-UP/ALPENAT (accessed 5.14.25).

Amziane, S., Collet, F., Lawrence, M., Magniont, C., Picandet, V., Sonebi, M., 2017. Recommendation of the RILEM TC 236-BBM: characterisation testing of hemp shiv to determine the initial water content, water absorption, dry density, particle size distribution and thermal conductivity. Mater. Struct. 50, 167. https://doi.org/10.1617/s11527-017-1029-3

Arnaud, L., Gourlay, E., 2012. Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes. Constr. Build. Mater. 28, 50–56. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.07.052

Bakkour, A., Ouldboukhitine, S.-E., Biwole, P., Amziane, S., 2024. A review of multi-scale hygrothermal characteristics of plant-based building materials. Constr. Build. Mater. 412, 134850. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.134850

Bardouh, R., Toussaint, E., Amziane, S., Marceau, S., 2024a. Mechanical behavior of bio-based concrete under various loadings and factors affecting its mechanical properties at the composite scale: A state-of-the-art review. Clean. Eng. Technol. 23, 100819. https://doi.org/10.1016/j.clet.2024.100819

Bardouh, R., Toussaint, E., Amziane, S., Marceau, S., Berger Cokely, A.L., 2024b. Study of the mechanical behavior of hemp concrete with two different mineral binders through digital image correlation in various aggregate orientations, in: RILEM Conference on Sustainable Materials & Structures: Meeting the Major Challenges of the 21st Century - SMS 2024. Toulouse, France.

Bardouh, R., Toussaint, E., Amziane, S., Marceau, S., Martinhão, N., 2023. Towards Biobased Concretes with Tailored Mechanical Properties, in: Amziane, S., Merta, I., Page, J. (Eds.), Bio-Based Building Materials. Springer Nature Switzerland, Cham, pp. 100–108. https://doi.org/10.1007/978-3-031-33465-8_9

Brouard, Y., Belayachi, N., Hoxha, D., Ranganathan, N., Méo, S., 2018. Mechanical and hygrothermal behavior of clay – Sunflower (Helianthus annuus) and rape straw (Brassica napus) plaster bio-composites for building insulation. Constr. Build. Mater. 161, 196–207. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.140

Cérézo, V., 2005. Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique (These de doctorat). Lyon, INSA.

Cokely, A.L.B., Bardouh, R., Amziane, S., Toussaint, E., Mouille, G., Bourchy, A., Farcas, F., Marceau, S., 2024. Influence des bioressources sur l'hydratation des liants minéraux et la résistance à la compression des bétons végétaux. Acad. J. Civ. Eng. 42, 78–86. https://doi.org/10.26168/ajce.42.1.7

Cuynet, A., Toussaint, F., Roux, E., Scida, D., Ayad, R., 2019. Contribution of field measurements in the study of composites reinforced with flax fibers during quasi-static tensile tests. https://doi.org/10.48550/arXiv.1902.05417

Dave, S., Song, X., Hofmann, F., Dragnevski, K., Korsunsky, A.M., 2009. Digital image correlation and finite element analysis of inter- and intra-granular deformation. Procedia Eng., Mesomechanics 2009 1, 197–200. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2009.06.046

Delhomme, F., Prud'homme, E., Julliot, C., Guillot, T., Amziane, S., Marceau, S., 2022. Effect of hemp on cement hydration: Experimental characterization of the interfacial transition zone. Results Chem. 4, 100440. https://doi.org/10.1016/j.rechem.2022.100440

Koutous, A., Hilali, E., 2021. Reinforcing rammed earth with plant fibers: A case study. Case Stud. Constr. Mater. 14, e00514. https://doi.org/10.1016/j.cscm.2021.e00514

L'Accord de Paris | CCNUCC [WWW Document], n.d. URL https://unfccc.int/fr/a-propos-des-ndcs/l-accord-de-paris (accessed 1.29.25).

Mazhoud, B., Collet, F., Pretot, S., Lanos, C., 2017. Mechanical properties of hemp-clay and hemp stabilized clay composites. Constr. Build. Mater. 155, 1126–1137. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.08.121

NF EN 196-1 [WWW Document], 2016. . Afnor Ed. URL https://www.boutique.afnor.org/fr-fr/norme/nf-en-1961/methodes-dessais-des-ciments-partie-1-determination-des-resistances/fa184622/57803 (accessed 1.29.25).

Niyigena, C., Amziane, S., Chateauneuf, A., 2019. Assessing the impact of calculation methods on the variability of Young's modulus for hemp concrete material. Constr. Build. Mater. 198, 332–344. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.174

Niyigena, C., Amziane, S., Chateauneuf, A., Arnaud, L., Bessette, L., Collet, F., Lanos, C., Escadeillas, G., Lawrence, M., Magniont, C., Marceau, S., Pavia, S., Peter, U., Picandet, V., Sonebi, M., Walker, P., 2016. Variability of the mechanical properties of hemp concrete. Mater. Today Commun. 7, 122–133. https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2016.03.003

Nozahic, V., Amziane, S., Torrent, G., Saïdi, K., De Baynast, H., 2012. Design of green concrete made of plant-derived aggregates and a pumice–lime binder. Cem. Concr. Compos. 34, 231–241. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.09.002

Tronet, P., Lecompte, T., Picandet, V., Baley, C., 2016. Study of lime hemp concrete (LHC) – Mix design, casting process and mechanical behaviour. Cem. Concr. Compos. 67, 60–72. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.12.004

Walker, R., Pavia, S., Mitchell, R., 2014. Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes. Constr. Build. Mater. 61, 340–348. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.02.065

Suivi de la saturation du béton à l'aide de capteurs capacitifs noyés récemment développés : validation expérimentale et numérique

Houssein Ibrahim[1 2]

[1] *Univ Gustave Eiffel, MAST-LAMES, Campus de Nantes, F-44344 Bouguenais, France*
[2] *Université de Toulouse INSA/UPS, LMDC, F-31077 Toulouse, France, hibrahim@insa-toulouse.fr*

RESUME

Les structures en béton armé peuvent subir diverses formes de dégradation affectant leur durabilité. Pour évaluer leur état de dégradation, des méthodes destructives (D) et non destructives (ND) sont utilisées, ainsi que des techniques de surveillance de la santé des structures (SHM), utilisées dans le cadre du projet ANR-SCaNING. Ce projet vise à équiper les structures de capteurs noyés, fournissant des données continues corrélées avec quatre indicateurs clés de suivi de dégradation : la résistance à la compression, le module de Young, la porosité et le degré de saturation. Plusieurs types de capteurs noyés ont été développés, dont des capteurs capacitifs sensibles au degré de saturation du béton. Ces capteurs capacitifs ont été intégrés, avec des capteurs résistifs et des sondes thermohygrométriques (THR), dans un démonstrateur constitué d'une dalle en béton armé d'environ 300 mm d'épaisseur. Ce démonstrateur a été soumis à un séchage à 45°C pendant 88 jours. Les profils de saturation obtenus par les capteurs capacitifs développés reflètent les phénomènes de séchage. Ces résultats ont été comparés à ceux obtenus avec les sondes THR, ainsi qu'à une modélisation numérique du séchage réalisée sous le logiciel Comsol Multiphysics. Les différences de saturation à toutes les profondeurs entre les trois méthodes sont relativement faibles, avec des écarts absolus inférieurs à 10 % entre les méthodes capacitives, la méthode THR et la modélisation numérique.

Mots-clefs Capteurs noyés, degré de saturation, durabilité du béton, modélisation numérique

I. INTRODUCTION

La durabilité d'un ouvrage se traduit par un ensemble de spécifications techniques reposant sur des méthodes d'essais directes ou indirectes. On distingue ainsi deux types de méthodes pour évaluer la dégradation d'une structure : les méthodes destructives (D) et non destructives (ND) [Balayssac et Garnier, 2017], parmi lesquelles figurent les techniques de surveillance, ou SHM (Structure Health Monitoring). Le projet ANR-SCaNING propose d'équiper les structures de capteurs noyés, permettant une évaluation continue de quatre indicateurs clés pour le diagnostic d'une structure en béton armé : le degré de saturation, la résistance à la compression, le module de Young et la porosité [Villain et al., 2021]. Ces indicateurs seront obtenus en combinant trois types de capteurs noyés : ultrasonores, capacitifs et résistifs. Dans le cadre du projet SCaNING, une des actions consiste à développer un capteur capacitif intrusif mais non destructif, intégré dans une structure en béton armé, afin de mesurer les gradients de saturation, information essentielle pour prévenir le développement de pathologies, notamment la corrosion des armatures due à la pénétration de chlorures ou à la carbonatation, les pathologies liées au gel/dégel et les réactions chimiques internes (comme l'alcali-réaction, si humidité suffisante).

Plusieurs études ont permis de développer des capteurs noyés résistifs (placés dans le béton frais), comme le capteur Multi-ring électrodes MRE [Bässler et al., 2000], un réseau de fils-électrodes [McCarter et al., 2001], ou encore les dispositifs de mesures résistives Anneau et Échelle [Badr et al., 2019]. Ces dispositifs permettent d'étudier la réponse du béton soumis à diverses conditions d'exposition. Dans le domaine capacitif, des travaux ont été réalisés par Yu Cheng sur la détection des revêtements et des diamètres des aciers [Cheng et al., 2017], ainsi que sur la détection de la corrosion [Cheng et al., 2018 ; Torres-Luque et al., 2017]. Toutefois, à notre connaissance, la détection des gradients de saturation par un capteur capacitif noyé n'a jamais été abordée, ce qui constitue l'objectif de nos travaux.

Le capteur capacitif noyé a été récemment développé dans le cadre de ma thèse [Ibrahim et al., 2024]. Il se compose principalement de 8 paires d'électrodes positionnées face à face, de dimensions 30 x 10 mm² et d'épaisseur 1 mm. Le volume d'investigation est déterminé par l'espacement de 30 mm entre les électrodes [Ibrahim et al., 2022]. Dans un premier temps, le capteur est intégré dans un démonstrateur à grande échelle du projet SCaNING, constituée d'une dalle en béton armé, afin de suivre l'évolution de la saturation lors d'un séchage à 45 °C. Dans un deuxième temps, les résultats obtenus par le capteur capacitif seront comparés à une modélisation numérique du phénomène de séchage réalisée sous le logiciel Comsol Multiphysics, ainsi qu'aux données fournies par des sondes THR noyées dans le même démonstrateur.

II. METHODE ET MATERIAUX

A. Méthode capacitive

La méthode capacitive de surface utilisée en Génie Civil [Dérobert et al., 2008] consiste à appliquer un courant alternatif entre deux électrodes placées à la surface du béton et à mesurer la fréquence de résonance du système électrodes-béton. Le circuit oscille à une fréquence proche de 33 MHz afin de minimiser l'influence de la température et de la conduction ionique [Dérobert et al., 2008] (voir Figure 1). La fréquence mesurée est ensuite convertie en constante diélectrique par étalonnage dans des matériaux ayant des constantes diélectriques connues [Ibrahim et al., 2023]. La constante diélectrique est enfin convertie en degré de saturation à l'aide d'une calibration réalisée sur différentes carottes de béton à divers degrés de saturation [Villain et al., 2018].

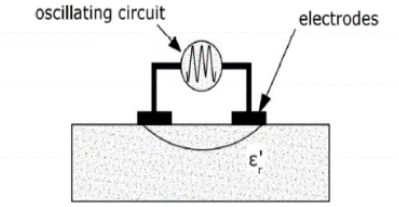


FIGURE 1. Schéma du système capacitif appliqué sur la surface du matériau [Fares et al, 2016].

Les méthodes de mesure de surface ont prouvé leur efficacité, notamment avec le circuit oscillant SyMeCC [Dérobert et al., 2008 ; Fares et al., 2016]. Cependant, pour étudier le matériau en profondeur et obtenir une résolution spatiale satisfaisante, un processus d'inversion, parfois complexe, est souvent nécessaire [Alhajj et al., 2021]. Ainsi, le développement d'un capteur capacitif noyé demeure essentiel en génie civil. Le capteur capacitif conçu par [Ibrahim et al., 2024], illustré dans la figure 2, a été utilisé pour suivre le séchage d'un démonstrateur en béton armé sous une température de 45°C (les caractéristiques du béton du démonstrateur sont présentées dans le paragraphe suivant II.B.). Les espacements entre les paires d'électrodes ont été déterminés en fonction des profondeurs visées pour le projet SCaNING.

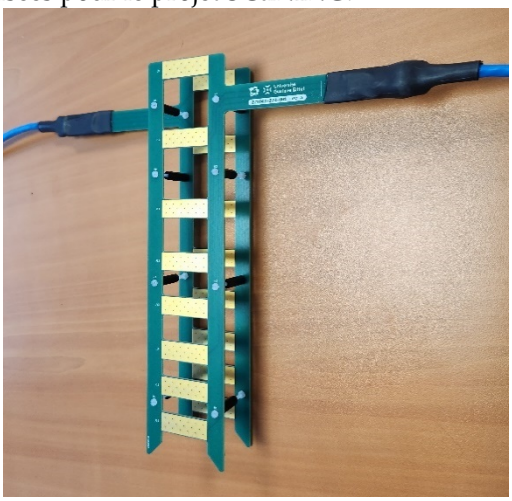


FIGURE 2. Vue du capteur capacitif en circuit imprimé [Ibrahim et al., 2024].

B. Béton B40

Le béton utilisé pour le coulage du démonstrateur est celui décrit dans les travaux de [Badr et al., 2019]. Le ciment est un CEM I 52,5 N SR 3 PM, avec un dosage de 350 kg/m³. Le rapport eau sur ciment (E/C) est égal à 0,56, la taille maximale des granulats Dmax est de 12 mm. Les graviers et le sable proviennent de la carrière du Boulonnais. Il s'agit de granulats concassés de nature calcaire considérés comme non réactifs vis-à-vis de la réaction alcali-granulats. Ce béton a été utilisé en complément de deux autres bétons, B30 et B60, dont les rapports E/C sont respectivement supérieurs et inférieurs à celui du B40. Bien que non détaillés dans ce travail, ces bétons ont été employés dans le projet afin d'explorer différents états hydriques du béton. Le Tableau 1 donne les détails de cette formulation B40.

TABLEAU 1. Formulation de béton B40.

Constituants	Quantité (kg/m³)
Graviers 4/12 mm, carrière du boulonnais	984

Sable 0/4 mm, carrière du boulonnais	890
Ciment CEM I 52,5 N SR 3 PM, Lafarge, val d'Azergue	350
Eau efficace (E_{eff})	206
E_{eff}/C	0,56

III. ETUDE EXPERIMENTALE

Le démonstrateur a été conditionné pendant 28 jours en cure endogène dans une salle à une température T = 20 ± 2 °C et une humidité relative HR = 95 ± 5 %. La méthode pour générer un profil de saturation consiste à exposer une seule face (notée face séchante dans ce qui suit) à un séchage unidirectionnel et à imperméabiliser les 5 autres. Pour cela, à l'issue de la cure, à 28 jours après coulage (Tc+28 j), les 6 faces ont été recouvertes par deux couches de papier aluminium pour bien les protéger contre le séchage. Une couche de polyéthylène a été ajoutée avant les deux couches d'aluminium uniquement sur la face soumise au séchage dans le but de faciliter l'enlèvement de l'aluminium adhésif. A Tc + 40 j, le démonstrateur a été conditionné dans une salle climatisée à 20 ± 2 °C. Trois séchages unidirectionnels ont été programmés. Seule la face séchante est exposée à l'air, les autres faces restantes imperméabilisées par les deux couches de papier aluminium. A Tc + 77 j, a débuté le premier séchage à une température de 20 ± 2 °C. Le démonstrateur a été soumis à ce séchage pendant 154 jours, soit jusqu'au Tc + 231 j. Le démonstrateur a alors été déplacé et installé dans une étuve à température contrôlée (voir Figure 3). A Tc + 231 j, la température de l'étuve a été fixée à 45 °C. Cette échéance marque le début du deuxième séchage à 45 °C et sera notée T_{02} = Tc + 231 j. Le démonstrateur a été ainsi soumise à ce séchage pendant une période de 88 jours (T_{02} + 88 j = Tc + 319 j). A ce moment, le séchage à 45 °C a été interrompu et la température a été ramenée progressivement à 20 °C. On s'intéresse dans cet article au séchage à 45 °C, qui génère le gradient le plus significatif.

FIGURE 3. Vue du démonstrateur dans l'étuve avant le lancement de la campagne de séchage à 45 °C.

Les mesures capacitives ont été réalisées à l'aide du capteur capacitif développé, interrogé par une chaîne de mesure spécialement conçue. Un multiplexeur est nécessaire dans la chaîne d'acquisition

pour interroger automatiquement les 8 paires du capteur. La configuration [Villain et al., 2023] comprend le capteur connecté par des fils à un multiplexeur MUX U2751A Keysight, qui est lui-même connecté au SyMeCC via des câbles. Les valeurs de fréquence d'oscillation sont enregistrées sur un ordinateur portable via une connexion Bluetooth. Le système est automatisé pour effectuer 18 mesures sur chaque paire d'électrodes (à chaque profondeur) avant de passer à la suivante. La moyenne et l'écart-type des 18 mesures sont calculées pour chaque paire. Les fréquences sont d'abord converties en permittivité par étalonnage. Les valeurs obtenues à 45 °C sont ensuite ajustées à 20 °C à l'aide de fonctions de conversion en température, détaillées dans la thèse de [Ibrahim, 2024], avant d'être transformées en saturation par calibration.

Les profils de saturation obtenus à différentes échéances du séchage sont présentés dans la figure 4. Chaque point correspond à la valeur d'une paire d'électrodes.

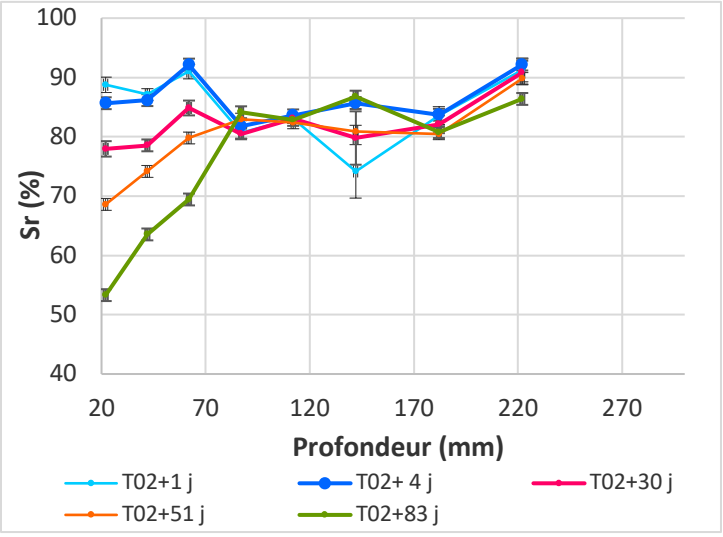


FIGURE 4. Evolution du degré de saturation en fonction de la profondeur au cours du séchage à 45°C.

Les résultats montrent une diminution du taux de saturation dans la zone proche de la face séchante tout au long du processus, passant d'environ 90 % à 55 % à la fin du séchage pour la paire située à 22 mm de la face séchante. Les courbes révèlent un processus de séchage observé jusqu'à une profondeur de 87 mm. Une variation est notée à la profondeur de 142 mm, interprétée comme étant due à un bruit électronique au niveau des connecteurs associés à cette paire, en raison des écarts-types élevés à cette profondeur. Les faibles écarts-types observés pour les autres profondeurs reflètent la bonne répétabilité de la mesure.

IV. MODELISATION DU PROCESSUS DE SECHAGE

A. Equations du séchage

Lorsqu'une structure en béton est soumise à une humidité relative environnante inférieure à l'hygrométrie interne, il se crée un déséquilibre hygrométrique à l'origine du départ d'eau de l'intérieur vers l'extérieur. Ce phénomène appelé séchage fait intervenir plusieurs mécanismes complexes qui se produisent de façon plus ou moins couplée dont les phénomènes de perméation, de diffusion, d'adsorption-désorption et de condensation-évaporation sont les plus prépondérants. Une modélisation complète du processus de séchage doit donc prendre en considération les différentes phases existantes à savoir la phase liquide, la phase vapeur et l'air sec [Maingy, 1999], [Baroghel Bouny et al, 1999] au travers de leurs équations de conservation de masse respectives.

Toutefois, le séchage peut être modélisé plus simplement au moyen d'une seule équation de diffusion analogue à la deuxième loi de Fick dont la résolution numérique est plus aisée et qui peut être écrite en fonction de la teneur en eau [Mensi et al, 1988], [Granger, 1996] ou de l'humidité relative [Xi et al, 1994], [Ranaivomanana et al, 2013]. Cependant, comme le coefficient de diffusion équivalent de l'eau intervenant dans certains modèles comme [Mensi et al, 1988] ou [Xi et al, 1994] est obtenu par calage de loi prédéfinies, nous avons préféré retenir l'approche de [Ranaivomanana et al, 2013] par la suite pour rester sur des bases plus physiques.

L'objectif de la modélisation est de tester la capacité d'un modèle simplifié qui a fait ses preuves pour simuler le séchage du béton à 20°C [Ranaivomanana, 2010], [Ranaivomanana et al, 2013] à reproduire nos résultats sur le B40 à 45°C et à l'adapter au besoin. Ce modèle pourra alors servir de référence pour tester la performance des capteurs capacitifs sous d'autres conditions thermo-hydriques, au moins dans la gamme de température 20°C-45°C, si l'on ne dispose pas d'autres méthodes de référence comme les sondes THR par exemple.

On fait donc l'hypothèse d'une pression de gaz constante égale à la pression atmosphérique et on suppose que la contribution de la phase gazeuse vis-à-vis du séchage implique essentiellement un transport diffusif de la vapeur d'eau décrit par la première loi de Fick. Le séchage peut être décrit au moyen d'une seule équation de conservation de la masse d'eau dans laquelle on retrouve l'eau à la fois à l'état liquide et à l'état de vapeur. L'équation décrivant le séchage à partir du profil de degré de saturation S_r est donc :

$$\frac{\partial}{\partial t}\left[\rho_l \emptyset S_r + \frac{p_v M_v}{RT}\emptyset(1 - S_r)\right] = div\left(\rho_l \frac{K_l}{\eta_l} k_{rl} \overrightarrow{grad} p_l + \frac{M_V}{RT} R_d D_0 \overrightarrow{grad} p_v\right) \quad (1)$$

Les différents paramètres intervenant dans cette équation sont récapitulés dans le tableau suivant :

TABLEAU 2. Paramètres intervenant dans le modèle et mode de calage

Paramètres (unités)	Désignation	Calage des paramètres
ρ_l (kg/m³)	Masse volumique de l'eau	$1{,}54.10^{-5}T^3 - 1{,}85.10^{-2}T^2 + 6{,}65T + 247$ d'après [Monlouis Bonnaire, 2003]
T (K)	Température	318 (fixée par les conditions d'essais)
R (J.mol^{-1}. K^{-1})	Constante des gaz parfaits	8,32
ϕ (%)	Porosité	15,3 (d'après les mesures de poro à l'eau sur le B40)
p_v (Pa)	Pression partielle de vapeur d'eau (Pa)	déduit à partir de l'humidité relative h selon la relation h.P_{vsat} où $P_{vsat} = 101325 \times exp\left(13{,}7 - \frac{5120}{T}\right)$ est la pression de vapeur saturante.

K_l (m^2)	Perméabilité intrinsèque à l'eau	$1{,}2.10^{-19}$ obtenu sur un béton de composition voisine d'après [Ranaivomanana et al., 2013]
η_l (Pa.s)	Viscosité dynamique de l'eau	$1{,}002.10^{-3}$ d'après [Ranaivomanana, 2010]
kr_l	Perméabilité relative à l'eau	d'après [Ranaivomanana, 2010]
p_l (Pa)	pression liquide	$p_g + \rho_l \frac{RT}{M_v} lnh$ selon la relation de Kelvin
D_0 ($m^2.s^{-1}$)	Coefficient de diffusion hors milieu poreux	$0{,}217 \times 10^{-4} \times \left(\frac{T}{273}\right)^{1{,}88}$ d'après [De Vries et Kruger, 1966]

Afin d'avoir un écart le plus faible entre les résultats expérimentaux et ceux issus de la simulation, nous nous sommes inspiré des travaux de Thiéry [2005] pour fixer les valeurs des exposants intervenant dans l'expression de la résistance du milieu poreux à la diffusion gazeuse *Rd* selon l'équation 2 :

$$\boldsymbol{R_d(\emptyset, S_r) = \emptyset^{2,45}(1 - S_r)^{4,20}} \quad \textbf{(2)}$$

Grâce à l'isotherme de désorption qui relie le degré de saturation à l'humidité relative $S_r = f(h)$ donnée dans [Badr, 2019] pour le béton B40, l'équation (1) peut également s'écrire en fonction de l'humidité relative h:

$$\boldsymbol{\frac{\partial}{\partial t}\left[\rho_l \emptyset f(h) + \frac{h.p_{vsat}M_v}{RT}\emptyset(1 - f(h))\right] = div\left(\rho_l^2 \frac{K_l}{\eta_l} k_{rl} \frac{RT}{M_v}\frac{1}{h}\overrightarrow{grad h} + \frac{M_V}{RT} R_d D_0 \frac{1}{p_{vsat}}\overrightarrow{grad h}\right)} \quad \textbf{(3)}$$

B. Conditions initiales et conditions aux limites

La résolution du modèle de séchage se fait via le logiciel de calcul par éléments finis COMSOL Multiphysics. Compte tenu de la symétrie du problème, la résolution se fait une dimension. Le maillage est choisi plus fin au voisinage de la face séchante en raison des importants gradients d'humidité initiaux.

Pour ce qui est des conditions initiales, nous imposons une valeur de *h* constante égale à 98 % dans toute l'éprouvette telle que mesurée expérimentalement au moyen des sondes THR.

Concernant les conditions aux limites, nous imposons une condition de Dirichlet avec *h* = 20 % qui est la valeur mesurée expérimentalement au niveau de la face qui subit le séchage et une condition de Neumann en flux nul au niveau de l'autre face protégée du séchage. La température est fixée à 318 K.

V. COMPARAISON DES PROFILS DE SATURATION OBTENUS PAR LES TROIS METHODES

Les résultats des différents gradients de degré de saturation lors du séchage à 45°C, déterminés par les différentes méthodes, sont montrés sur la figure suivante 5(a), 5(b), 5(c) et 5(d) respectivement pour les trois échéances de temps T_{02} + 1 j, T_{02} + 30 j, T_{02} + 51 j et T_{02} + 83 j.

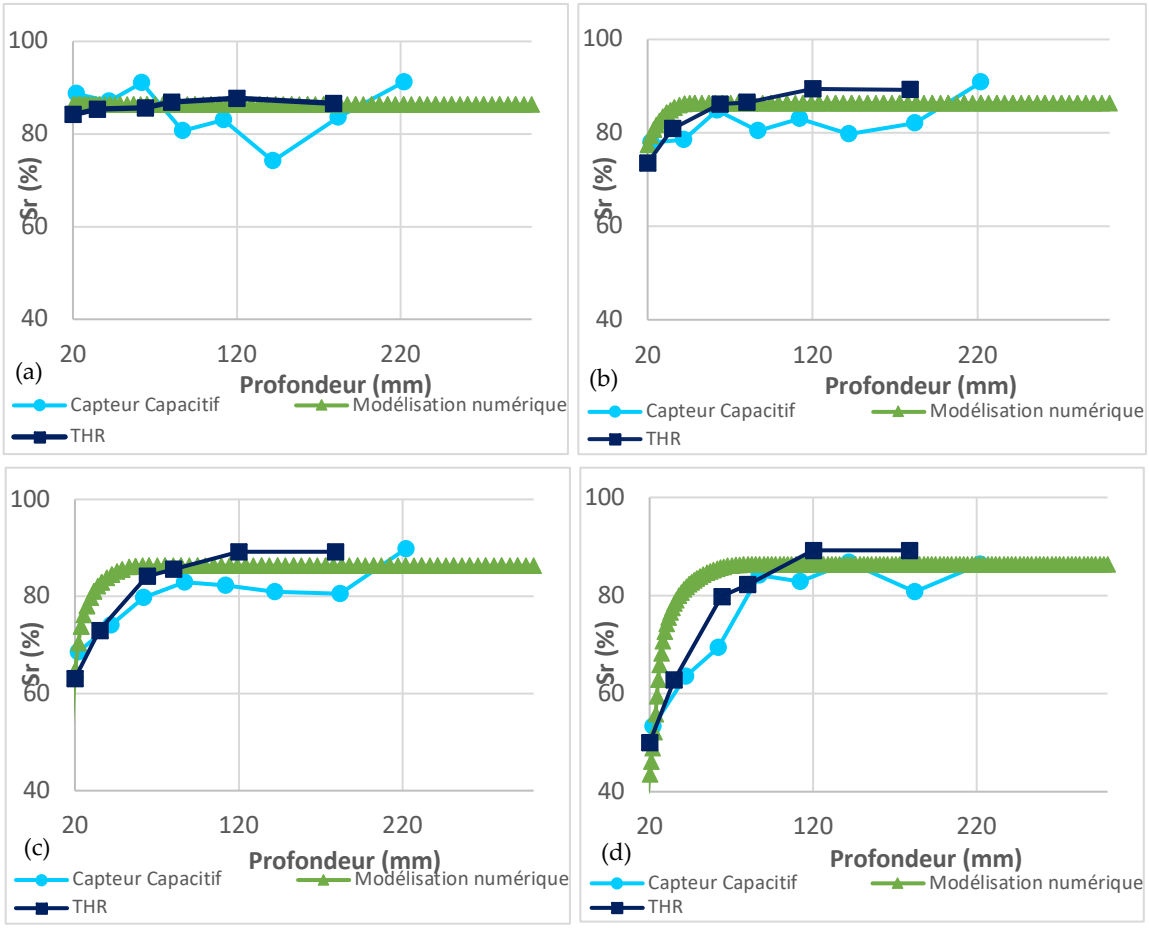


FIGURE 4. Comparaison des profils de degré de saturation obtenus avec le capteur capacitif, les sondes THR et la modélisation numérique : (a) à T_{02} + 1 j, (b) à T_{02} + 30 j, (c) à T_{02} + 51 j et (d) à T_{02} + 83 j.

Les profils d'humidité obtenus par les sondes THR et la modélisation numérique ont été convertis en profils de degré de saturation à l'aide des isothermes de désorption de [Badr, 2019]. Il convient de noter que les sondes THR présentent une précision de 2 à 3 % en dessous de 90 %.

On observe une bonne correspondance globale entre les valeurs expérimentales et celles du modèle, en particulier pour une durée de séchage inférieure à 30 jours. Au-delà de cette période, un léger écart apparaît dans les zones où le gradient hydrique est fort.

Cet écart peut avoir plusieurs origines. Les incertitudes cumulées lors des différentes étapes nécessaires à l'obtention des profils de saturation peuvent jouer un rôle. En effet, pour la méthode capacitive, les incertitudes liées à la mesure de fréquence s'ajoutent à celles de l'étalonnage, de la conversion en température et de la loi de calibration, ce qui peut entraîner une incertitude significative sur la valeur du degré de saturation. Par ailleurs, pour la modélisation numérique et les sondes THR, des incertitudes peuvent également découler des modèles de désorption. Un écart

éventuel avec les propriétés réelles du béton pourrait également expliquer l'écart observé entre les résultats des capteurs et ceux issus des capteurs. Enfin, à haute saturation, il est à noter que la méthode THR est moins fiable. En effet, la présence d'une goutte d'eau est suffisante pour influencer les mesures d'humidité relative et, par conséquent, les degrés de saturation obtenus.

Néanmoins, l'écart absolu maximal observé reste modéré (de l'ordre de 10 %), ce qui témoigne de la bonne fidélité du capteur capacitif développé dans la mesure de la saturation dans le béton.

VI. Conclusion

La thèse a porté sur le développement d'un capteur capacitif noyé [Ibrahim et al., 2024]. Cette étude avait pour objectif de suivre les gradients de saturation dans un démonstrateur soumis à un séchage à 45 °C par le capteur développé. Le suivi a révélé une diminution de la saturation d'environ 35 % à une profondeur de 22 mm par rapport à la face séchante. Le séchage a été observé jusqu'à une profondeur de 87 mm à la fin de l'expérimentation. Par la suite, une étude numérique de modélisation de séchage a été menée à l'aide du logiciel Comsol Multiphysics. Les résultats obtenus par modélisation, ainsi que ceux de sondes THR noyées dans le démonstrateur, montrent un écart absolu maximal d'environ 10 % sur les différentes profondeurs et sur quatre échéances de séchage par rapport aux mesures du capteur capacitif noyé. Cet écart modéré constitue une validation à la fois numérique et expérimentale de ce capteur.

REMERCIEMENT

Les auteurs remercient l'Agence Nationale de la Recherche pour le financement du projet ANR-20-CE22-0015 SCaNING.

REFERENCES

Alhajj, M. A., Bourguignon, S., Palma-Lopes, S., & Villain, G. (2021). Joint inversion of electromagnetic measurements for the determination of water saturation profiles in concrete structures. Cement and Concrete Research, 147, 106500. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106500

Badr, J., Fargier, Y., Palma-Lopes, S., Deby, F., Balayssac, J. P., Delepine-Lesoille, S., ... & Villain, G. (2019). Design and validation of a multi-electrode embedded sensor to monitor resistivity profiles over depth in concrete. Construction and Building Materials, 223, 310-321. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.06.226

Badr, J. (2019). Conception et validation d'un capteur noyé de résistivité électrique en vue du suivi des profils de teneur en eau dans les bétons (Doctoral dissertation, Université Paul Sabatier-Toulouse III) IFSTTAR Nantes, France.

Balayssac, J.-P., Garnier, V., Villain, G., Sbartaï, Z.-M., Dérobert, X., Piwakowski, B., … Salin, J. (2015). An overview of 15 years of French collaborative projects for the characterization of concrete properties by combining NDT methods. International Symposium Non-Destructive Testing in Civil Engineering (NDT-CE 2015), 15-17 September 2015, Berlin, Germany, 15

Baessler, R., Mietz, J., Raupach, M., & Klinghoffer, O. (2000, April). Corrosion monitoring sensors for durability assessment of concrete structures. In Smart Structures and Materials 2000: Smart

Systems for Bridges, Structures, and Highways (Vol. 3988, pp. 32-39). SPIE. https://doi.org/10.1117/12.383168

Baroghel-Bouny, V., Mainguy, M., Lassabatere, T., & Coussy, O. (1999). Characterization and identification of equilibrium and transfer moisture properties for ordinary and high-performance cementitious materials. *Cement and concrete research*, *29*(8), 1225-1238. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00102-7

Cheng, Y., Hanif, A., Chen, E., Ma, G., & Li, Z. (2018). Simulation of a novel capacitive sensor for rebar corrosion detection. Construction and Building Materials, 174, 613-624. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.04.133

Cheng, Y., Gao, F., Hanif, A., Lu, Z., & Li, Z. (2017). Development of a capacitive sensor for concrete structure health monitoring. Construction and Building Materials, 149, 659-668. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.05.150

Dérobert, X., Iaquinta, J., Klysz, G., & Balayssac, J. P. (2008). Use of capacitive and GPR techniques for the non-destructive evaluation of cover concrete. Ndt & E International, 41(1), 44-52. https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2007.06.004

De Vries, D.A., Kruger, A. J., On the value of diffusion coefficient of water vapour in air, Phénomènes de transport avec changement de phase dans les milieux poreux ou colloïdaux, ed. CNRS, 1966, pp 561-572.

Fares, M., Fargier, Y., Villain, G., Derobert, X., & Lopes, S. P. (2016). Determining the permittivity profile inside reinforced concrete using capacitive probes. NDT & E International, 79, 150-161. https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2016.01.002

Granger, L. (1995). *Comportement différé du béton dans les enceintes de centrales nucléaires: analyse et modélisation* (Doctoral dissertation, Ecole Nationale des ponts et Chaussées). tel-00520675 , **version 1** (24-09-2010)

Ibrahim, H., Villain, G., Dérobert, X., Balayssac, J. P., Lopes, S. P., & Devie, T. (2022, August). Calibration procedure for the development of an embedded capacitive sensor. In 25e Congrès Français de Mécanique, Nantes, 29 août-2 septembre 2022. fhal-04280177

Ibrahim, H., Villain, G., Fauchard, C., Ranaivomanana, N., Dérobert, X., Lopes, S. P., ... & Balayssac, J. P. (2023, January). Calibration process of a capacitive probe for monitoring of reinforced concrete nuclear structures. In International Conference on Non-destructive Evaluation of Concrete in Nuclear Applications-NDE NucCon 2023 (pp. 27-32). ndt. net.⟨hal-04296121⟩

Ibrahim, H., Villain, G., Ranaivomanana, N., Lopes, S. P., Balayssac, J. P., Devie, T., & Dérobert, X. (2024). Design and validation of a multi-electrode embedded capacitive sensor to monitor the electromagnetic properties in reinforced concrete structures. Measurement, 115057. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2024.115057

Ibrahim, H., (2024) Développement de capteurs capacitifs noyés pour déterminer les gradients de teneur en eau dans des structures en béton armé, thèse de doctorat de l'école centrale de Nantes, spécialité Génie civil. Thèse en cours de publication.

Mainguy, M. (1999). *Modeles de diffusion non linéaire en milieux poreux. Applications à la dissolution et au séchage des matériaux cimentaires* (Doctoral dissertation, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées). tel-00869152 , **version 1** (02-10-2013)

McCarter, W. J., Chrisp, T. M., Butler, A., & Basheer, P. A. M. (2001). Near–surface sensors for condition monitoring of cover-zone concrete. Construction and Building Materials, 15(2- 3), 115-124. https://doi.org/10.1016/S0950-0618(00)00060-X

Mensi, R., Acker, P., & Attolou, A. (1988). Drying of concrete: analysis and modelling. Séchage du béton : analyse et modélisation, *21*(121), 3-12. https://doi.org/10.1007/BF02472523
Millington, R. J. (1959). Gas diffusion in porous media. *Science*, *130*(3367), 100-102. https://doi.org/10.1126/science.130.3367.100.b

Monlouis Bonnaire. (2003). Modélisation numérique des transferts couplés air-eau-sel dans les matériaux cimentaires et les terres cuites. Thèse de doctorat de l'Université Toulouse, spécialité Génie Civil.

Ranaivomanana, H. (2010) Transferts dans les milieux poreux réactifs non saturés : application à la cicatrisation de fissure dans les matériaux cimentaires par carbonatation. Thèse de doctorat de l'Université de Toulouse, spécialité Génie Civil.

Ranaivomanana, H., Verdier, J., Sellier, A., & Bourbon, X. (2013). Prediction of relative permeabilities and water vapor diffusion reduction factor for cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, *48*, 53-63. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.02.008

Thiéry, M. (2005). Modélisation de la carbonatation atmosphérique des matériaux cimentaires: prise en compte des effets cinétiques et des modifications microstructurales et hydriques. Thèse de docteur de l'école nationale des ponts et chaussées, spécialité : structures et matériaux, LCPC, Paris.

Thiéry, M., Baroghel-Bouny, V., Bourneton, N., Villain, G., & Stéfani, C. (2007). Modélisation du séchage des bétons : analyse des différents modes de transfert hydrique. *Revue européenne de génie civil*, *11*(5), 541-577. https://doi.org/10.1080/17747120.2007.9692945.

Torres-Luque, M.; Osma, J.F.; Sánchez-Silva, M.; Bastidas-Arteaga, E.; Schoefs, F. Chlordetect (2017). Commercial Calcium Aluminate Based Conductimetric Sensor for Chloride Presence Detection. Sensors, 17, 2099. https://doi.org/10.3390/s17092099

Xi, Y., Bažant, Z. P., Molina, L., & Jennings, H. M. (1994). Moisture diffusion in cementitious materials moisture capacity and diffusivity. *Advanced Cement Based Materials*, *1*(6), 258-266. https://doi.org/10.1016/1065-7355(94)90034-5

Villain, G., Balayssac, J. P., Garnier, V., Sbartaï, M., Yven, B., Hénault, J. M., ... & Abraham, O. (2021). Projet SCaNING: Suivi des infrastructures neuves et existantes par Capteurs Noyés pour évaluer les Indicateurs Nécessaires à leur Gestion durable. *Academic Journal of Civil Engineering*, *38*(2), 94-98. https://doi.org/10.26168/ajce.38.2.22

Villain, G., Garnier, V., Sbartaï, Z. M., Derobert, X., & Balayssac, J. P. (2018). Development of a calibration methodology to improve the on-site non-destructive evaluation of concrete durability indicators. Materials and structures, 51, 1-14. https://doi.org/10.1617/s11527-018- 1165-4, https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-01876324v1

Etude Bibliométrique, Approche Interdisciplinaire et Modélisation Multi-échelle : Exploration de la performance thermique des matériaux bio-sourcés

Séverine Rosa Latapie

LMDC, Université de Toulouse, INSA, UPS, France

RESUME Les matériaux bio et géo-sourcés accompagnent la transition écologique du secteur du BTP. Ils améliorent le confort intérieur du bâti tout en diminuant son impact environnemental. De nombreux granulats végétaux, autres que la chènevotte utilisée dans le béton de chanvre, sont valorisables. Bien que largement disponibles grâce aux cultures implantées localement (tournesol, colza, lin, …), leur utilisation à grande échelle reste limitée. Leur comportement complexe est un des freins majeurs à leur développement. Ces travaux explorent de nouveaux champs disciplinaires pour lever plusieurs verrous. Il s'agit de comprendre les phénomènes physiques qui s'opèrent à différentes échelles et de développer des modèles prédictifs du comportement thermique. De l'échelle stratégique du granulat végétal à celle du matériau, l'analyse multi-échelle menée – via des techniques d'homogénéisation analytique- permet de prédire le comportement thermique de plusieurs types de matériaux, avant même l'étape de fabrication et de proposer des pistes d'optimisation. Ces travaux doivent favoriser l'émergence d'économies locales basées sur des matériaux de construction sains, performants et écologiques. Ils s'ancrent dans l'objectif de réduction des émissions de gaz à effet de serre, visé par le Pacte Vert pour l'Europe d'ici 2030.

Mots-clefs Matériaux de construction bio-sourcés, Modélisation multi-échelle, Propriétés thermiques, Granulat végétal, Microstructure

I. INTRODUCTION

Construire de manière durable devient un enjeu stratégique face aux défis climatiques et énergétiques actuels. Les matériaux bio et géo-sourcés sont particulièrement pertinents vis-à-vis de cet objectif. Issus de ressources locales et abondantes, ils offrent de bonnes performances thermiques. Ils permettent également de réguler de manière passive l'humidité de l'air intérieur. Face aux matériaux conventionnels, ces propriétés hygrothermiques remarquables sont un atout majeur en termes d'éco-conception. Pourtant, alors que le secteur de la construction représente 30% des émissions de gaz à effet de serre en France (Pestre and Cheze, 2023), on estime que les isolants biosourcés ne représentent que 7% de la part du marché (Trachte and Stiernon, 2023). En

outre, la Règlementation Environnementale (RE 2020) entrée en vigueur en France au 1er janvier 2022, encourage la mise en œuvre d'éco-matériaux via des indicateurs concernant l'impact environnemental du bâti, la sobriété énergétique ou encore le confort d'été (Ministère de la Transition écologique, 2024). Il est donc relativement paradoxal de ne pas constater une utilisation à plus large échelle de matériaux de construction biosourcés, c'est-à-dire de matériaux non alimentaires issus pour tout ou partie de la biomasse, d'origine animale ou végétale (Lagouin, 2020). Il s'avère que la variabilité de la ressource (caractéristiques différentes au sein d'un même échantillon de granulats), la pluralité des formulations (type de granulat, nature du liant) et le manque de recul sur le comportement complexe de ces éco-matériaux freinent significativement les critères d'assurabilité et donc le développement de filières associés (Lecompte, 2020).

La chènevotte, co-produit de la culture du chanvre textile, est étudiée depuis une vingtaine d'année pour une utilisation sous forme de panneaux isolants (laine de chanvre) ou encore incorporée à une matrice minérale (béton végétal) à des fins d'isolation répartie (Magniont, 2010). Toutefois, le chanvre est loin d'être largement disponible sur tous les territoires. Ainsi, de plus en plus de travaux se concentrent sur des ressources exploitables localement comme les co-produits issus de la culture du lin, du tournesol ou du maïs par exemple (Grădinaru et al., 2021; Lagouin et al., 2018; Ratsimbazafy, 2022). En parallèle, pour compléter les campagnes expérimentales -relativement chronophages sur les matériaux bio-sourcés-, quelques travaux de modélisation émergent dans la littérature mais il se concentrent exclusivement sur la chènevotte et, pour la plupart, ne considèrent pas l'anisotropie des matériaux (Collet and Prétot, 2014; Huang et al., 2023, 2022; Tran-Le et al., 2019).

Dans ces travaux, une étude bibliométrique, une approche interdisciplinaire et une modélisation multi-échelle sont menées de manière complémentaire. L'objectif est d'identifier des axes de recherche inexplorés, de mieux comprendre les phénomènes physico-chimiques qui s'opèrent sous les conditions d'usage et de les intégrer dans des modèles prédictifs du comportement thermique des matériaux bio-sourcés.

II. METHODES

A. Etude bibliométrique

Dans le but d'identifier de nouvelles pistes exploratoires dans la thématique des matériaux de construction bio et géo-sourcés, une analyse bibliométrique est menée à partir d'informations collectées sur la base de données Web of Science. Ainsi, le traitement de ce large corpus de références fiabilise les résultats. Cette démarche peut s'inscrire en complément d'une analyse bibliographique conventionnelle. En effet, ce type d'étude permet de pointer les sujets encore peu explorés dans la littérature, offrant de nouvelles perspectives pour repousser les limites des connaissances actuelles. Elle a été réalisée en utilisant le logiciel de visualisation de réseaux bibliométriques VOSviewer, outil à la fois pertinent et didactique (Arruda et al., 2021). Le principe de la méthode appliquée est résumé dans la figure 1 pour le cas des matériaux bio et géo-sourcés. Une analyse bibliométrique complémentaire a été réalisée pour les sous-catégories suivantes : « ressources premières » des matériaux bio-sourcés et « techniques de construction » des matériaux géo-sourcés.

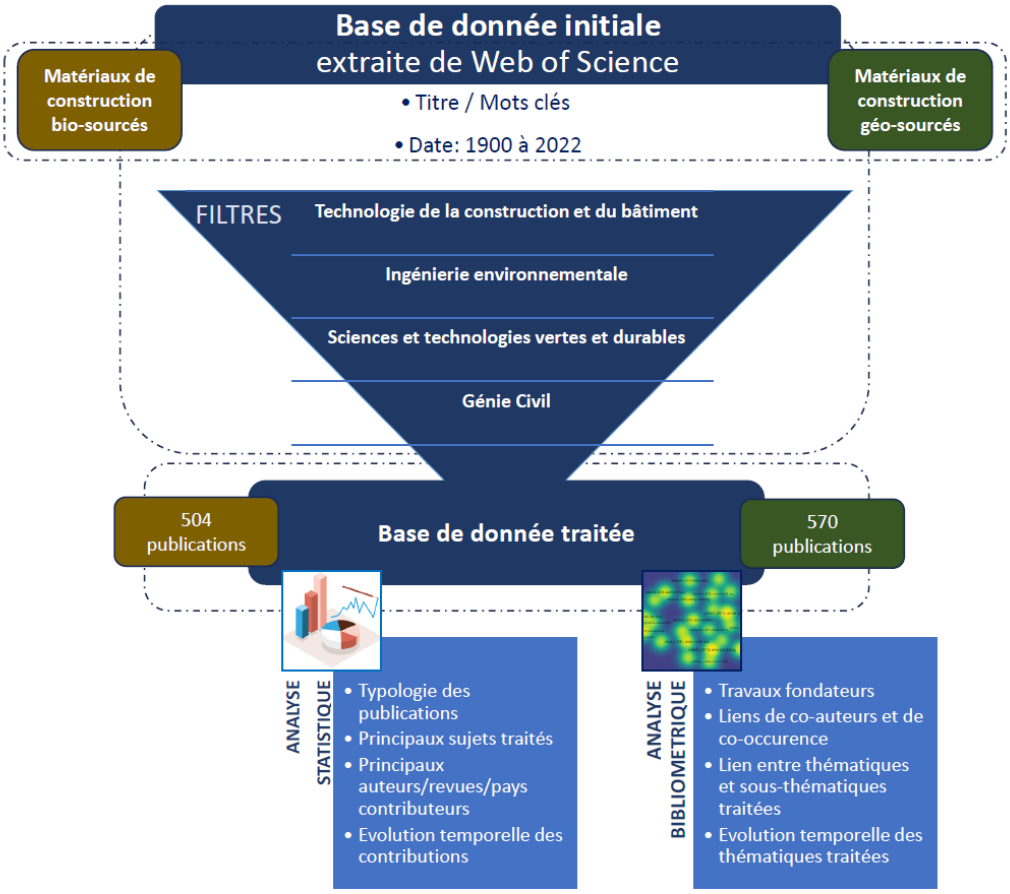


FIGURE 1. Schéma récapitulatif de l'étude bibliométrique menée.

Cette étude permet également d'identifier les principaux contributeurs dans le domaine des matériaux de construction bio-sourcés. En effet, face aux difficultés de mesure de certains paramètres hygro-thermiques (Colinart and Magniont, 2025; Seng et al., 2019), il est essentiel de s'appuyer sur les résultats expérimentaux produits par des spécialistes du domaine, dont les travaux offrent une base relativement fiable pour le développement de modèles de prédiction du comportement thermique.

B. Etude interdisciplinaire

Les matériaux de construction bio-sourcés ont la capacité remarquable de pouvoir réguler de manière passive l'humidité de l'ambiance intérieure du bâti. Associé à cette propriété naturelle de sorption-désorption d'eau, un phénomène de retrait-gonflement hystérétique est observé au niveau des granulats végétaux, de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique, sans que le phénomène physique sous-jacent ne soit clairement identifié et compris à ce jour (Achour et al., 2022; Benhaled et al., 2018; Reuge et al., 2018). Ainsi, en explorant une voie interdisciplinaire qui mêle chimie, physique et génie civil, une analyse argumentée est menée en s'appuyant notamment sur des résultats récents de simulation moléculaire (Chen et al., 2018). La nature cellulosique des granulats végétaux est exploitée pour mieux comprendre les interactions qui ont lieu, sous l'effet de l'humidité relative et de la température, au niveau de la paroi végétale (Antlauf et al., 2021). Appréhender les modes de fixation de l'eau dans les matériaux bio-sourcés

constitue un enjeu majeur afin de proposer une modélisation pertinente, en cohérence avec les phénomènes qui se jouent au niveau microstructural.

C. Etude multi-échelle

Le choix des techniques de modélisation est motivé par un usage à la fois simple (temps de calcul limité, accessibilité des données d'entrée par caractérisation de la ressource) et pertinent (adéquation avec la réelle morphologie du matériau). Les méthodes d'homogénéisation numérique sont écartées en première intention, compte tenu de leur impact environnemental (Perea et al., 2023). Les techniques d'homogénéisation utilisées dans ces travaux se basent sur la théorie des champs moyens. Elles sont couramment utilisées dans de nombreux domaines concernant la science des matériaux (Carpentier et al., 2024; Jeancolas, 2018). Le principe est d'accéder aux propriétés d'un élément à partir d'informations liées à sa microstructure. On définit ainsi un volume élémentaire représentatif (V.E.R) dans lequel des inclusions baignent dans une phase liante matricielle. Le tenseur de conductivité thermique homogénéisé Λ^{hom} s'obtient grâce à la théorie classique d'Eshelby (Eshelby, 1957) par la formule suivante :

$$\Lambda^{hom} = \sum_{i=0}^{n} f_i \, \Lambda . \mathbb{A}_i = \Lambda_0 + \sum_{i=1}^{n} f_i \, (\Lambda_i - \Lambda_0) . \mathbb{A}_i \qquad (1)$$

Où Λ_0 est le tenseur de conductivité thermique de la matrice (0), fi et Λ_0 respectivement la fraction volumique et le tenseur de conductivité thermique des inclusions (i), $\mathbb{A}i$ un tenseur de localisation d'ordre 2. Ce dernier est estimé grâce au schéma de Mori Tanaka ou celui de double inclusion (Mori and Tanaka, 1973; Hori and Nemat-Nasser, 1993). Il permet de prendre en compte à la fois la forme des inclusions et leur orientation. Ceci est particulièrement intéressant puisque les particules végétales peuvent avoir des morphologies sphériques ou plutôt cylindriques, que ce soit d'un point de vue macro ou microscopique (Ratsimbazafy, 2022). En outre, selon la technique de mise en œuvre utilisée, on remarque une orientation préférentielle des particules végétales à l'échelle du matériau (Younes and Youssef, 2017). Les modèles développés favorisent la considération de cette anisotropie multi-échelle, présente de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique (modèles R ou B au niveau particulaire selon la morphologie réelle, cf. figure 2). Ils s'inspirent d'images issues de la tomographie à rayons X ou de la Microscopie Electronique à Balayage (Lagouin et al., 2019b; Viel, 2018) . Toutefois, il est important de souligner que face à un manque de données microstructurales dans la littérature, des hypothèses sont parfois nécessaires. Ainsi, le squelette solide des particules végétales est considéré constitué de cellulose uniquement (composé chimique majoritaire) pour obtenir une valeur de conductivité thermique de cette phase dans la modélisation (Ratsimbazafy, 2022). La température affecte la conductivité thermique de la paroi végétale ainsi que celle de l'air, présent en grande quantité dans les matériaux étudiés compte tenu de leur porosité multi-échelle (Antlauf et al., 2021; Tsilingiris, 2008).

Le passage de l'échelle particulaire à l'échelle matériau est réalisé grâce à un processus d'homogénéisation itératif qui intègre les différentes contraintes d'usage. La prise en compte des différents phénomènes physiques identifiés sous ces dernières (sorption de l'eau, variation de la conductivité thermique avec la température) s'appuie sur les résultats de l'analyse interdisciplinaire menée précédemment. Ainsi, la compréhension et la description faite au préalable du phénomène d'hystérésis à l'échelle moléculaire, permet de comprendre où se fixe

l'eau à l'échelle microstructurale. En conséquence, le phénomène de sorption d'eau a été considéré au niveau de l'espace poral intra-particulaire de la particule végétale. Le processus itératif d'homogénéisation développé dans cette étude est résumé dans la figure 2. Celle-ci permet de préciser à quelle échelle, i.e . à quelle étape d'homogénéisation, les différents effets sont considérés (température, humidité relative, anisotropie).

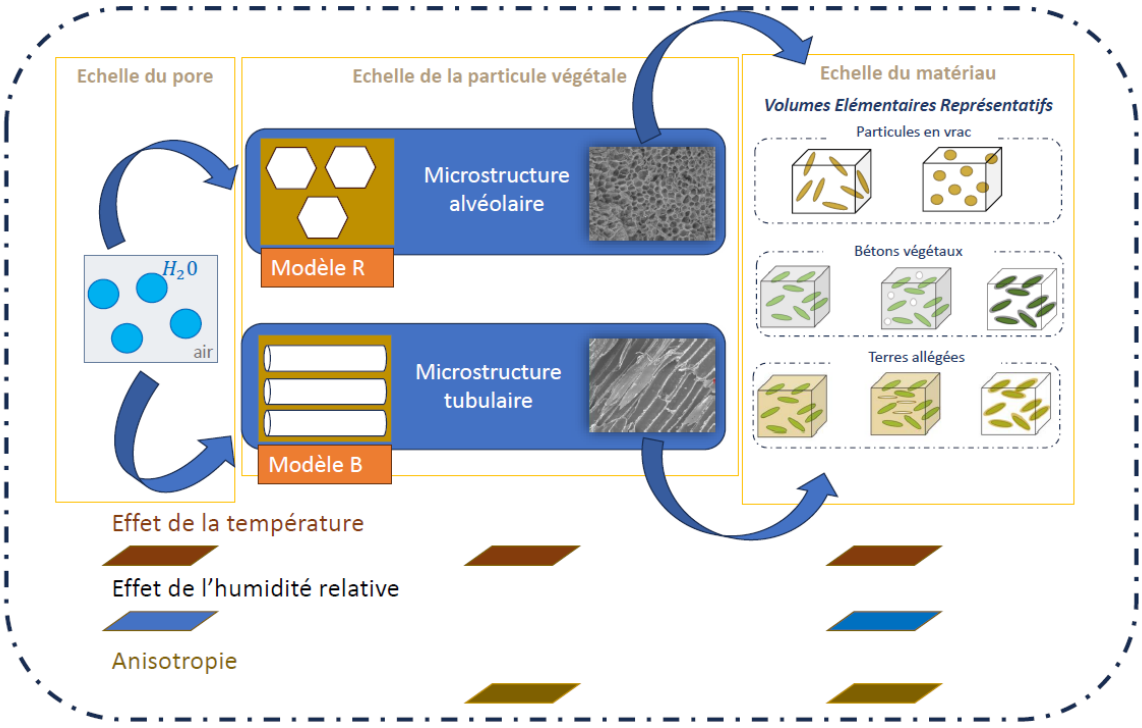


FIGURE 2. Étapes de la triple homogénéisation proposée dans cette étude pour accéder à la conductivité thermique de différents matériaux bio-sourcés (sous les contraintes d'usage et avec prise en compte de l'anisotropie).

Cette méthode a été validée dans un premier temps sur des panneaux de moelle de tournesol fabriqués selon un process peu énergivore et sans aucun liant (assimilés ainsi à des particules en vrac). Ils ont été exposés à différentes conditions de température et d'humidité relative pour permettre de comparer les valeurs de conductivité thermique expérimentales aux valeurs issues de la triple homogénéisation (S. Rosa Latapie et al., 2023). Ensuite, des modèles prédictifs ont été développés pour différents types de matériaux bio-sourcé, à partir de cette homogénéisation multiple. Les résultats ont été comparés à ceux issus des travaux expérimentaux pour apprécier leur pertinence. Le tableau 1 résume les matériaux considérés, les références associées et les valeurs de conductivité thermique mesurées expérimentalement.

TABLEAU 1. Référence des principaux matériaux considérés dans l'étude pour le développement de modèles prédictifs de leur conductivité thermique effective.

Matériau	Référence associée	Masse volumique ($kg.m^{-3}$)	Conductivité thermique mesurée expérimentalement ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
Panneaux de moelle de tournesol sans liant *	(S. Rosa Latapie et al., 2023)	35	0,032-0,039 (Selon conditions de température et d'humidité relative)
Chènevotte en vrac	(Ratsimbazafy, 2022)	100	0,049 ± 0,001
Terre allégée à base de chènevotte	(Laborel-Préneron et al., 2018)	1519 1271	0,030 ± 0,01 0,020 ± 0,01
Terre allégée à base d'écorce de tournesol	(Belayachi et al., 2022)	714	0,158 ± 0,01
Béton végétal à base de chaux et d'écorce de tournesol	(Lagouin et al., 2019a)	540	0,127 ± 0,008
Béton végétal à base de métakaolin et d'écorce de tournesol		511	0,128 ± 0,009

* Matériau témoin développé dans l'étude qui a servi à valider le processus de triple homogénéisation

III. RESULTATS

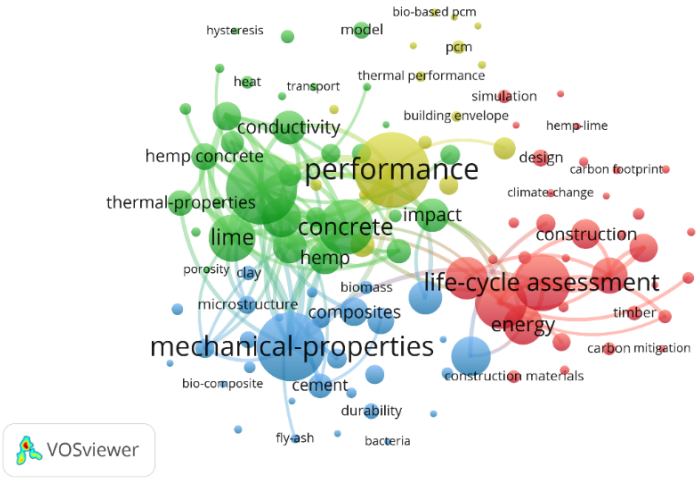
A. Bilan et nouvelles perspectives de travail

L'approche méthodologique présentée permet de fournir un éclairage nouveau sur la discipline des matériaux de construction bio-sourcés d'une part, et géo-sourcés d'autre part (Séverine Rosa Latapie et al., 2023a). L'analyse statistique menée identifie les principaux pays, journaux et auteurs contributeurs dans chacun des domaines. Aussi, il apparaît clairement que les travaux concernant ces thématiques de recherche émergent depuis une vingtaine d'année seulement. Le bois et la chènevotte sont de loin les matières premières les plus abordées dans la littérature tandis que la technique du pisé reste à ce jour la plus documentée concernant la construction en terre crue. De manière intéressante, on note une diversification des ressources étudiées à partir de 2015 (paille, lin, riz) et un intérêt croissant et récent pour les enduits terre crue, l'adobe ou encore le torchis.

La visualisation des cartes de réseaux bibliométriques permet une lecture transversale des références de la littérature en identifiant :

- Les principaux travaux fondateurs de la discipline (i.e les plus cités par les auteurs du domaine).
- Les collaborations entre auteurs (et donc entre laboratoires de recherche).
- Les thématiques principalement abordées jusqu'à ce jour en distinguant des sous catégories.

La figure 3 illustre notamment les résultats (affichés en anglais par le logiciel) pour le cas général des matériaux de construction bio-sourcés.



Couleur associée au regroupement thématique	Thèmes identifiés dans la littérature
	Impact environnemental
	Comportement thermo-hygrique
	Propriétés mécaniques
	Performances à l'échelle du bâti

FIGURE 3. Carte de visualisation de co-occurrences (en haut) et sous catégories identifiées (en bas) permettant de cibler les thématiques abordées dans le cas des matériaux bio-sourcés (jusqu'en 2022).

L'analyse proposée est à la fois innovante et représentative compte tenu du mode de traitement et du nombre de publications traitées (bien plus que dans la plupart des études bibliographiques). Elle permet de mettre en évidence plusieurs éléments intéressants et originaux de chacune des disciplines. Bien que des biais puissent être soulignés - en raison du choix des mots clés de la recherche ou encore de la base de donnée initiale utilisée (Colcanap and Rousseau-Hans, 2021)-, cette approche livre un état des lieux et ouvre de nouvelles perspectives de travail (tableau 2).

Cette étude préliminaire représente une base essentielle pour les travaux menés par la suite. En effet, en s'appuyant sur des domaines encore peu explorés dans la littérature, l'objectif est de traiter différents verrous concernant le comportement thermo-hygrique des matériaux bio et géo-sourcés. Ainsi, l'impact des contraintes d'usage est étudié sous un nouvel angle, en considérant les aspects physico-chimiques et microstructuraux. Une meilleure compréhension des phénomènes sous-jacents, liés notamment aux contraintes d'usage, favorise des hypothèses de modélisation plus pertinentes.

TABLEAU 2 Principales conclusions de l'étude bibliométrique menée (Séverine Rosa Latapie et al., 2023a).

Domaine	Principales sous-catégories étudiés	Principaux auteurs	Perspectives de recherche
Matériaux de construction bio-sourcés	Chènevotte Bois Paille	Collet F. Lanos C. Blanchet P. Magniont C. Habert G. Pretot S. Lawrence Mike Langlet T. Maalouf C.	Modélisation * Physique* Microstructure* Composition chimique* Durabilité Energie Diversité de la ressource* Structuration de filières locale
Matériaux de construction géo-sourcés	Pisé	Aubert J.E. Faria P. Laborel-Préneron A. Magniont C. Humberto V. Niroumand H. Pinto J.F Beckett C. Zai M.F.M Hamard E.	Modélisation* Physique* Microstructure* Variabilité de la terre crue* Du savoir-faire traditionnel aux techniques modernes Idées préconçues sur le matériau terre

* Thématiques abordées dans les travaux menés dans le cadre de cette thèse.

B. Des liaisons hydrogène différenciées à l'origine de l'hystérésis

Un nouveau mode de fixation de l'eau est proposé dans les matériaux biosourcés, basé sur l'établissement de liaisons hydrogène entre les molécules d'eau de l'ambiance intérieure et les chaines de cellulose constituant les granulats végétaux. Une différenciation de ces liaisons entraîne différentes conséquences à la fois sur le plan microstructural et macroscopique, ce qui explique un certain nombre de phénomènes relayés dans la littérature (Séverine Rosa Latapie et al., 2023b) . De nouvelles pistes de réflexion s'ouvrent ainsi sur le phénomène d'hystérèse qui peut s'expliquer, selon l'analyse faite, par le schéma de la figure 4.

La fixation de l'eau ainsi décrite permet d'étayer l'hypothèse d'un impact de l'humidité relative sur la conductivité thermique des matériaux bi-sourcés dès l'échelle porale, concentrée principalement sur le granulat végétal et non sur le liant (dès lors que ce dernier a un caractère minéral, à distinguer des liants à base de terre crue qui ont également un caractère hygroscopique).

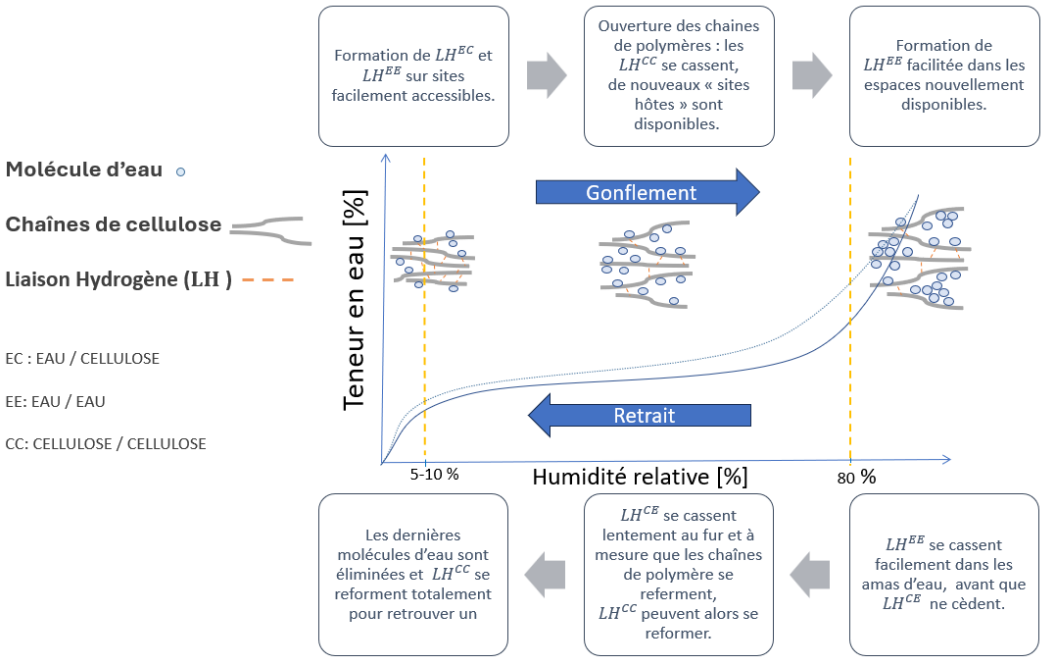


FIGURE 4. Mécanisme d'hystérésis dans les matériaux de construction biosourcés expliqué par des liaisons hydrogène différenciées.

C. De la prédiction à l'optimisation du comportement thermique

- Validation de la méthode proposée

Le processus de triple homogénéisation est validé en comparant les valeurs mesurées expérimentalement aux valeurs données par la modélisation sur les panneaux de moelle de tournesol. La cohérence de la modélisation est remarquable (figure 5) : les valeurs mesurées se situent systématiquement dans la gamme prévue par le modèle (prenant en compte les valeurs extrémales de porosité particulaire).

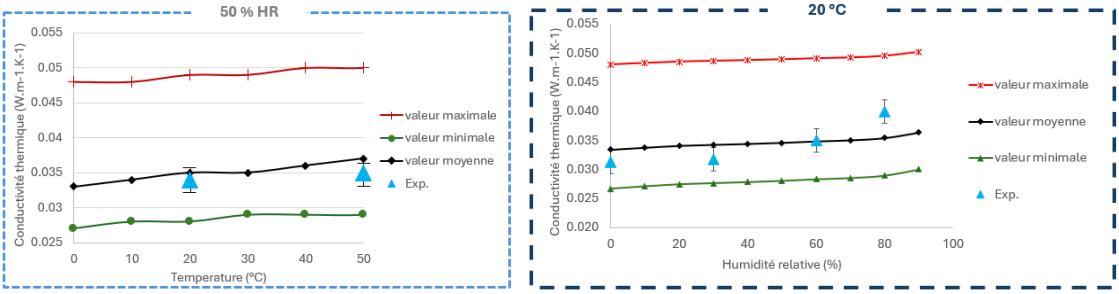


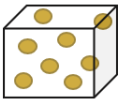
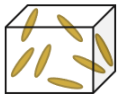
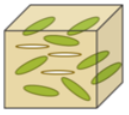
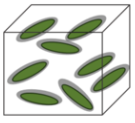
FIGURE 5. Comparaison des valeurs modélisées aux valeurs expérimentales sur les panneaux de moelle de tournesol sous différentes contraintes d'usage (S. Rosa Latapie et al., 2023)

Les deux premières étapes du processus itératif proposé permettent l'accès à la conductivité thermique particulaire d'une large gamme de co-produits agricoles tout en prenant en compte la morphologie des granulats végétaux et la variabilité due aux contraintes d'usage (S. Rosa Latapie et al., 2024). La dernière étape d'homogénéisation fourni des modèles prédictifs pour différents types de matériaux bio-sourcés.

- Modèles prédictifs et étude paramétrique

Le processus d'homogénéisation multiple est ensuite appliqué à différents matériaux et validé par comparaison aux valeurs expérimentales (cf. tableau 1), puis une nouvelle phase de modélisation est proposée pour explorer différents facteurs d'optimisation (cf. tableau 3).

TABLEAU 3. Bilan des modèles développés et validés au regard des valeurs expérimentales et facteurs d'optimisation des formulations et des techniques mise en œuvre.

Type de matériau étudié	Modèle prédictif validé (V.E.R)	Hypothèses de modélisation (Schéma d'homogénéisation)	Ecart maximal à la valeur expérimentale	Facteurs d'optimisation
Panneaux isolants à base de 100 % moelle de tournesol **		Particules isotropes baignant dans une matrice composée d'air (Mori-Tanaka)	10% sur toute la gamme d'usage (température et humidité relative)	*Non étudié*
Chènevotte en vrac **		Particules transversalement isotropes baignant dans une matrice composée d'air Orientation isotrope des particules (Mori-Tanaka)	Moins de 5 % à l'état sec	Anticiper le tassement (forme des particules / technique de mise en œuvre) dans la paroi sur le long terme
*Terres allégées**		Particules transversalement isotropes baignant dans une matrice composée de terre crue Porosité additionnelle (inclusion) pour prendre en compte notamment la fissuration après séchage (Mori-Tanaka)	3% après calibration de la fissuration	Changement de co-produit agricole Orientation unidirectionnelle des granulats
		Particules transversalement isotropes baignant enrobées de terre crue baignant dans une matrice composée d'air (Double inclusion)	1 % après la calibration de l'enrobage	
*Bétons végétaux**		Particules transversalement isotropes enrobées de liant hydraulique baignant dans une matrice composée d'air (Double inclusion)	4 % après la calibration de l'enrobage	

** Modèles validés par des valeurs expérimentales issues de la littérature*

*** Modèles validés par des campagnes expérimentales menées dans les travaux présentés ici.*

Le changement des paramètres dans les modèles (nature du granulat/liant, orientation/forme des particules végétales) permet d'apporter des éléments complémentaires aux campagnes expérimentales. Les résultats de la modélisation montrent que la forme des granulats a peu d'effet sur la conductivité thermique des matériaux, contrairement aux effets d'orientation préférentielle. Par ailleurs, la nature du granulat joue un rôle clé dans les performances thermiques des matériaux bio-sourcée (Latapie, 2023; Rosa Latapie et al., 2024; Rosa Latapie et al., 2025).

IV. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

L'originalité des travaux présentés réside dans l'approche interdisciplinaire menée. Cette dernière s'avère particulièrement pertinente pour lever différents verrous concernant la prédiction du comportement thermique des matériaux bio et géo-sourcés. Ainsi, l'exploration de différentes échelles au sein de ces matériaux permet d'isoler certains phénomènes physiques pour mieux les appréhender dans les modèles prédictifs proposés. D'une part, l'échelle stratégique du granulat végétal donne la possibilité de contourner la difficulté liée à la variabilité de la ressource. D'autre part, la compréhension des phénomènes de sorption de l'eau dès l'échelle moléculaire supporte les hypothèses faites à l'échelle porale pour la modélisation. Ainsi, l'effet des contraintes d'usage (température et humidité relative) sur le comportement thermique est cohérent avec les phénomènes physiques associés. Les modèles développés -à la fois pour différents types de matériaux (isolation en vrac, panneau isolant, béton végétal, terre allégée) et un grand nombre de co-produits agricoles (chènevotte, moelle et écorce de tournesol, tige de miscanthus, paille de blé…) - ont démontré leur pertinence par comparaison à des valeurs expérimentales. Enfin, ces modèles révèlent certaines pistes d'optimisation des propriétés d'isolation qui sont à ce jour difficiles à appréhender d'un point de vue expérimental. Face aux enjeux environnementaux auxquels nos sociétés sont aujourd'hui confrontées, ces travaux contribuent pleinement à une démarche de valorisation des matières premières locales (co-produits agricoles) dans les matériaux de la construction.

L'accessibilité des données d'entrée des modèles développés favorise une applicabilité rapide de cette contribution, au plus près des besoins et des attentes des acteurs des économies locales. Toutefois, des travaux complémentaires sont nécessaires pour accéder à davantage de données microstructurales des matériaux (qui font défaut dans la littérature) et ainsi assurer la robustesse des méthodes proposées ici. Par ailleurs, la prise en compte de la nature organique des matériaux étudiés est probablement un facteur clé pour progresser dans la connaissance des matériaux bio et géo-sourcés. Ainsi, favoriser l'interdisciplinarité et la collaboration avec des chimistes et biologistes notamment, est une piste exploratoire très prometteuse pour la suite de ces travaux. Enfin, face à la diversité inhérente aux ressources premières, l'appui d'outils puissants issus de l'Intelligence Artificielle est une perspective inspirante. Les réseaux de neurones ou encore la notion de jumeaux numériques constituent probablement un potentiel fort de développement futur.

REMERCIEMENTS

L'autrice remercie l'ADEME et le projet LOCABATI pour leur soutien financier

REFERENCES

Achour, C., Remond, S., Belayachi, N., 2022. Mesure du gonflement-retrait des granulats végétaux par analyse d'image. Acad. J. Civ. Eng. 40, 104–107. https://doi.org/10.26168/ajce.40.1.26

Antlauf, M., Boulanger, N., Berglund, L., Oksman, K., Andersson, O., 2021. Thermal Conductivity of Cellulose Fibers in Different Size Scales and Densities. Biomacromolecules 22, 3800–3809. https://doi.org/10.1021/acs.biomac.1c00643

Arruda, H., Silva, E.R., Lessa, M., Proença, D., Bartholo, R., 2021. VOSviewer and Bibliometrix. J. Med. Libr. Assoc. JMLA 110, 392–395. https://doi.org/10.5195/jmla.2022.1434

Belayachi, N., Ismail, B., Broard, Y., 2022. Propriétés effectives thermiques d'un bio-composite à base de tournesol. Acad. J. Civ. Eng. 40, 240–243. https://doi.org/10.26168/ajce.40.1.59

Benhaled, M., Ouldboukhitine, S.-E., Amziane, S., 2018. Modélisation théorique et expérimentale du comportement énergétique et environnemental des matériaux de construction biosourcés. Acad. J. Civ. Eng. 36, 611–614. https://doi.org/10.26168/ajce.36.1.132

Carpentier, N., Raffa, M.L., da Silva Botelho, T., Klinkova, O., 2024. Assemblages collés, modélisation numérique et homogénéisation, in: 16ème Colloque National En Calcul de Structures (CSMA 2024). CNRS and CSMA and ENS Paris-Saclay and CentraleSupélec, Hyères, France.

Chen, M., Coasne, B., Guyer, R., Derome, D., Carmeliet, J., 2018. Role of hydrogen bonding in hysteresis observed in sorption-induced swelling of soft nanoporous polymers. Nat. Commun. 9, 3507. https://doi.org/10.1038/s41467-018-05897-9

Colcanap, G., Rousseau-Hans, F., 2021. Pour une bibliométrie ouverte et responsable. Arabesques 12–15. https://doi.org/10.35562/arabesques.2719

Colinart, T., Magniont, C., 2025. RILEM TC 275-HDB: results of round-robin testing for the vapor permeability of hemp concrete. Mater. Struct. 58. https://doi.org/10.1617/s11527-025-02644-7

Collet, F., Prétot, S., 2014. THERMAL CONDUCTIVITY OF HEMP CONCRETES: VARIATION WITH FORMULATION, DENSITY AND WATER CONTENT. Constr. Build. Mater. 65, 612–619. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.05.039

Eshelby, J.D., 1957. The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion, and Related Problems. Proc. R. Soc. Lond. Ser. A 241, 376–396. https://doi.org/10.1098/rspa.1957.0133

Grădinaru, C.M., Șerbănoiu, A.A., Șerbănoiu, B.V., 2021. Sunflower Stalks versus Corn Cobs as Raw Materials for Sustainable Concrete. Materials 14, 5078. https://doi.org/10.3390/ma14175078

Hori, M., Nemat-Nasser, S., 1993. Double-inclusion model and overall moduli of multi-phase composites. Mech. Mater. 14, 189–206. https://doi.org/10.1016/0167-6636(93)90066-Z

Huang, G., Abou-Chakra, A., Geoffroy, S., Absi, J., 2023. A multiscale homogenization model on thermal conductivity of bio-based building composite considering anisotropy, imperfect interface and moisture. Constr. Build. Mater. 377, 131156. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.131156

Huang, G., Guéry, A., Absi, J., Geoffroy, S., 2022. Optimization of mechanical properties in anisotropic bio-based building materials by a multiscale homogenization model. J. Build. Eng. 57, 104890. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2022.104890

Jeancolas, A., 2018. Étude expérimentale et modélisation micromécanique du comportement de composites hybrides : optimisation de la conductivité thermique (These de doctorat). Université de Lorraine.

Laborel-Préneron, A., Magniont, C., Aubert, J.-E., 2018. Hygrothermal properties of unfired earth bricks: Effect of barley straw, hemp shiv and corn cob addition. Energy Build. 178, 265–278. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2018.08.021

Lagouin, M., 2020. Caractérisation et optimisation multiphysiques d'une paroi bicouche bio et géosourcée (These de doctorat). Toulouse 3.

Lagouin, M., Magniont, C., Sénéchal, P., Moonen, P., Aubert, J.-E., 2018. Etude du potentiel des écorces de tournesol et de maïs comme granulats végétaux dans la formulation de bétons légers. Acad. J. Civ. Eng. 36, 29–33. https://doi.org/10.26168/ajce.36.1.8

Lagouin, M., Magniont, C., Sénéchal, P., Moonen, P., Aubert, J.-E., Laborel-préneron, A., 2019a. Influence of types of binder and plant aggregates on hygrothermal and mechanical properties of vegetal concretes. Constr. Build. Mater. 222, 852–871. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.06.004

Lagouin, M., Sénéchal, P., Moonen, P., Magniont, C., Aubert, J.-E.E., Laborel-Préneron, A., 2019b. Potential of X-ray tomography for the exploration of vegetal concretes' porous structure. Presented at the 3rd International Conference on Bio-Based Building Materials (ICBBM).

Latapie, S., 2023. Contributions of micromechanics in the characterisation of heat transfer: a multi-scale model to take into account the variability of the thermal conductivity of a biosourced wall. Acad. J. Civ. Eng. 41, 77–86. https://doi.org/10.26168/ajce.41.1.8

Lecompte, T., 2020. Le chanvre dans les bâtiments de demain : atouts, freins et enjeux. Ann. Bretagne Pays L'Ouest Anjou Maine Poitou-Charente Touraine 193–207. https://doi.org/10.4000/abpo.6361

Magniont, C., 2010. Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources (These de doctorat). Toulouse 3.

Mori, T., Tanaka, K., 1973. Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. Acta Metall. 21, 571–574. https://doi.org/10.1016/0001-6160(73)90064-3

Perea, C., Gérard, J., Benedittis, J.D., 2023. L'impact environnemental du numérique, un enjeu encore mal pris en compte par les entreprises. Conversat. Fr.

Pestre, T., Cheze, O., 2023. Outil d'évaluation de l'impact environnemental des produits de construction en pierre naturelle., in: Journées Nationales de La Maçonnerie. École Centrale de Lyon, Lyon, France.

Ratsimbazafy, H.H., 2022. Évaluation du potentiel de co-produits agricoles locaux valorisables dans le domaine des matériaux de construction (PALOMAC) (phdthesis). Université Paul Sabatier - Toulouse III.

Reuge, N., Moissette, S., Bart, M., Collet, F., Lanos, C., 2018. Modèle de cinétique locale de sorption couplé au phénomène d'hystérésis pour les matériaux biosourcés. Acad. J. Civ. Eng. 36, 43–46. https://doi.org/10.26168/ajce.36.1.11

Rosa Latapie, S., Abou-Chakra, A., Sabathier, V., 2025. Use of Local Resources in Plant-Based Concretes: Exploring Thermal Performance Through Multi-Scale Modeling. Constr. Mater. 5, 27. https://doi.org/10.3390/constrmater5020027
Rosa Latapie, Séverine, Abou-Chakra, A., Sabathier, V., 2023a. Bibliometric Analysis of Bio- and Earth-Based Building Materials: Current and Future Trends. Constr. Mater. 3, 474–508. https://doi.org/10.3390/constrmater3040031
Rosa Latapie, Séverine, Abou-Chakra, A., Sabathier, V., 2023b. Microstructure of Bio-Based Building Materials: New Insights into the Hysteresis Phenomenon and Its Consequences. Buildings 13, 1650. https://doi.org/10.3390/buildings13071650
Rosa Latapie, S., Lagouin, M., Sabathier, V., Abou-Chakra, A., 2023. From aggregate to particleboard: A new multi-scale model approach to thermal conductivity in bio-based materials. J. Build. Eng. 78, 107664. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2023.107664
Rosa Latapie, S., Sabathier, V., Abou-Chakra, A., 2024. Bio-based building materials: A prediction of insulating properties for a wide range of agricultural by-products. J. Build. Eng. 108867. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2024.108867
Rosa Latapie, Séverine, Sabathier, V., Abou-Chakra, A., 2024. Thermal Performance of Lightweight Earth: From Prediction to Optimization through Multiscale Modeling. Constr. Mater. 4, 543–565. https://doi.org/10.3390/constrmater4030029
Seng, B., Magniont, C., Lorente, S., 2019. Characterization of a precast hemp concrete. Part I: Physical and thermal properties. J. Build. Eng. 24, 100540. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2018.07.016
Trachte, S., Stiernon, D., 2023. Choix équilibré d'un isolant thermique en rénovation: Comment répondre aux exigences de performance énergétique tout en limitant l'impact environnemental global et en favorisant la circularité des matières ? lieuxdits 14–21. https://doi.org/10.14428/ld.vi24.82263
Tran-Le, A.D., Nguyen, S.-T., Langlet, T., 2019. A novel anisotropic analytical model for effective thermal conductivity tensor of dry lime-hemp concrete with preferred spatial distributions. Energy Build. 182, 75–87. https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2018.09.043
Tsilingiris, P.T., 2008. Thermophysical and transport properties of humid air at temperature range between 0 and 100°C. Energy Convers. Manag. 49, 1098–1110. https://doi.org/10.1016/j.enconman.2007.09.015
Viel, M., 2018. Développement de composites bio-sourcés destinés à l'isolation des bâtiments (phdthesis). Université de Rennes.
Younes, A.Y., Youssef, A., 2017. Prise en compte des apports mécaniques du béton de chanvre pour le calcul de structure bois/béton de chanvre et métal/béton de chanvre (phdthesis). Université de Bretagne Sud.

Identification des mécanismes d'endommagement des maçonneries en pierre historique exposées à des températures élevées : de l'échelle du bloc à l'échelle du mur

Victor TADIE[1]

[1] *CY Cergy Paris Université, Laboratoire de Mécanique et Matériaux du Génie Civil, EA4114, F-95000 Cergy-Pontoise, France (victor.ngoudjou-tadie@cyu.fr)*

RESUME. La restauration des édifices en pierre calcaire endommagés par le feu constitue un enjeu majeur en raison de l'altération des blocs et des liants anciens. En l'absence de directives spécifiques dans l'Eurocode 6, le projet ANR POSTFIRE, initié après l'incendie de Notre-Dame de Paris, vise à caractériser le comportement thermomécanique résiduel des pierres et mortiers exposés à des températures élevées. Des expérimentations ont été menées sur trois types de pierres (Saint-Leu, Tervoux, Massangis) en réalisant des essais de cisaillement oblique et des essais de compression sur des doublets et des murets afin d'évaluer la stabilité structurelle post-incendie. La corrélation d'images numériques (DIC) et l'émission acoustique (EA) ont été mobilisées pour analyser la distribution des contraintes à l'interface et les mécanismes de rupture sous compression uni-axiale. Par ailleurs, afin d'étudier l'évolution de la tenue mécanique des murets après un chauffage unidirectionnel à 600 °C, des jauges de déformation et des capteurs LVDT ont permis de suivre les déformations thermiques induites par le gradient thermique dans l'épaisseur de la maçonnerie et d'évaluer la dégradation des matériaux constitutifs sous contrainte thermique.

Mots-clefs Maçonnerie, Interface pierre-mortier, Elévation de température, Courbure thermique, Modes de rupture.

I. INTRODUCTION

La pierre calcaire est un matériau de construction largement utilisé dans le patrimoine architectural, mais elle se révèle particulièrement vulnérable aux effets des incendies, un phénomène devenu préoccupant ces dernières décennies. En effet sous l'exposition à des températures élevées, elle subit d'importantes transformations physiques et chimiques qui altèrent ses propriétés mécaniques et sa durabilité. L'un des principaux phénomènes observés est la décarbonatation de la calcite, constituant majoritaire de la pierre calcaire, qui commence à se produire au-delà de 700 °C comme montré dans les travaux (Daoudi, 2024). Ce processus entraîne une perte de masse, une diminution des caractéristiques mécaniques ainsi qu'une augmentation de la porosité, compromettant ainsi l'intégrité du matériau. Par ailleurs, les mortiers à base de chaux, couramment employés comme liants dans les maçonneries en pierre, réagissent différemment au feu en fonction de leur composition chimique et de leur âge. De ce fait, l'ampleur des dommages causés par un incendie

au sein d'un mur en maçonnerie dépend non seulement des caractéristiques des pierres utilisées, mais aussi du type de mortier, de l'épaisseur des joints et des interactions à l'interface pierre-mortier (Mohamad, 2007). Cette interface jouant un rôle clé dans la transmission des contraintes et la propagation des fissures, influençant ainsi directement la stabilité structurelle de l'ensemble.

Dans cette étude, une campagne d'essais expérimentaux a été mise en place afin d'identifier les paramètres influençant la dégradation des assemblages pierre-mortier sous différentes conditions thermiques. Trois types de pierres calcaires, présentant des résistances et des porosités distinctes (Saint-Leu, Tervoux et Massangis), ont été sélectionné afin de représenter une diversité de comportements. L'analyse se concentre sur deux niveaux d'étude : i) une approche à petite échelle permettant d'examiner l'interaction pierre-mortier et son impact sur le mécanisme de rupture, et ii) une approche à l'échelle du muret visant à évaluer la stabilité globale de la maçonnerie après une exposition à des températures élevées. Pour cela, des techniques de contrôle non destructif, telles que la Corrélation d'Image Numérique (DIC) et l'Émission Acoustique (EA), ont été employées afin de caractériser les phénomènes de dégradation avec précision.

II. MATERIELS ET METHODES

A. Description des éprouvettes

Les trois pierres calcaires étudiées Saint Leu (LEU), Tervoux (TER) et Massangis (MAS) ; avec des porosités totales respectives de 40%, 22% et 11 % ; sont largement utilisées dans le patrimoine bâti français. Ces pierres, comme indiqué dans le tableau 1, appartiennent à différentes classes de résistance : la pierre de Saint Leu (LEU) est classée comme pierre tendre, tandis que les pierres de Tervoux (TER) et Massangis (MAS) sont considérées comme pierres fermes et pierres dures respectivement. Le comportement en compression des spécimens assemblés sous forme de doublets et des murets (Figure 1a-b), est étudié à température ambiante et après exposition à différents niveaux de température. Des essais de cisaillement oblique (Figure 1c) ont également été réalisés sur des assemblages pierre-mortier avec des inclinaisons de 45°, 55° et 65° pour déterminer les paramètres contrôlant la résistance au cisaillement de l'interface telles que la cohésion et l'angle de frottement interne suivant le critère de Mohr-Coulomb, et leur évolution sous sollicitations thermiques croissantes. Ces paramètres ont été déterminés conformément à la méthodologie décrite dans les travaux de (Brulin et al., 2020).

Pour améliorer l'adhérence, un traitement de surface a été réalisé avec des gradines en acier adaptées aux pierres tendres et fermes. Ce procédé a permis d'obtenir des rainures d'environ ±1 mm de profondeur, espacées de ±2 mm. Les éprouvettes à surface lisse seront désignées par l'abréviation SL et celles à surface rainurée par SR. Les rainures n'ont pas été réalisées sur la pierre MAS à cause de sa dureté élevée. Enfin pour cette étude, trois types de mortiers sont formulés selon les recommandations du DTU 20.1 (Tableau 1). Ils sont composés de sable (0-1 mm) et de liants à base de chaux hydraulique naturelle (NHL) ou d'un mélange de ciment et de chaux hydraulique (CEM II + NHL), adapté au type de pierre.

Dans le cadre des essais sur des éprouvettes de doublet et de cisaillement oblique, l'objectif principal est d'établir les tendances d'évolution des propriétés de l'assemblage en fonction de la température. Des essais de chauffage multidirectionnel ont été réalisés avec trois traitements thermiques allant de la température ambiante à 200, 400 et 600°C. Pour ce faire, il est donc essentiel d'assurer l'homogénéité de la température au sein de l'échantillon et de limiter le développement des fissures dues aux gradients thermiques.

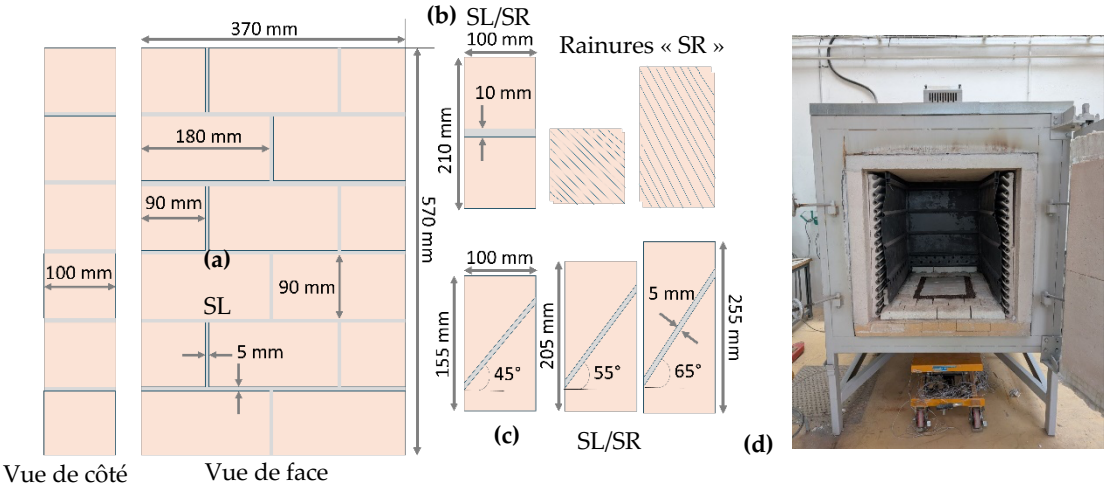


FIGURE 1. Dimensions (a) des murets, (b) des doublets montés avec des cubes de 100 mm de côté, (c) des éprouvettes pour les essais de cisaillement oblique à différentes inclinaisons et (d) Montage du chauffage unidirectionnel des murets

TABLEAU 1. Dosage des mortiers pour 1 m³ de sable sec (1525 kg) selon DTU20.1

Pierres		Mortiers			
Abrév.	**Classe de résistance pierre DTU20.1**	**NHL 2 (kg)**	**NHL 3.5 (kg)**	**CEM II/ 42.5N (kg)**	**Classe de résistance mortier DTU20.1**
LEU	$R_{C_LEU} = 5 < 10$ MPa	350	0	0	$M_{LEU} = 1,3 < M2,5$
TER	10 MPa < $R_{C_TER} = 24,2 < 40$ MPa	0	250	100	$M_{TER} = 3,7 < M5$
MAS	$R_{C_MAS} = 78,4 > 40$ MPa	0	250	150	$M_{MAS} = 5,9 < M10$

Les traitements thermiques ont été réalisés à l'aide d'un four électrique Isartel, capable d'atteindre 900 °C. Chaque traitement suit un cycle thermique composé d'une phase de chauffe à un rythme contrôlé de 2 °C/min jusqu'à atteindre la température cible, suivie d'un palier isotherme maintenu pendant deux heures, puis d'une phase finale de refroidissement semi-forcé. En ce qui concerne les murets, une seule face a été soumise au chauffage afin de mieux reproduire les conditions réelles d'un incendie. La face supérieure a ainsi été exposée à des températures élevées, tandis que les faces latérales ont été thermiquement isolées et que la face inférieure est restée en contact avec l'air ambiant (voir Figure 1d). Le protocole thermique appliqué comprend une montée en température à un taux de 10°C/min jusqu'à 600 °C, suivie d'un plateau isotherme de deux heures, puis d'un refroidissement semi-forcé. La température cible de 600 °C a été retenue sur la base des résultats des coefficients de dilatation thermique maximaux observés dans la plage de 573 °C à 600 °C, tels que rapportés dans les travaux de (Daoudi, 2024).

B. Instrumentation du protocole d'essais

La Corrélation d'Images Numériques (DIC) a été employée pour analyser les champs de déplacement et de déformation sur la surface des éprouvettes de doublets, de cisaillement oblique et de murets. En complément, six transducteurs R15 (150 kHz) ont été utilisés pour surveiller en temps réel les Emissions Acoustiques (EA), détectant ainsi l'initiation et la propagation des fissures sous sollicitation mécanique au sein des éprouvettes. Par ailleurs, des jauges de déformation et des capteurs LVDT ont été placés sur les murets, afin d'enregistrer les variations dimensionnelles des

échantillons au cours des essais thermiques, fournissant des données essentielles sur la réponse des matériaux sous l'effet des gradients de température.

III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

A. Résultats sur les propriétés de l'interface

La Figure 2a présente l'évolution de la cohésion de l'interface pierre-mortier en fonction du type de pierre, du type de rugosité, du type de mortier et de l'élévation de la température. L'analyse des résultats de cette figure, montre que les mortiers hybrides (à base de ciment et NHL3,5) offrent une cohésion initiale plus élevée que les mortiers de chaux pure (NHL2), en raison de leur hydraulicité supérieure, favorisant une meilleure adhésion à température ambiante. L'application des rainures améliore significativement la cohésion des assemblages, en particulier avec un mortier hybride. Ce renforcement est attribuable à une meilleure imbrication mécanique entre le mortier et la pierre, retardant ainsi l'apparition du glissement à l'interface. L'effet des rainures est d'autant plus marqué pour la pierre TER, suggérant que les pierres lisses et denses bénéficient davantage d'une structuration géométrique que celles naturellement rugueuses comme LEU. Par ailleurs, l'augmentation de la température entraîne une diminution progressive de la cohésion des assemblages. À 200°C, les doublets TER_SL et MAS_SL perdent totalement leur cohésion. Ce phénomène est attribuable au retrait du mortier et de l'expansion de la pierre en fonction de la température, ainsi il se crée une incompatibilité de déformation à l'interface, accentuée par la rigidité des deux éléments. Pour LEU_SL, la cohésion diminue de 65%, ce qui indique une assez bonne tenue thermique de l'interface par rapport aux pierres plus denses. En revanche, la présence de rainures sur les assemblages TER_SR et LEU_SR contribue à une diminution modérée de la cohésion, respectivement de 0,43% et 17% respectivement. À 400°C, La cohésion est nulle pour LEU_SL et LEU_SR, ce qui s'explique par les microfissurations intenses du mortier NHL2. Dans le cas des éprouvettes TER_SR, bien que les rainures permettent de maintenir une bonne cohésion jusqu'à 200°C, leur efficacité diminue gravement à partir de 400°C. En résumé, les rainures améliorent significativement la cohésion à basse et à moyenne température, mais leur impact devient limité à très hautes températures, lorsque l'altération avancée du mortier ne permet plus de garantir une liaison efficace avec la pierre.

La Figure 2b présente l'évolution de l'angle de frottement interne de l'interface pierre-mortier en fonction du type de pierre, du type de rugosité, du type de mortier et de l'élévation de la température. Les résultats montrent que pour toutes les éprouvettes, l'angle de frottement interne apparaît moins sensible à l'élévation thermique que la cohésion. Même lorsque la cohésion devient quasi-nulle, la friction mécanique résiduelle continue d'assurer une certaine résistance au cisaillement. De plus, les rainures exercent un effet limité sur l'angle de frottement. À 20°C et 200°C, les éprouvettes LEU_SL et LEU_SR avec des mortiers NHL2 présentent un angle de frottement légèrement plus élevé que les autres pierres avec des mortiers hybrides. Ce constat s'explique par la rugosité naturelle de la pierre LEU, qui offre un meilleur ancrage mécanique du mortier. À 200°C, l'angle de frottement diminue légèrement pour TER_SR, car le mortier hybride a un comportement fragile à l'interface avec le retrait et limite la friction avec la pierre. À 400°C et 600°C, on observe une augmentation de l'angle de frottement pour TER_SR. Ce comportement peut s'expliquer par

l'endommagement significatif du mortier, qui, en perdant sa cohésion, favorise un contact plus marqué avec les aspérités des rainures. L'interaction mécanique devient alors dominée par des phénomènes de frottement granulaire et d'emboîtement local, qui induisent une augmentation de l'angle de frottement.

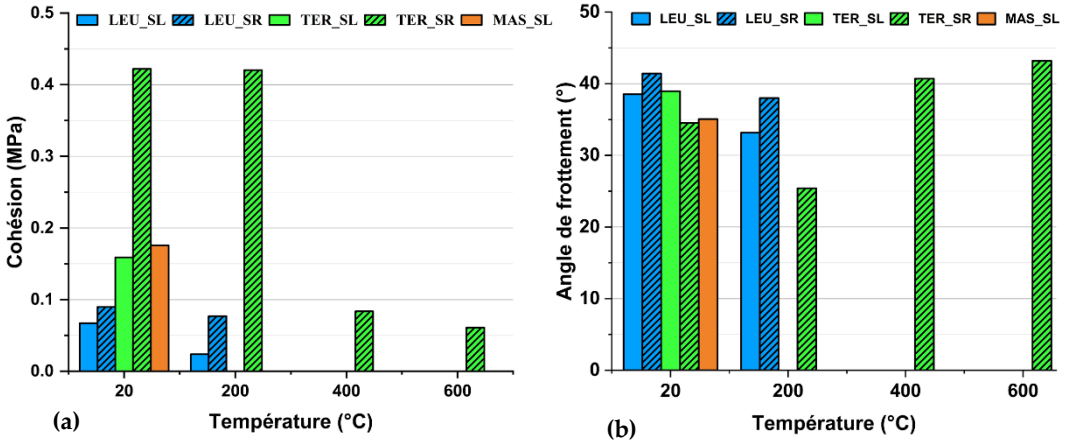


FIGURE 2. Variations (a) de la cohésion et (b) de l'angle de frottement de l'interface pierre-mortier lors de l'essai de cisaillement oblique en fonction de la température, du type de mortier, du type de pierre et de sa rugosité

B. Résultats sur la résistance à la compression et le module statique des doublets

Les Figures 3a et 3b illustrent l'évolution relative de la résistance à la compression et du module d'élasticité des trois pierres étudiées ainsi que de leurs doublets associés, en fonction de la température. Ces grandeurs sont exprimées sous forme normalisée, rapportées aux valeurs de référence obtenues à 20 °C pour chaque type de pierre. Les valeurs de référence utilisées pour la résistance à la compression et le module d'élasticité des pierres seules proviennent des travaux de (Daoudi, 2024). À température ambiante, les résultats montrent que la résistance en compression des doublets atteint 50 à 60 % de celle des pierres, tandis que leur module d'élasticité ne représente que 20 à 30 % de celui des pierres. La chute de résistance des pierres en fonction de la température dépend du type de pierre : environ 30 % pour la pierre tendre, moins de 20 % pour la pierre dure, et presque nulle pour la pierre ferme à 600°C. L'évolution de la résistance des doublets suit une tendance similaire à celle des pierres. La chute du module pour les pierres en fonction de la température est bien plus importante que celle de la résistance. Cette chute atteint des valeurs de 60 à 65 % à 600°C pour les différentes pierres. Cependant, la chute des doublets reste plus modérée que celle des pierres. Une observation importante est la perte d'adhérence partielle des doublets LEU_SL, TER_SL et MAS_SL à 200°C, au niveau de l'interface supérieure entre le bloc supérieur et la surface du joint. Ensuite, la perte d'adhérence devient globale lorsque la température atteint 400°C, ce qui montre qu'après le passage au feu, l'interaction à l'interface est principalement dictée par la friction entre le joint et la pierre. Ces observations soulignent l'influence de la température sur le comportement interfacial, et plus largement sur la stabilité mécanique post-incendie des assemblages.

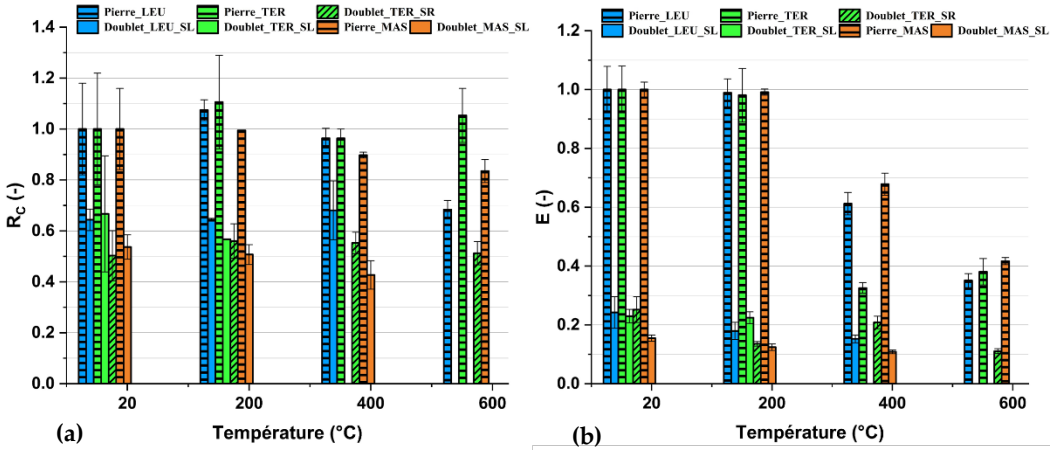


FIGURE 3. Variations des propriétés mécaniques des doublets en fonction de la température, du type de pierre et sa rugosité et du type de mortier : (a) Résistance à la compression et (b) Module statique

C. Mécanismes de rupture des doublets à haute température : Cas de la pierre LEU_SL

D'après les précédents résultats, il est retenu que le mécanisme de rupture du doublet à haute température dépend de la pierre, du mortier et de l'interaction à l'interface pierre-mortier. Un scénario d'endommagement de l'assemblage sera maintenant proposé à l'aide de la DIC et des émissions acoustiques EA pour la pierre Saint LEU à surface lisse. Les étapes présentées sont aussi valables pour les autres pierres TER et MAS.

La Figure 4 montre les évènements acoustiques détectés par six capteurs, révélant une interaction croissante à l'interface pierre-mortier sous forte sollicitation thermique. Dès 200°C, la cohésion du mortier diminue, laissant place à une interface dominée par la friction plutôt que par l'adhérence. Cette friction est confirmée par l'augmentation des EA autour de l'interface jusqu'à la première fissure verticale de la pierre (voir Figure 5a). Pareillement, la Figure 4b illustre l'augmentation importante des EA du début du chargement jusqu'à l'effondrement du doublet en fonction de la température, montrant que la baisse de la rigidité des éléments accentue le mécanisme de déformation de l'assemblage.

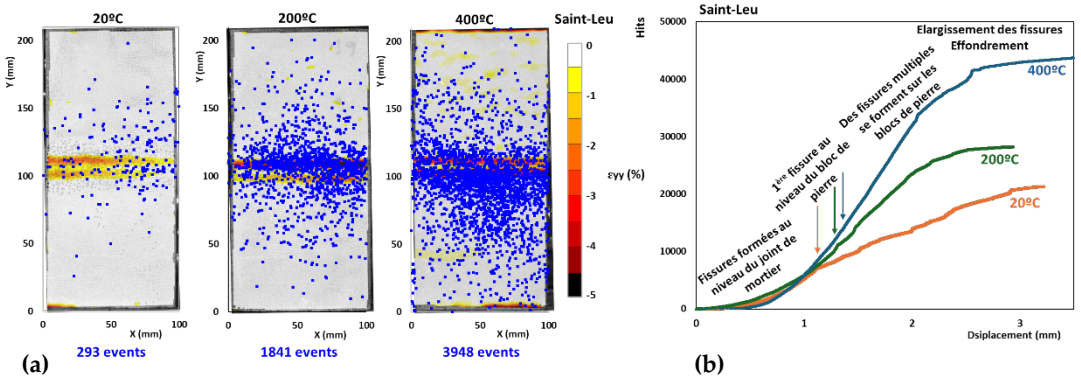


FIGURE 4. (a) Evènements acoustiques et (b) EA en fonction de la température (doublets LEU_SL)

La Figure 5a présente les phases du mécanisme de rupture des doublets LEU_SL par l'illustration des champs de déformations suivant x (caractérisant l'ouverture des fissures) et suivant y à l'aide de la DIC pour chaque exposition de température. La Figure 5b présente le Risetime de chaque

phase à différentes températures. Le Risetime désigne le temps nécessaire à un signal acoustique ou sismique pour passer de son niveau initial à son amplitude maximale. Il reflète ainsi la rapidité avec laquelle l'énergie est libérée lors d'un événement de fracturation. Un Risetime court est généralement associé à une rupture soudaine et localisée, traduisant une libération d'énergie rapide et concentrée. À l'inverse, un Risetime plus long peut indiquer une fracturation plus progressive ou une diffusion de l'énergie sur une zone plus étendue. Cette mesure constitue donc un indicateur pertinent de la dynamique de rupture et, de manière indirecte, de l'énergie de fracturation mise en jeu. La rupture du système pierre-mortier suit un processus en plusieurs phases :

Phase 1 – Comportement élastique et initiation des fissures : Lors de l'application de la charge, le bloc et le mortier se déforment initialement de manière élastique et l'assemblage agit comme un matériau homogène. La fissuration commence à l'interface lorsque la contrainte atteint environ 20 à 30% de la résistance maximale. À ce stade, des microfissures apparaissent dans le mortier, révélant la première faiblesse du système.

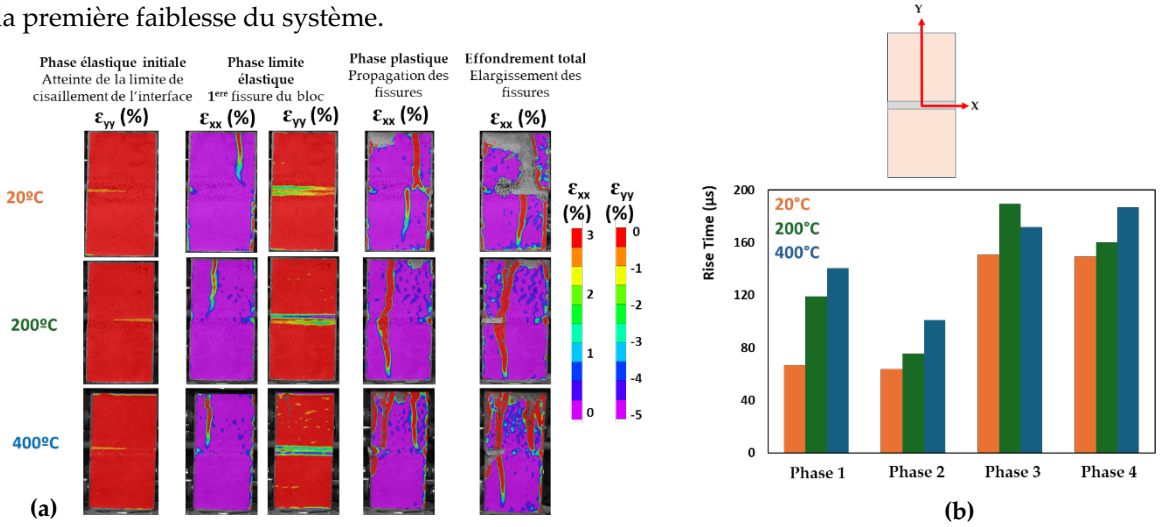


FIGURE 5. (a) Phases du mécanisme d'endommagement illustrées par les champs de déformations donnés par la DIC (doublets LEU_SL) et (b) La valeur moyenne du « Risetime » par phase (en µs)

De plus, le Risetime montre un temps long pour les spécimens à 200°C et 400°C qui serait lié à la fracturation du mortier altéré et de l'interface. Pourtant à 20°C, le Risetime montre que l'énergie de fracturation a une amplitude moins importante, cela est possible par l'adhérence pierre-mortier (El Jazouli and Tsangouri, 2022).

Phase 2 – Confinement et initiation de la première fissure : Le Risetime court, observé pour les trois températures étudiées, correspond à l'achèvement de l'endommagement du mortier. En effet, l'écrasement progressif de ce dernier aboutit à un état ultime de confinement, générant ainsi d'importantes contraintes de traction dans le bloc. En réponse à ces contraintes, une fissure verticale apparaît généralement dans le bloc supérieur, comme observé pour la majorité des éprouvettes (Parent, 2015) (Mohamad, 2007).

Phase 3 – Propagation des fissures : La fissure, initialement localisée dans le premier bloc de pierre, se propage progressivement à travers le mortier jusqu'à atteindre le second bloc. Durant cette phase, le Risetime reste pratiquement constant pour l'ensemble des spécimens, ce qui peut s'expliquer par des résistances en compression similaires aux trois températures étudiées, conduisant ainsi à des temps de rupture comparables. En complément, des fissures verticales sont également observées sur les autres faces des doublets, suivant un mode de propagation similaire.

Phase 4 – Ruine totale de l'assemblage : L'élargissement progressif des fissures à l'intérieur des blocs de pierre mène inévitablement à l'effondrement global de la structure. L'exposition à des températures élevées accentue ce phénomène en réduisant la capacité du mortier à dissiper les contraintes et en aggravant la fragilisation des blocs de pierre. Le Risetime observé reste comparable à celui de la phase 3, ce qui suggère que le doublet a dépassé sa limite d'élasticité pour entrer dans un régime de déformation plastique permanente, révélateur d'un endommagement irréversible de l'ensemble.

D. Résultats sur le comportement thermomécanique des murets à hautes températures : Cas de la pierre LEU_SL

Cette section présente les résultats des essais réalisés sur les murets construits avec la pierre LEU et le mortier NHL2. Trois murets ont été testés au cours de cette campagne expérimentale : deux ont subi un chauffage unidirectionnel jusqu'à 600°C, suivi d'un essai de compression uniaxiale, tandis que le troisième a été soumis directement à un essai de compression à température ambiante.

1. Comportement du muret pendant le chauffage

La figure 6a présente les déformations thermiques mesurées à l'aide de jauges disposées sur la surface latérale d'un muret en pierre LEU, lors d'un cycle de chauffage-refroidissement. Les jauges sont positionnées sur la surface non exposée, ainsi qu'à 3 cm et 5 cm de la face exposée. La jauge située à 3 cm de la face exposée indique un comportement initial contractant dès que la température à la surface atteint environ 150 °C. Cette contraction se poursuit jusqu'à environ 600 °C, puis elle est suivie par une phase de dilatation caractérisée par des déformations positives, traduisant une expansion du matériau. Ce comportement contractant initial peut s'expliquer par l'apparition d'un gradient thermique à travers l'épaisseur du muret. La face exposée à la chaleur se dilate plus fortement que les zones internes plus froides. Ainsi, le différentiel de température génère un champ de contraintes thermomécaniques : la zone chauffée est soumise à une contrainte de compression due à l'opposition des zones plus froides, qui limitent sa libre expansion. Ce comportement est classique pour les matériaux pierreux exposés à un flux thermique unilatéral (Daoudi, 2024). Le comportement dilatant secondaire peut être expliqué par la diffusion de la chaleur et la diminution du gradient thermique dans l'épaisseur du muret au cours du chauffage. Le même comportement a été observé pour les jauges situées à 5 cm et 10 cm de la surface chauffée. La figure 6b montre un déplacement hors plan du muret vers la surface chauffée pendant le chauffage. Ce déplacement hors plan confirme la courbure thermique du muret lors du chauffage, qui est très peu réversible lors du refroidissement (Obaei et al., 2024).

2. Comportement résiduel du muret

La figure 7a montre une chute modérée de la résistance en compression du muret chauffé, d'environ 12 % par rapport à celle du muret sain. En revanche, le muret chauffé se déforme beaucoup plus, avec environ 45 % de déformation supplémentaire au niveau du pic. La figure 7 (b-i) présente le champ de déformation suivant l'axe x, caractérisant l'ouverture des fissures parallèles à la direction de la charge, pendant l'essai de compression uniaxiale du muret LEU_SL, à température ambiante et après exposition à 600°C, à différents niveaux de contrainte : de 33 % à 66 % avant le pic, au pic, et à 50 % de la contrainte résiduelle.

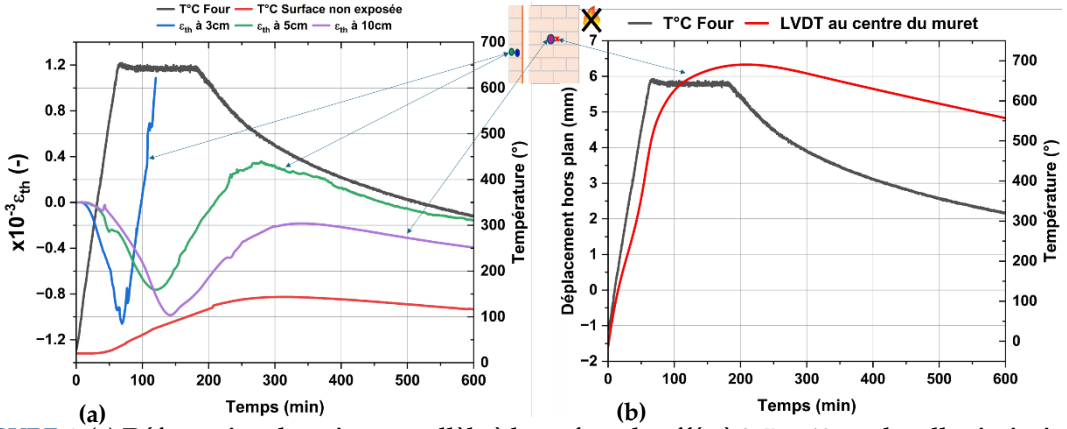


FIGURE 6. (a) Déformation thermique parallèle à la surface chauffée à 3, 5 et 10 cm de celle-ci, ainsi que (b) la déformation hors plan, pour le muret LEU_SL

Dans le cas du muret chauffé, des fissures verticales ont été observées à des niveaux de charge très faibles, se propageant à travers le bloc et les joints verticaux sur toute la hauteur du muret au cours du chargement. En revanche, pour le muret non chauffé, les fissures apparaissent au pic de contrainte et se développent en post-pic.

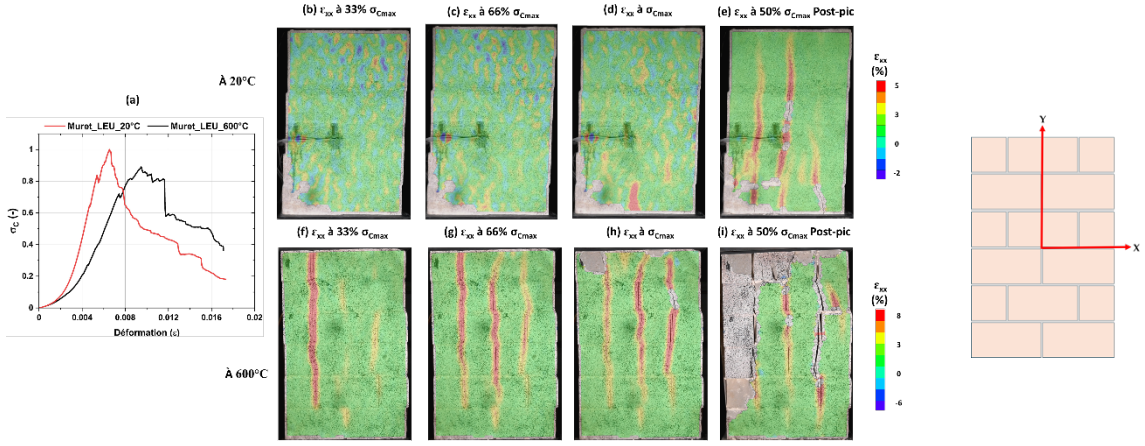


FIGURE 7. Mode de rupture sous compression uni-axiale du muret à température ambiante 20°C (b, c, d, e) et celui chauffé à 600°C (f, g, h, i) à différents niveaux de contrainte normalisés par rapport à la contrainte maximale du muret à 20°C (a)

La figure 8a compare la résistance en compression des doublets, des murets et des pierres constitutives de l'assemblage, ainsi que la résistance estimée du muret selon l'Eurocode 6. Avant exposition au chauffage, les résistances mesurées pour le muret et le doublet sont très proches, ce qui montre que les doublets, en tant qu'assemblages simples de maçonnerie, permettent une estimation correcte de la résistance globale. Par ailleurs, une réduction d'environ 40 % de la résistance est observée aussi bien pour le muret que pour le doublet, par rapport à la pierre constitutive des assemblages. L'Eurocode, quant à lui, sous-estime d'environ 50 % la résistance en compression du muret, en raison du coefficient de sécurité inclus dans ses calculs (K = 0,45).

La figure 8b compare le module d'élasticité des assemblages (doublet et muret) avec celui de leurs constituants, à savoir la pierre et le mortier. On observe que le module d'élasticité du muret est environ deux fois inférieur à celui de la pierre, mais huit fois supérieur à celui du mortier.

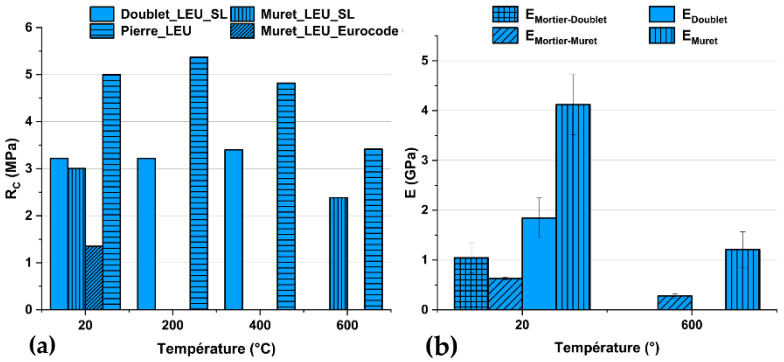


FIGURE 8. (a) Résistance à la compression des doublets et des murets LEU_SL testés à différentes températures et celle prédite par l'Eurocode 6 à l'état sain d'un muret LEU_SL et (b) Module statique des doublets et des murets LEU_SL testés à 20°C et à 600°C ainsi que des mortiers qui les constituent déterminé par la DIC

Le module d'élasticité du doublet atteint environ 50 % de celui du muret, probablement en raison de l'épaisseur plus importante du joint de mortier, qui réduit la rigidité de l'ensemble. Toutefois, les résultats mettent en évidence une perte significative de la rigidité avec l'élévation de la température, entraînant une déformation plus importante des assemblages après sollicitation thermique. En effet, la diminution du module d'élasticité à 600 °C est nettement plus marquée que celle de la résistance en compression : une réduction d'environ 50 % pour le mortier du muret et une diminution de 70 % pour le muret.

IV. CONCLUSION

Cette étude visait à mettre en évidence l'influence des hautes températures sur les mécanismes d'endommagement des maçonneries en pierre calcaire naturelle. Les résultats ont montré que le comportement au cisaillement de l'interface mortier-pierre est particulièrement sensible à haute température, avec une perte totale de cohésion, notamment pour les pierres fermes et dures, ayant une surface non rugueuse et sans traitement, même à des températures relativement faibles. Les résultats ont également souligné la chute plus importante du module d'élasticité par rapport à la résistance, en fonction de la température. L'analyse conjointe des techniques d'émission acoustique (EA) et de corrélation d'images numériques (DIC) a permis d'identifier les mécanismes de fissuration et de mieux comprendre l'interaction pierre-mortier en situation de sollicitation thermique élevée. Les mesures de déformation sur les murets ont permis d'éclairer le comportement à chaud, mettant en évidence la courbure thermique des maçonneries. Enfin, les résultats ont permis d'évaluer les performances mécaniques des maçonneries à partir des propriétés des pierres et des mortiers qui les composent, ainsi que l'influence de la température sur le comportement résiduel de la maçonnerie, notamment en ce qui concerne le schéma de fissuration.

REFERENCES

Brulin, J., Blond, E., de Bilbao, E., Rekik, A., Landreau, M., Gasser, A., Colleville, Y., 2020. Methodology for brick/mortar interface strength characterization at high temperature. Constr. Build. Mater. 265, 120565. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120565

Daoudi, A., 2024. Comportement expérimental multi-échelle de la maçonnerie en pierre calcaire des monuments historiques exposée à des températures élevées (These de doctorat). CY Cergy Paris Université.

El Jazouli, B., Tsangouri, E., 2022. Fire-exposed stones in constructions: Residual strength, performance loss and damage mode shift due to mineralogical transformation and micro-cracking. Eng. Geol. 302, 106638. https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2022.106638

Mohamad, G., 2007. Triaxial compression tests on bedding mortar samples looking at confinement effect analysis.

Obaei, A., Eslami, J., Beaucour, A.-L., Hoxha, D., Noumowe, A., Pimienta, P., Pham, D.T., 2024. Étude du Comportement Thermomécanique des Murs en Maçonneries de Pierres Calcaires. Acad. J. Civ. Eng. 42, 607–618. https://doi.org/10.26168/ajce.42.1.53

Parent, T., 2015. Méthodologie de Diagnostic de Structures Maçonnées Anciennes. https://doi.org/10.13140/RG.2.1.2448.5202

Modélisation de l'Hydratation des Ciments avec Laitiers : Réactions Chimiques et Cinétique d'Hydratation

Jack Atallah

Nantes Université, Ecole Centrale Nantes, CNRS, GeM, UMR 6183, F-44600 Saint Nazaire, France

RESUME

La pénétration des chlorures représente une des causes de dégradation des structures en béton armée, en particulier en milieu marin. L'incorporation de laitier de haut fourneau a démontré une amélioration significative de la durabilité de ces dernières. En vue de prédire par modélisation multi-échelles les propriétés de transport des matériaux cimentaires à base de laitier nécessaires aux modèles de durabilité, une description pertinente des réactions d'hydratation s'avère nécessaire afin d'estimer les fractions volumiques d'hydrates, d'anhydres et de pores. Pour ce faire, un modèle d'hydratation original, basé sur le couplage entre les réactions chimiques et la cinétique d'hydratation a été développé. Ce modèle analytique d'hydratation prend explicitement en compte la substitution de ciment par le laitier. Il est couplé à des modèles cinétiques adaptés décrivant le taux d'hydratation des phases anhydres de la pâte. La combinaison de ces modèles permet une prédiction précise et rapide de l'évolution temporelle des produits d'hydratation, y compris les effets du laitier sur la composition chimique. Le modèle proposé a été validé par de nombreux résultats expérimentaux. Il permet de mieux comprendre et de prédire l'interaction entre la chimie d'hydratation, la cinétique et le développement microstructural. Cette validation facilite l'évaluation des propriétés des matériaux cimentaires contenant du laitier de haut fourneau et fournit des informations essentielles pour améliorer la durabilité des structures en béton.

Mots-clefs : Béton, Ciment, Laitier, Hydratation, Cinétique, Modélisation

I. INTRODUCTION

Le béton demeure l'un des matériaux les plus utilisés dans le monde (Nazari and Sanjayan, 2016), alors que sa production contribue de manière significative aux émissions de CO_2. Pour répondre aux enjeux environnementaux, l'utilisation d'additions en substitution du clinker, telle que le laitier représente une alternative durable et moins impactante que les ciments Portland. En effet, l'intégration de laitier permet de réduire les émissions de CO_2, tout en améliorant la durabilité par une densification de la microstructure. Cet ajout de laitier induit une réduction du coefficient de diffusion des chlorures, ce qui représente un atout pour les structures en béton armé situées en environnement maritime (Sun et al., 2020, El Achrafi, 2024).

Dans le but de prédire la durée de vie de ces structures, une évaluation des propriétés de transport est requise. Ceci nécessite une estimation précise des phases hydratées et de la porosité induite durant la cure des bétons. Ainsi une modélisation pertinente de l'hydratation, combinant les

réactions chimiques, leurs cinétiques et les évolutions microstructurales résultantes est une première étape obligatoire avant de modéliser les propriétés de transport.

Plusieurs études expérimentales, dont (Escalante et al., 2001) et (Bougara et al., 2010), ont montré que les réactions d'hydratation du laitier consomment la portlandite produite par l'hydratation du clinker. (Escalante et al., 2001) ont trouvé que la réactivité du laitier augmentait avec l'augmentation de la température (T), du rapport eau/liant (E/L), et avec la réduction du taux de remplacement du laitier (λ), comme confirmé par le travail récent de (Ali Ahmad et al., 2024). La réactivité du laitier peut varier de manière significative en fonction de son origine, de sa composition chimique et de son traitement. Ainsi, modéliser correctement le processus d'hydratation des ciments avec laitier nécessite la prise en compte des facteurs clés influençant la réactivité du laitier : la composition chimique du clinker et du laitier, leur finesse, T, E/L, λ, les conditions de cure…

De plus, ces réactions d'hydratation sont complexes à décrire en raison de l'influence mutuelle de l'hydratation du clinker sur celle du laitier et inversement. Il n'existe pas de consensus dans la littérature sur les réactions d'hydratation exactes (Brown, 1990; John and Lothenbach, 2023), en particulier en ce qui concerne la composition chimique des produits d'hydratation et leur comportement. Plusieurs modèles numériques basés sur la microstructure ont été proposés (HYMOSTRUCT3D (van Breugel, 1995), CEMHYD3D (Bentz, 2005), µIC (Bishnoi and Scrivener, 2009)...). Ces modèles offrent une description spatialisée de l'évolution microstructurale, mais restent exigeants en temps de calcul.

Ce travail s'est effectué dans le cadre du projet ANR DEMCOM. Le but de ce projet est de coupler un modèle d'analyse de cycle de vie (ACV) avec un modèle de durabilité. Pour cela il est primordial d'avoir des données d'entrée identiques. À partir de ces données, le modèle d'hydratation permettra de déterminer les phases hydratées, dont les fractions volumiques serviront de paramètres d'entrée pour un modèle multi-échelle visant à prédire les propriétés de transport. Ces dernières constitueront les données d'entrée du modèle de durabilité. Dans cet article on se focalise sur la première brique du projet : l'hydratation des ciments avec différents taux de substitution de laitier. Pour chainer ces modèles et ensuite les coupler avec l'ACV, les durées d'exécution doivent être limitées, d'où le choix de modèles analytiques dans notre démarche. En l'absence d'un modèle analytique complet intégrant à la fois les phases hydratées et la cinétique d'hydratation dans la littérature, nous avons développé un modèle original répondant à cette exigence.

II MODELE CHIMIQUE D'HYDRATATION : MODELE DE CHEN & BROUWERS

Sur la base d'un benchmark effectué dans (Atallah et al., 2023), investiguant plusieurs modèles d'hydratation, le modèle de Chen & Brouwers (Chen, 2007) est considéré comme approprié car il restitue de manière pertinente les réactions chimiques qui se produisent dans un mélange de laitier et de clinker.

Le modèle analytique de Chen & Brouwers (Chen et al., 2007a, 2007b) repose sur des équations de bilan chimique entre les oxydes du clinker et du laitier, et des produits hydratés, tout en respectant les équilibres stœchiométriques. Les produits d'hydratation dans la pâte de ciment avec laitier proviennent à la fois de l'hydratation du ciment et du laitier ; en supposant que la quantité de portlandite CH produite par l'hydratation du clinker soit disponible pour l'hydratation du laitier.

Avant de décrire le modèle développé, nous donnons quelques définitions : α est le degré d'hydratation du clinker, α_i celui phases du ciment (i ∈ C_3S, C_2S, C_3A, C_4AF ou gypse), γ celui du laitier. Le taux massique de substitution du laitier dans le liant est noté λ. Le degré d'hydratation d'une phase anhydre peut être calculé à l'aide de la formule suivante:

$$\alpha_i = \frac{(m_{anhy_0} - m_{anhy_t})}{m_{anhy_0}} \quad ; \quad \gamma = \frac{(m_{laitier_0} - m_{laitier_t})}{m_{laitier_0}} \tag{1}$$

Où $m_{anhy_0}/m_{laitier_0}$ représente la masse de la phase anyhdre/ laitier à l'état initial et $m_{anhy_t}/m_{laitier_t}$ celle à un temps t donné. Les propriétés des réactifs et des produits d'hydratation sont données dans (Atallah et al., 2024).

À partir des compositions initiales des oxydes et de leurs proportions dans le mélange, l'hydratation des deux principaux constituants est calculée séparément, puis combinée en tenant compte de l'interaction des produits d'hydratation. La quantité de CH formée par l'hydratation du clinker influence fortement l'hydratation du laitier (Richardson and Groves, 1992). Les résultats donnés par ce modèle ne dépendent pas explicitement du temps, mais des degrés d'hydratation du clinker et du laitier. Ce modèle ne propose pas de modélisation de cinétique de l'hydratation; il doit donc être couplé avec un modèle cinétique d'hydratation.

III MODELISATION DE LA CINETIQUE DE L'HYDRATATION DES CIMENTS AU LAITIER

Les lois cinétiques d'hydratation doivent être intégrées dans le modèle couplé pour décrire l'évolution minéralogique des matériaux cimentaires en fonction du temps. Le modèle d'hydratation du ciment ordinaire de (Tennis and Jennings, 2000) repose sur la loi d'Avrami (Avrami, 1939) pour décrire la cinétique d'hydratation. Merzouki (Merzouki et al., 2013) décrit cette cinétique en trois étapes : 1) la dissolution des anhydrides par une loi linéaire, 2) le développement des hydrates par une loi d'Avrami et 3) le transport des ions par une loi de Knudsen. Selon Biernacki (Biernacki et al., 2002), la loi de Knudsen (Knudsen, 1984) est plus appropriée que celle d'Avrami ou de Jander (Jander, 1927), car elle offre une meilleure description, tant au jeune âge qu'à des périodes plus longues.

Cependant, le taux de dissolution des différents oxydes du laitier a été peu étudié dans la littérature, car expérimentalement, il est difficile de découpler l'hydratation du laitier de l'hydratation du binaire laitier clinker. Partant du principe que le taux de substitution du laitier n'a à priori pas d'effets sur la cinétique d'hydratation du clinker, on peut expérimentalement estimer un degré total d'hydratation par dissolution sélective (Escalante et al., 2001; Lumley et al., 1996), ou par DRX (Hoshino et al., 2006; Kondo et al., 1975). On peut ainsi en déduire le taux d'hydratation du clinker connaissant sa masse pondérée via des formules analytiques ou via des mesures expérimentales sur des formulations équivalentes avec uniquement du ciment Portland.

D'un point de vue purement modélisation analytique, le degré d'hydratation total est découplé en degrés d'hydratation des différentes phases anhydres C_3S, C_2S, C_3A, C_4AF et laitier. Le degré d'hydratation des quatre phases du clinker peuvent être estimés sur la base de trois processus physico-chimiques successifs : induction, nucléation/ croissance, et diffusion (Bernard et al., 2003).

Quant au degré d'hydratation du laitier, nous adoptons un modèle basé sur une équation modifiée de Knudsen développée dans les travaux de Atallah et al.(Atallah et al., 2024).
Le degré total d'hydratation en fonction du temps peut être calculé en fonction de la composition des phases initiales comme suit :

$$\alpha_{total}(t) = \frac{\sum_i m_i(t0)\,\alpha_i(t)}{\sum_i m_i(t0)} \quad (2)$$

Où i∈$\{C_3S, C_2S, C_3A, C_4AF, Laitier\}$ et m_i représentent les fractions massiques des phases i à t=0.
Théoriquement, ce degré total d'hydratation devrait être égal à 1 à la fin des réactions d'hydratation, lorsque le temps t est suffisamment grand et que l'eau est en excès. Expérimentalement, il est prouvé que le ciment au laitier atteint rarement son hydratation complète. Cette hydratation s'arrête à un degré total d'hydratation (2) prédéfini appelé degré d'hydratation ultime α_u. Lin et Meyer ont proposé une équation empirique pour α_u en fonction de la finesse Φ en m²/Kg et du rapport eau sur liant E/L (Lin and Meyer, 2009) qui est utilisée dans notre travail.

Dans les deux paragraphes suivants sont détaillés les calculs des degrés d'hydratation du ciment Portland (§III.1) et du laitier (§III.2) de façon découplée afin ensuite de calculer via l'équation (2) le degré total d'hydratation.

III.1 MODELE CINETIQUE D'HYDRATATION DU CIMENT PORTLAND (BERNARD ET AL., 2003)

Pour l'hydratation du ciment Portland, nous avons utilisé le modèle de Bernard qui est décrit dans la référence (Bernard et al., 2003). Bernard et al. ont adapté le modèle proposé par Atkins (Atkins, 1994) pour décrire la cinétique d'hydratation des phases du clinker par des lois cinétiques de nucléation et de croissance. Ce modèle prend comme paramètres d'entrées la composition chimique du clinker, le rapport E/L et la température et a été validé pour de cures de courtes durées. Dans la thèse de Atallah (Atallah et al., 2024), le modèle de Bernard a été modifié pour mieux correspondre aux résultats expérimentaux obtenus à long terme.

La Figure 3 compare l'évolution des degrés d'hydratation des quatre phases du clinker obtenues par modélisation avec les données expérimentales fournies par Lothenbach (Lothenbach and Winnefeld, 2006) et Wang (Wang et al., 2010) pour le même rapport eau/ciment qui est de 0.5.

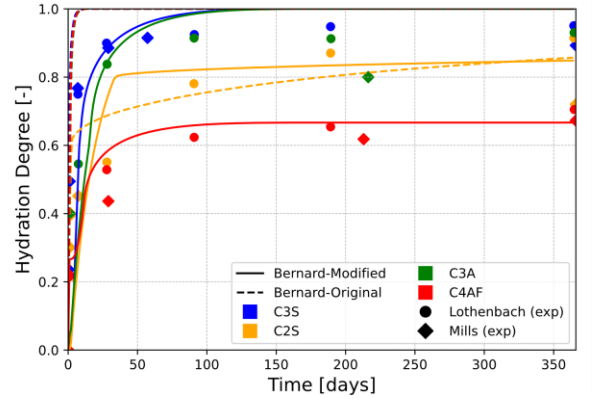


FIGURE 3. Évolution de la cinétique d'hydratation pour les quatre phases principales du clinker : C3S, C2S, C3A et C4AF : comparaison des données modélisées et expérimentales de (Lothenbach and Winnefeld, 2006) et (Wang et al., 2010).

III.2 MODELE CINETIQUE D'HYDRATATION DU LAITIER (ATALLAH ET AL., 2024)

Le taux d'hydratation du laitier est beaucoup plus lent que celui du clinker en raison de la réactivité plus faible du laitier par rapport au ciment (Escalante et al., 2001; Königsberger and Carette, 2020). Il est influencé par plusieurs paramètres, dont le rapport E/L, T, la composition chimique du laitier et du clinker, λ, la finesse Blaine du laitier $B_{laitier}$, et le taux d'amorphisme dans le laitier $\rho_{reactive}$ (Rahman et al., 2023; Wang and Yan, 2010).

La modélisation de la cinétique d'hydratation du laitier a fait l'objet d'études antérieures se focalisant souvent sur les durées de cure limitées à 28 jours. De Schutter (De Schutter, 1999) a proposé un modèle de cinétique d'hydratation valable pour le ciment Portland sans et avec laitier pour des cures limitées à 7 jours. Ce modèle nécessite des tests de calorimétrie pour être ajusté. (Wang et al., 2010; Wang and Lee, 2012, 2010) ont développé un modèle de cinétique d'hydratation valable uniquement au très jeune âge (jusqu'à 3 jours) pour un liant à base de laitier. (Merzouki et al., 2013) ont également proposé un modèle de cinétique pour les 6 premiers jours d'hydratation d'un liant contenant du laitier : ce modèle prend en compte les compositions chimiques du ciment et du laitier, leur finesse, la température de cure et le rapport eau/liant. Krstulović et al. (Krstulović and Dabić, 2000) ont proposé un modèle de cinétique d'hydratation basé sur des données mesurées par microcalorimétrie sur des matériaux contenant du clinker et du laitier pour une cure de deux jours.

Pane et al. (Pane and Hansen, 2005) ont également étudié la cinétique d'hydratation d'un liant composé contenant du laitier en utilisant des résultats expérimentaux d'ATG, une analyse thermogravimétrique et une calorimétrie isotherme. Ce modèle utilisé pour évaluer le degré d'hydratation jusqu'à 180 jours nécessite des données expérimentales de calorimétrie pour modéliser l'hydratation. (Wu W., 1988) a étudié la cinétique d'hydratation d'un liant composé contenant du laitier et du ciment Portland à l'aide d'un calorimètre isotherme. Les paramètres de ce modèle nécessitent des résultats expérimentaux pour être ajustés.

Dans le cadre du projet DEMCOM partant sur la durée de vie des ouvrages plus que 50 ans, il était nécessaire de développer un modèle d'hydratation sur le long terme, applicable pour des durées de cure bien supérieures à 28 jours et ne nécessitant pas d'essais de calorimétrie pour son calage. En conséquence, un nouveau modèle de cinétique d'hydratation du laitier a été développé (Atallah et al., 2024). Ce modèle est basé sur l'équation de Knudsen et prend en compte divers paramètres (soit de formulation, soit fournis dans la fiche technique du laitier): le rapport eau/liant (E/L), le taux de substitution du laitier (λ), la température de cure (T), la proportion de laitier réactif ($p_{reactive}$), la finesse Blaine du laitier (B) et la composition chimique du clinker et du laitier (quantifiée par un paramètre μ, dont le calcul est détaillé dans (Atallah et al., 2024)). Par ailleurs, il se concentre sur les durées longues d'hydratation (10 jours à 3 ans), alors que la plupart des modèles existants ne sont valides qu'au jeune âge.

Le degré d'hydratation du laitier (γ) est :

$$\gamma(t) = \gamma_{reactive}(t) \times p_{reactive} \tag{3}$$

où $\gamma_{reactive}(t) \in [0;1]$ est le degré d'hydratation de la partie réactive du laitier, $p_{reactive} \in [0;1]$ est la proportion massique du laitier chimiquement réactive donnée dans la fiche technique du laitier.

La cinétique d'hydratation de la partie réactive du laitier $\gamma_{reactive}$(t) est modélisée par l'équation de Knudsen :

$$\gamma_{reactive}(t) = \frac{(t/\tau)^{\kappa}}{1+(t/\tau)^{\kappa}} \quad (4)$$

où τ est le temps caractéristique de réaction et κ l'exposant de réaction. Ces paramètres sont modélisés comme un produit de fonctions sans dimension C_i^{τ} et C_i^{κ} avec i∈[T,λ,E/L,μ,B] correspondant aux variables influençant la cinétique d'hydratation:

$$\tau = \tau_0 \cdot C_T^{\tau} \cdot C_{\lambda}^{\tau} \cdot C_{E/L}^{\tau} \cdot C_{\mu}^{\tau} \cdot C_B^{\tau} \quad (5)$$

$$\kappa = \kappa_0 \cdot C_{E/L}^{\kappa} \cdot C_{\mu}^{\kappa} \quad (6)$$

Les fonctions sans dimension C_i^{τ} et C_i^{κ} dans les équations (9) et (10) sont définies comme suit :

$$C_T^{\tau} = exp\left(\frac{E_a}{R} \times \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right) \quad (7)$$

$$C_B^{\tau} = (B/B_0)^{-1} \quad (8)$$

$$C_{\lambda}^{\tau} = \lambda^{a_{\lambda}} \quad (9)$$

$$C_{E/L}^{\tau} = (E/L)^{a_e} \quad C_{E/L}^{\kappa} = (E/L)^{b_e} \quad (10)$$

$$C_{\mu}^{\tau} = (1-\mu)^{a_{\mu}} \quad C_{\mu}^{\kappa} = (1-\mu)^{b_{\mu}} \quad (11)$$

où T_0 est une température de référence fixée à 298 K et B_0 une finesse Blaine de référence fixée à 450 m²/kg, E_a représente l'énergie d'activation en J.mol^{-1}, R la constante universelle des gaz parfaits (8.3145 J.mol^{-1}.K^{-1}), T la température en Kelvin et μ l'effet de la composition chimique du laitier.

Les paramètres du modèle sont fournis dans le tableau 1 après ajustement sur une base de données de 239 données expérimentales.

TABLEAU 1. Paramètres du modèle cinétique de l'hydratation du laitier.

Paramètres du modèle					
E_a/R [K]	1491.9	τ_0 [Jour^{-1}]	0.014	κ_0 [-]	0.077
		a_{λ} [-]	0.332	b_e [-]	0.635
		a_e [-]	-3.103	b_{μ} [-]	-1.736
		a_{μ} [-]	-5.839		

Ce modèle a ensuite été validé sur un ensemble de 42 données expérimentales, confirmant sa fiabilité (Atallah et al., 2024).

Ce modèle englobe un large éventail de formulations et différentes conditions expérimentales correspondantes à l'étendue de la large base de données entreposée dans (Atallah et al., 2024). Ces conditions couvrent des variations étendues de la composition chimique du clinker et du laitier, de la température (de 10 à 50°C), du taux de substitution du laitier (de 0.2 à 0.92), du rapport eau/liant (de 0.3 à 0.8), de la finesse du laitier (de 225 à 561 m²/Kg) et de la réactivité (de 53.5% à 100%). Cette base complète assure la robustesse du modèle qui, associé au modèle d'hydratation du clinker, permettra de reproduire la cinétique d'hydratation des mélanges binaire clinker/laitier.

IV MODELE COUPLE POUR L'HYDRATATION DES CIMENTS AVEC LAITIER

L'utilisation des cinétiques d'hydratation du clinker et du laitier sont donc des entrées du modèle de Chen & Brouwers. Ce modèle permet donc une estimation pertinente de la composition des phases solides aux durées de cure supérieurs à 10 jours.

A titre d'exemple nous avons modélisé le ciment avec laitier utilisé pour formuler les bétons du projet ANR DEMCOM. Les paramètres d'entrés du modèle sont: $\lambda = 0.5, E/L = 0.5, T = 25°C$. Les pourcentages massiques des oxides du clinker et du laitier sont présentés dans le tableau 2.

TABLEAU 2. Composition chimique du clinker et laitier utilisé dans DEMCOM.

m_{oxide} (%)	CaO	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MgO	SO_3	B [m²/Kg]
Clinker	66.4	23.2	3.1	2.24	0.76	2.22	363.5
Laitier	42.3	34.9	10.9	0.5	6.9	0.1	445

Tout d'abord, les taux d'hydratation des différentes phases du clinker sont calculés et présentés Figure 5 . Le degré d'hydratation du clinker, du laitier et total sont présentés Figure 6.

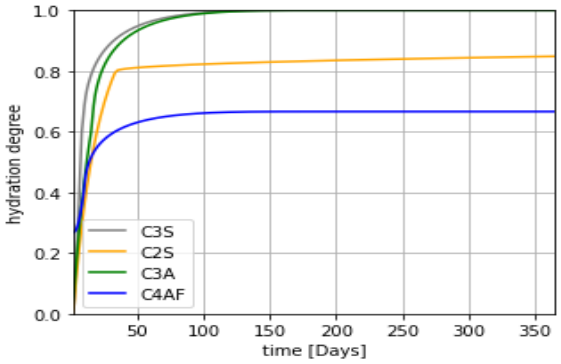


FIGURE 5. Hydratation des phases du clinker selon le modèle modifié de Bernard.

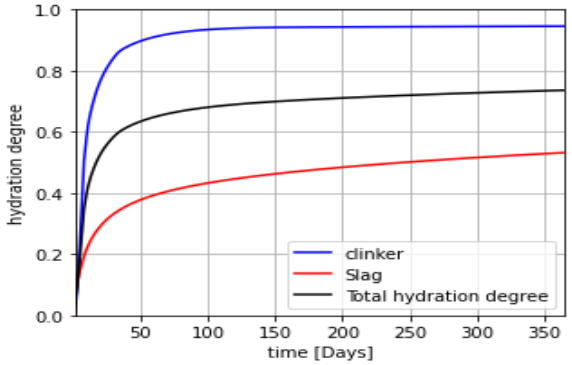


FIGURE 6. Degré d'hydratation du clinker, du laitier et total.

Ces degrés d'hydratation sont intégrés dans le modèle de Chen & Brouwers pour fournir l'évolution des différentes phases en fonction du temps comme montré dans la Figure 7. Cette figure présente le résultat de cette approche de modélisation intégrée qui synthétise plusieurs modèles existants pour prédire l'évolution de la composition du ciment au laitier pour des cures de longue durée.

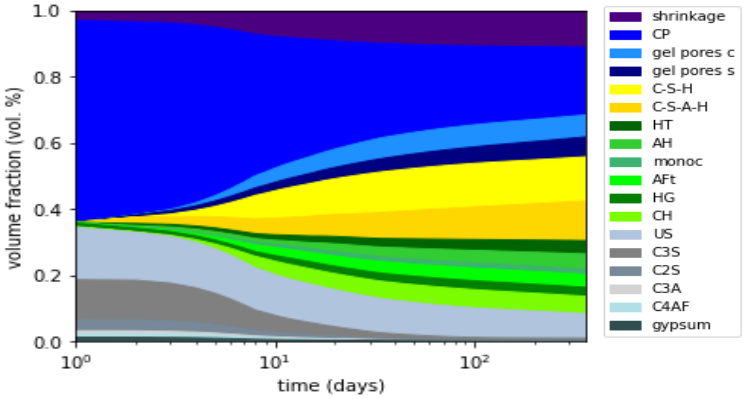


FIGURE 7. Évolution des différentes phases pour la composition utilisée dans le projet DEMCOM.

V VALIDATION ET ANALYSE DU MODELE

Les résultats de ce modèle sont comparés aux quantités de portlandite obtenues par expérimentation, un hydrate clé dans la composition de la pâte hydratée. Cette validation a été réalisée en utilisant les résultats expérimentaux fournis par (Kolani et al., 2012), (Iyoda et Dan, 2007), (Zhang et al., 2016) et (Wang et al., 2010). Selon la Figure 8, l'estimation de la portlandite par le modèle proposé est proche des résultats expérimentaux avec une marge de ±1%.

La validation du modèle développé inclut également une comparaison de l'évolution de la fraction massique de portlandite avec les données expérimentales obtenues par ATG de (Ali Ahmad et al., 2024) pour divers taux de substitution du laitier (λ = 0%, 30%, 50% et 80%) avec $E/L = 0{,}5$ et $T =$ 25°C. Les résultats (Figure 9) ont montré une forte corrélation entre les prévisions du modèle et les résultats expérimentaux, renforçant ainsi la confiance dans le modèle couplé proposé.

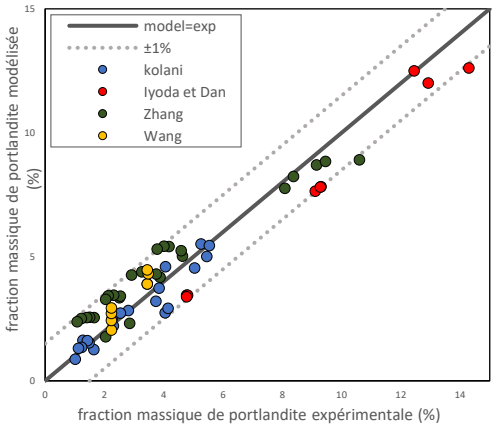


FIGURE 8. Fractions massiques de portlandite modélisées en fonction des données expérimentales fournies par les références citées.

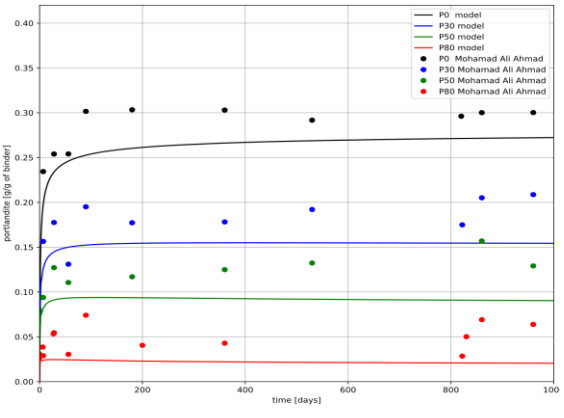


FIGURE 9. Comparaison de l'évolution de la fraction massique de portlandite modélisée et expérimentale (Ali Ahmad et al., 2024).

Une autre validation du modèle consiste à comparer la porosité modélisée avec des données expérimentales obtenues par (Ali Ahmad et al., 2024) à différents âges d'hydratation (7, 28, 56, 90, 180, 270, 360 jours) avec λ= 0, 30%, 50% et 80%. Les résultats sont présentés dans la Figure 10. L'analyse de ces résultats montre une bonne concordance entre les valeurs modélisées et expérimentales, confirmant la capacité du modèle à reproduire l'évolution temporelle de la porosité en fonction du taux de substitution du laitier.

La figure 11 représente l'évolution du degré d'hydratation total des mêmes pâtes de ciment que celles des Figures 9 et 10. La comparaison des résultats obtenus par modélisation avec les données expérimentales de (Ali Ahmad et al., 2024) montre que le modèle est fiable avec cependant une surestimation du degré d'hydratation pour un fort taux de substitution du laitier (égal à 0,8).

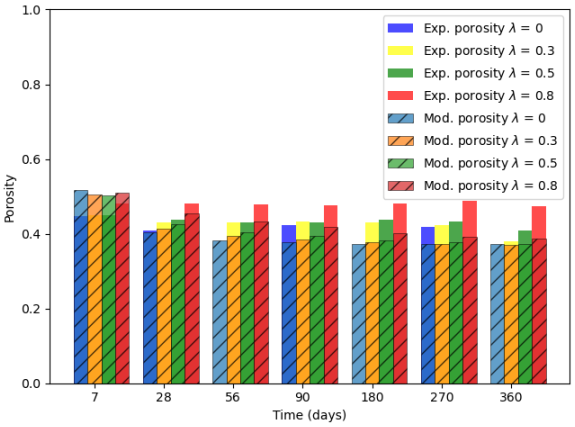


Figure 10. Comparaison de la porosité totale modélisée avec les données expérimentales de (Ali Ahmad et al., 2024), à différents âges d'hydratation et pour différents taux de substitution du laitier.

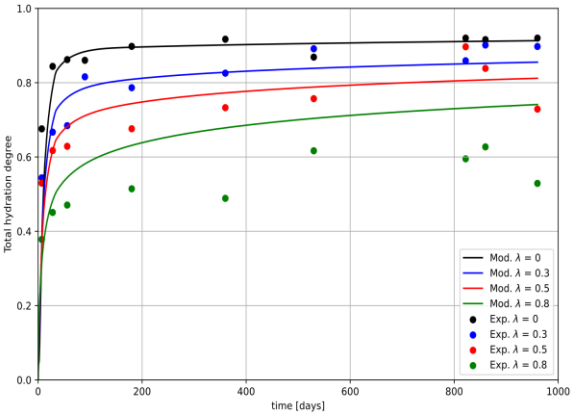


Figure 11. Comparaison de l'évolution du degré d'hydratation total modélisé et expérimental (Ali Ahmad et al., 2024).

VI CONCLUSION

Ce travail propose une analyse approfondie et une validation des théories de modélisation analytique pour l'hydratation des ciments au laitier. Il est basé sur les relations stœchiométriques et les réactions chimiques d'hydratation décrites par (Chen et al., 2007a, 2007b). Le modèle intègre également des approches cinétiques permettant de décrire les vitesses de réaction du laitier et du clinker. Pour l'hydratation du clinker, le modèle proposé par (Bernard et al., 2003) est utilisé. Concernant le laitier, le modèle développé par (Atallah et al., 2024) basé sur l'équation de Knudsen est employé. Le couplage de ces modèles permet une estimation précise et rapide des fractions volumiques des différentes phases présentes dans les pâtes de ciment au laitier. En effet, nous obtenons une bonne estimation des :

- Degrés d'hydratation pour différents rapports E/L et conditions de cure, permettant de quantifier l'évolution des réactions chimiques en fonction du temps.
- Fractions volumiques des phases hydratées en accord avec les résultats expérimentaux.
- Porosité totale essentielle pour l'évaluation des propriétés de transport.

Une compréhension des mécanismes d'évolution des phases minérales au cours de l'hydratation est essentielle pour prédire les propriétés macroscopiques des matériaux cimentaires, comme la diffusion ou la résistivité. Dans une approche intégrée, les fractions volumiques issues du modèle d'hydratation développé ont été utilisées comme entrée d'un modèle multi-échelle de diffusion. Des techniques d'homogénéisation multi-échelles, ont été mise en œuvre dans la thèse de (Atallah, 2024) pour développer des modèles prédictifs permettant de relier les données microstructurales (type et taille des phases solides, porosité, morphologie et les fractions volumiques des phases hydratés) issues de l'hydratation aux performances globales des matériaux. Ces approches permettront de mieux évaluer la durabilité des bétons.

REFERENCES

Ali Ahmad, M., Ranaivomanana, H., Bonnet, S., Buttin, P., L'Hostis, V., 2024. Contribution to a better understanding of long-term hydration, structuration and mechanical properties of slag based cementitious materials: Experimental and modeling approaches. CBM 411.

Atallah, J., 2024, Multiscale modelling of transport properties for durability assessment of reinforced concrete in marine environment, Ph.D thesis, Nantes University

Atallah, J., Bignonnet, F., Ranaivomanana, H., Bonnet, S., 2024. An analytical model for the long term slag hydration kinetics in slag blended cement established from a large experimental database. Construction and Building Materials 448, 138160.

Atallah, J., Bignonnet, F., Ranaivomanana, H., Bonnet, S., 2024. Hydration degree of slag in slag blended cement. https://doi.org/10.57745/Y9VNLO

Atallah, J., Ranaivomanana, H., Bignonnet, F., Bonnet, S., 2023. A Benchmarking of Slag Blended Cement Hydration Models, in: SynerCrete'23, RILEM Bookseries. Springer Nature Switzerland, Milos Island, Greece, pp. 23–33.

Atkins PW. Physical chemistry. 5th ed.; 1994, n.d.

Avrami, M., 1939. Kinetics of Phase Change. I General Theory. The Journal of Chemical Physics 7, 1103–1112. https://doi.org/10.1063/1.1750380

Bentz, D., 2005. CEMHYD3D: A Three-Dimensional Cement Hydration and Microstructure Development Modeling Package: Version 3.0.

Bernard, O., Ulm, F.-J., Lemarchand, E., 2003. A multiscale micromechanics-hydration model for the early-age elastic properties of cement-based materials. CCR 33.

Biernacki, J.J., Richardson, J.M., Stutzman, P.E., Bentz, D.P., 2002. Kinetics of Slag Hydration in the Presence of Calcium Hydroxide. J American Ceramic Society 85, 2261–2267.

Bishnoi, S., Scrivener, K.L., 2009. μic: A new platform for modelling the hydration of cements. Cement and Concrete Research 39, 266–274.

Bougara, A., Lynsdale, C., Milestone, N.B., 2010. Reactivity and performance of blastfurnace slags of differing origin. Cement and Concrete Composites 32, 319–324.

Brown, P.W., 1990. Early-age cement hydration reactions. Transportation Research Record.

Chen, W., Brouwers, H.J.H., 2007a. The hydration of slag, part 1: reaction models for alkali-activated slag. J Mater Sci 42, 428–443. https://doi.org/10.1007/s10853-006-0873-2

Chen, W., Brouwers, H.J.H., 2007b. The hydration of slag, part 2: reaction models for blended cement. J Mater Sci 42, 444–464. https://doi.org/10.1007/s10853-006-0874-1

De Schutter, G., 1999. Hydration and temperature development of concrete made with blast-furnace slag cement. Cement and Concrete Research 29, 143–149.

El Achrafi, M.K., Villain, G., Bonnet, S., 2024. Surface calibration of electromagnetic properties to simultaneously consider water and chloride contents in concrete both with and without slag. Construction and Building Materials 417, 135176

Escalante, J.I., Gómez, L.Y., Johal, K.K., Mendoza, G., Mancha, H., 2001. Reactivity of blast-furnace slag in Portland cement blends hydrated under different conditions. CCR 31.

Hoshino, S., Yamada, K., Hirao, H., 2006. XRD/Rietveld Analysis of the Hydration and Strength Development of Slag and Limestone Blended Cement. JACT 4, 357–367.

Iyoda, T. and Dan, Y., (2007). "The Effect of temperature on hydration rate of slag in blended cement." In: Proceedings of JSCE 333 Committee Symposium. II59-62. (In Japanese).

Jander, W., 1927. Reactions in the Solid State at High Temperatures: I. Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie 163, 130.

John, E., Lothenbach, B., 2023. Cement hydration mechanisms through time – a review. Journal of Materials Science 58, 1–29. https://doi.org/10.1007/s10853-023-08651-9

Knudsen, T., 1984. The dispersion model for hydration of portland cement I. General concepts. Cement and Concrete Research 14, 622-630.

Kolani, B., Buffo-Lacarrière, L., Sellier, A., Escadeillas, G., Boutillon, L., Linger, L., 2012. Hydration of slag-blended cements. Cement and Concrete Composites 34, 1009–1018.
Kondo, K., Sawaoka, A., Saito, S., 1975. An Improvement of the Flash X-Ray Diffraction System by Using an Image Intensifier. Jpn. J. Appl. Phys. 14, 1585.
Königsberger, M., Carette, J., 2020. Validated hydration model for slag-blended cement based on calorimetry measurements. Cement and Concrete Research 128, 105950.
Krstulović, R., Dabić, P., 2000. A conceptual model of the cement hydration process. Cement and Concrete Research 30, 693–698. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00231-3
Lin, F., Meyer, C., 2009. Hydration kinetics modeling of Portland cement considering the effects of curing temperature and applied pressure. Cement and Concrete Research 39, 255–265.
Lothenbach, B., Winnefeld, F., 2006. Thermodynamic modelling of the hydration of Portland cement. Cement and Concrete Research 36, 209–226.
Lumley, J.S., Gollop, R.S., Moir, G.K., Taylor, H.F.W., 1996. Degrees of reaction of the slag in some blends with Portland cements. Cement and Concrete Research 26, 139–151.
Merzouki, T., Bouasker, M., Mounanga, P., 2013. Contribution to the modeling of hydration and chemical shrinkage of slag-blended cement at early age. CBM 44, 368–380.
Nazari, A., Sanjayan, J.G., 2016. Handbook of low carbon concrete. Butterworth-Heinemann.
Pane, I., Hansen, W., 2005. Investigation of blended cement hydration by isothermal calorimetry and thermal analysis. Cement and Concrete Research 35, 1155–1164.
Rahman, S.M.A., Mahmood, A.H., Shaikh, F.U.A., Sarker, P.K., 2023. Fresh state and hydration properties of high-volume lithium slag cement composites. Mater Struct 56, 91.
Richardson, I.G., Groves, G.W., 1992. Microstructure and microanalysis of hardened cement pastes involving ground granulated blast-furnace slag. J Mater Sci 27, 6204–6212.
Sun, H., Qian, J., Yang, Y., Fan, C., Yue, Y., 2020. Optimization of gypsum and slag contents in blended cement containing slag. Cement and Concrete Composites 112, 103674.
Tennis, P.D., Jennings, H.M., 2000. A model for two types of calcium silicate hydrate in the microstructure of Portland cement pastes. Cement and Concrete Research 30, 855–863.
van Breugel, K., 1995. Numerical simulation of hydration and microstructural development in hardening cement-based materials (I) theory. Cement and Concrete Research 25.
Wang, Q., Yan, P., 2010. Hydration properties of basic oxygen furnace steel slag. Construction and Building Materials 24, 1134–1140. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.12.028
Wang, X.-Y., Lee, H.-S., 2012. Modeling of hydration kinetics in cement based materials considering the effects of curing temperature and applied pressure. CBM 28, 1–13.
Wang, X.-Y., Lee, H.-S., 2010. Modeling the hydration of concrete incorporating fly ash or slag. Cement and Concrete Research 40, 984–996.
Wang, X.-Y., Lee, H.-S., Park, K.-B., Kim, J.-J., Golden, J.S., 2010. A multi-phase kinetic model to simulate hydration of slag–cement blends. Cement and Concrete Composites 32.
Wu, W., 1988. Kinetics study on hydration of blast furnace slag cement (in Chinese). J Chin Ceram Soc. 1988;16:423–8.
Zhang, L.-N., Xiao-Yong, W., Koh, K.-T., 2016. A Microstructure Based Strength Model for Slag Blended Concrete with Various Curing Temperatures. AMSE 2016, 1–12.

Mechanical Robustness and Resilience Analysis of Water Networks in Response to Climate Change Using Metamodel

Minh Tuan Bui[1]

[1] *Researcher/Ph.D. Candidate, University of Bordeaux, Arts et Metiers Institute of Technology, CNRS, Bordeaux INP, I2M, UMR 5295, F-33400, Talence, France, email: minh-tuan.bui@u-bordeaux.fr*

Abstract: Urban water networks play a crucial role in urban functionality. These systems are indispensable elements of urban resilience. However, these long-established systems are facing challenges due to global population growth, urbanization, and climate change. These challenges reduce the mechanical robustness and resilience of these aging systems as an inevitable consequence. This study proposes a metamodeling approach to assess the robustness and resilience indices from a mechanical perspective, examining various 3D soil-pipe configurations under climate change effects. These configurations are identified using experimental designs, specifically a central composite design, to implement the metamodel, while sensitivity analysis identifies the most important inputs. Machine learning models are employed for predictive modeling, offering a more efficient alternative to computationally intensive traditional simulations. This efficiency allows for the rapid evaluation of a wider range of scenarios, including those not explicitly represented in the original mechanical indicator datasets. Ultimately, this approach identifies critical pipes and determines the mechanical robustness and resilience of the overall urban water network. The resulting tool offers decision-makers valuable support in managing these urban infrastructure systems more effectively in the future.

Keyword(s): Water Infrastructure, Civil Engineering, Sensitivity Analysis, Artificial Intelligence, Decision-Making Support.

I. INTRODUCTION

The urban water network (UWN) is a vital lifeline that sustains the normal functioning of any community and is integral to the resilience of a city (Rodríguez et al., 2021). When water allocation capacity is affected, imbalances in water supply and demand result, leading to increased vulnerability to water shortages and droughts, increased costs, and environmental damage (He et al., 2021). Loss of water pressure and maintainability leads to water leakage, significantly affecting people's activities (Bata et al., 2022). Unfortunately, these aging structures are heavily influenced by global population growth, the rapid development of urban areas (Castells-Quintana and Wenban-Smith, 2020), and the unpredictable complexity of climate change (Demuzere et al., 2014). Given the importance of UWN, optimizing urban infrastructure resilience (UIR) to adapt to extreme events is crucial. To improve decision support for UWN, this study introduces a novel methodology from the engineer's perspective. In this study, the urban water robustness (UWR_b) reflects the mechanical strength of UWN under the impact of climate change based on physical factors from the engineer's perspective, and urban water resilience (UWR_e)

represents the mechanical performance of UWN over time. Recent research (Bui et al., 2025) shows that artificial intelligence (AI) is indeed showing some success in predicting parameters with the hydraulics and physics of UWN systems. Another research study (Yanez-Godoy and Elachachi, 2023a) found that metamodels effectively handle geotechnical parameters when applied to soil-pipe systems. This methodology analyzes UWR_b and UWR_e using metamodels based on AI, and mechanical probabilistic modeling within a representative section of a network. The first part of this study presents the full methodology, which includes data collection, 3D geomechanical simulation, sensitivity analysis, experiment design, predictive modeling, climate change assessment through physical modeling, data generation using metamodel, UWR_b and UWR_e assessment. The second part covers the results and discusses them. The final part is the conclusion.

II. METHODOLOGY

Figure 1 shows the overview steps for assessment of mechanical robustness and resilience in UWN in response to climate change using metamodels:

FIGURE 1. Overview of the methodology

A. Database

A linear UWN topology with 5 pipes and 6 nodes is introduced as the database (see Figure 2a). The numbering of nodes is based on the fact that the node [0] represents the water tank so that the numbering starts from [0], which also means that the water flows along a single path from node [0] to the next linear nodes and stops at node [5]. Each edge of this network is represented by one pipeline, while the nodes are the corresponding valves controlling water flow. Various mechanical parameter datasets are stored in each pipeline; these data are obtained from the metamodel in the following step. The important parameters will be considered based on sensitivity analysis results. A dataset has been collected for the modelling step, including among others all the necessary key parameters (Yanez-Godoy and Elachachi, 2023a). This includes data on geometric and mechanical characteristics of the pipes, geomechanical properties, external and internal loading imposed on UWN (see Figure 2b). Each pipe has a common fixed length of 18 m.

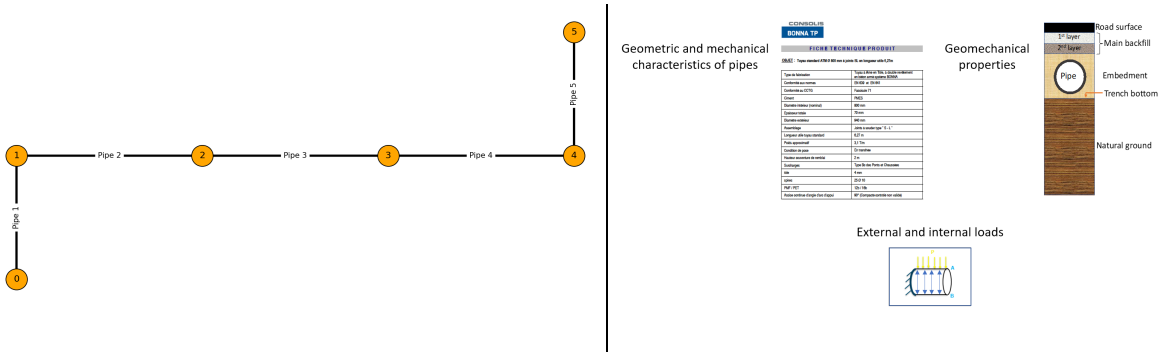


FIGURE 2. Database

B. 3D Geomechanical Simulation & Climate Change Impact Simulation

This study used the UWN simulation approach with geomechanical modeling to model buried infrastructure. Each 3D model was developed within OpenSeesPy (Zhu et al., 2018) to implement the finite element analysis in Python. Geometry and finite element meshes for the models were developed using Gmsh software (Geuzaine and Remacle, 2009). Two complementary materials were used in the models: linear materials for the pipes and non-linear materials, modeled with the Drucker-Prager model, for the soil layers. This non-linear model allows the elasticity function to be modified to avoid singularities associated with the internal friction angle. Each model consists of 4 layers: Main Backfill & Embedment Layer, Pipeline, Bedding, and Natural Ground.

Regarding climate change, Dong and Lu, 2017 showed that Young's modulus increased when the soil was dry and decreased when the soil was moist, related to humidity due to climate change. Lu et al., 2019 examined the impact of freeze-thaw cycles on expansive soils, showing that the Young's modulus decreased significantly at the first cycle and gradually stabilized as the number of cycles increased. Yang et al., 2024 investigated the impact of freeze-thaw cycles on the mechanical properties of riverbank soil in cold regions, showing that the Young's modulus of the soil decreased significantly as the number of freeze-thaw cycles increased, with a decrease of 40.84% to 68.70% after 10 cycles at freezing temperatures from -5°C to -20°C. From the conclusions from those studies, to simulate climate change, Young's modulus (E) was randomly varied in the Natural Ground layers after the sensitivity analysis step. Figure 3 shows a representative 3D soil-pipeline model with 4 layers and a load in the middle of the pipe:

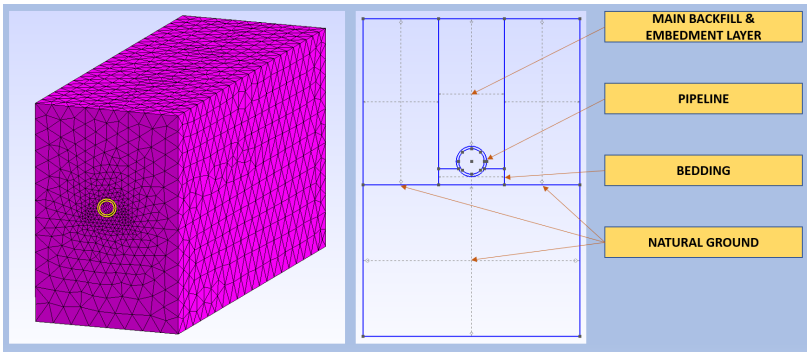


FIGURE 3. The 3D soil-pipeline model with four layers with load in the middle of the pipe. The fixed length for the pipeline of all models is 18 m. The geometric characteristics of each model of the metamodel in the following step

C. Sensitivity Analysis

Modeling 3D geomechanical systems involves numerous input factors, but some have little impact on model outputs. To determine which factors are most important, Global Sensitivity Analysis (GSA) is employed based on the Morris method (Morris, 1991), which is one of the simplest classes of screening designs (called one-at-a-time OAT experiments). The Morris method that defines the elementary effect d_i of the x_i factor in the k-dimensional factor vector X can be expressed as follows (Saltelli et al., 2008):

$$d_i(x_i) = \frac{Y(x_1,\ldots,x_{i-1},x_i+\Delta,x_{i+1},\ldots,x_k)-Y(X)}{\Delta} \quad \textbf{(Eq. 1)}$$

Where x_i is any value in the region of experimentation Ω (which is a *k*-dimensional *p*-level grid) selected such that the perturbed point $x_i + \Delta$ is still in Ω; Δ is a predetermined multiple of $\frac{1}{p-1}$; p is the number of values in the set $\left\{0, \frac{1}{p-1}, \frac{2}{p-1}, \ldots, 1\right\}$; Y is the output; k is the number of input parameters. A finite distribution F_i of elementary effects for the x_i input factor is then obtained by sampling X from Ω. The total computational effort required for a random sample of r values from each distribution F_i is $n = r(k + 1)$ runs. The characterization of F_i through its mean, μ^*, and standard deviation, σ, gives useful information about the influence of the x_i factor on the output. A high μ^* indicates a factor with an important overall influence on the output. A high σ indicates that the factor in question may be interacting with other variables or that its effect is non-linear.

D. Metamodel based on Artificial Intelligence

Design of Experiments (DOE) (Fisher, 1936) is the design of any task aimed at describing and explaining the variance of information under hypothesized conditions. Essentially, an experiment will be designed to anticipate the outputs by varying the preconditions, also known as input factors. With the advantage of being able to operate without much experimentation or input data, DOE is a systematically structured approach that enables the study of the relationship between multiple input variables and key output variables. In this study, DOE is the primary mechanism for implementing the UWN metamodels.

AI, and more specifically Machine Learning (ML), has a significant impact on transforming ecosystems because this technique is highly relevant for future technologies (Howard, 2019). According to the recent studies (Bui et al., 2025), such technologies can be applied robustly to UWN while considering both physical and hydraulic parameters for application in many cases with many different models and data sets. Within this study, ML is used as a predictive modeling tool to implement the metamodel. Numerical models for assessing UWN's mechanical strength require considering multiple outputs. This study demonstrates this approach by predicting the maximum displacement (δ_{max}) and Von Mises stress (σ_{vm}) of pipelines under service loads. The DOE matrix developed earlier provides the input data for the 3D model calculations.

The Central Composite Design (CCD) method was used to conduct the DOE and can be represented as follows (Yanez-Godoy and Elachachi, 2023b):

$$N_T = n_f + n_a + n_0 \quad \textbf{(Eq. 2)}$$

Where N_T is the total number of points for an orthogonal design, the factorial portion is $n_f = 2^{\kappa-1}$, the number of axial points is $n_a = 2\kappa$, and n_0 is the number of center points. The total number of factors κ is determined in the previous section.

E. Assessment of Mechanical Robustness and Resilience of Urban Water Network

Regarding the concept of "Robustness" when referring to structures, according to EN 1991-1-7 Eurocode 1 (EN, 1991) it can be defined as: "*The ability of a structure to withstand events like fire, explosions, impact or the consequences of human error, without being damaged to an extent disproportionate to the original cause*". On the other side, according to UNDRR ("Resilience | UNDRR," 2007), the concept of "Resilience" can be defined as: "*The ability of a system, community or society exposed to hazards to resist, absorb, accommodate, adapt to, transform and recover from the effects of a hazard in a timely and efficient manner, including through the preservation and restoration of its essential structures and functions through risk management*". Indices based on these two concepts are also calculated based on different scenarios when it comes to structures (Stochino et al., 2019). In this study, "Robustness" refers to the structural robustness or mechanical resistance index of buried water infrastructure, determined based on the system's resistance (based on predictions) in the face of extreme fluctuations in simulation data in previous steps. And "Resilience" refers to the operational performance over time in a mechanical context of the entire network.

The following formula represents how urban water mechanical robustness is determined:

$$UWR_b = \frac{1}{(1+S)} \quad \textbf{(Eq. 3)}$$

Where: S represents the relative change in the combined mechanical indicator (CMI) of an edge under a 1.5 times load increase, which is a weighted combination of (δ_{max} and σ_{vm}), while UWR_b denotes the robustness index of the pipe in the network. UWR_b values are normalized to the range [0, 1] using the Min-Max Normalization formula. The CMI is calculated using weights of 0.4 for displacement and 0.6 for stress, reflecting the emphasis on stress as per EUROCODE Ultimate Limit State (ULS) considerations. Detailed descriptions are provided in Table 1:

TABLE 1. The terms of S and UWR_b

Term	Description	Term	*Description*
S	Represents the relative change in the CMI of a pipe when the load is increased from the initial load (P) to 1.5 times (1.5P), simulating a design load condition as per EUROCODE ULS. It is calculated as: $S = \frac{CMI_{1.5P} - CMI}{CMI}$ S indicates greater sensitivity to load changes, leading to lower robustness.	***$UWR_b \geq 0.5$ Represents a High Robustness***	Indicates that the pipe has relatively low sensitivity to load-induced changes in the CMI ($S \leq 0.5$). Pipes with $UWR_b \geq 0.5$ exhibit higher stability and are less affected by extreme mechanical fluctuations, such as increased δ_{max} and σ_{vm} under higher loads.
		$UWR_b < 0.5$ Represents a Low Robustness	Indicates that the pipe has higher sensitivity to load-induced changes in the CMI ($S > 0.5$). Pipes with $UWR_b < 0.5$ are more susceptible to mechanical fluctuations, marking them as critical segments that may require prioritized maintenance.

The following formula represents how urban water mechanical resilience is determined:

$$UWR_e = \frac{\int_{t_0}^{t_f} P(t)dt - P_{min} \times (t_f - t_0)}{P_0 \times (t_f - t_0) - P_{min} \times (t_f - t_0)} \times 100 \quad \textbf{(Eq. 4)}$$

In which:

UWR_e: The urban water resilience, expressed as a percentage (%).

$\int_{t_0}^{t_f} P(t)dt$: The actual area under the performance curve from initial time t_0 to final time t_f, computed using numerical integration (trapezoid method). It represents the system's performance over time, including degradation and recovery phases.

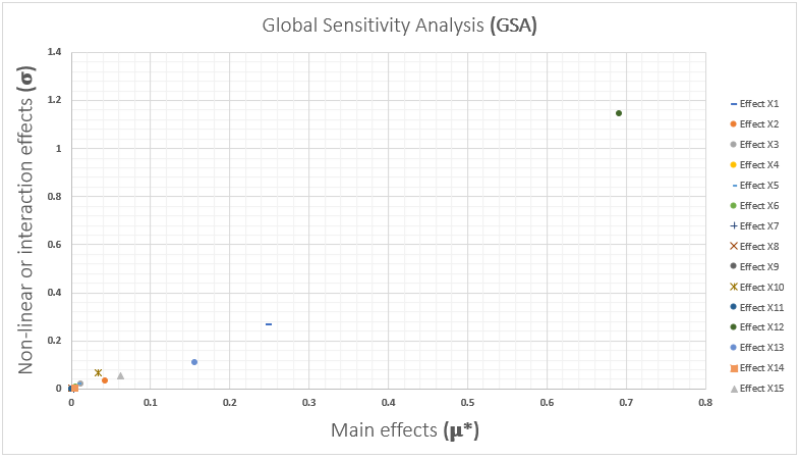
$P_{min} \times (t_f - t_0)$: The minimum possible area, assuming the system operates at its lowest performance P_{min} throughout the time period.
$P_0 \times (t_f - t_0)$: The maximum possible area, assuming the system maintains its initial performance P_0 throughout the time period.
P(t): The mechanical performance function at time t, is defined as follows:

- $P(t) = P_0$ for $t < t_{incident}$
- $P(t) = P_{min}$ for $t_{incident} \leq t < t_{recovery}$
- $P(t) = P_{min} + [(P_0 - P_{min}) / (1 + e^{(- k(t - t_{recovery})))}]$ for $t \geq t_{recovery}$

Where: $t_{incident} = 1$: Time of incident.
$t_{recovery} = 1.5$: Time to start recovery.
$k = 0.5$: The recovery rate.

III. RESULTS AND DISCUSSION

In the beginning, a Python code was programmed to automatically generate a set of geometric features and create a mesh based on those geometric features. A series of 3D geotechnical simulations without random values was then performed to generate the input datasets. Once completed, a GSA code was performed to select the most important parameters that impact the expected outputs (δ_{max} and σ_{vm}). After performing the analysis, the results show that there are 6 main factors that have the most impact on the outputs (see Figure 4), based on which these factors can be used to build the CCD matrix. The factor level table used to provide data for the DOE is shown in Table 2 for the 6 main factors. In order to build the metamodel, the CCD method considers $N_T = 59$ points, where N_T is the total number of points for an orthogonality case. Each level was defined by the distance between each other as $\alpha = \sqrt[4]{n_f}$, where n_f is the factorial portion, calculated from the center point of the method. This matrix is used again as input data with random values to simulate climate change and to build the metamodel.



X1	Pipe geometry
X2	Pipe buried depth
X3	E of the pipe
X4	ν of the pipe
X5	Φ/ρ of the soil layer I
X6	E of the soil layer I
X7	ν of the soil I
X8	Φ/ρ of the soil II
X9	E of the soil layer II
X10	ν of the layer II
X11	Φ/ρ of the soil layer III
X12	E of the soil layer III
X13	ν of the soil layer III
X14	Water pressure
X15	External force

FIGURE 4. Results using the GSA method; 15 key parameters were considered, including geometrical characteristics of the pipe, buried depth of the pipe, mechanical parameters (E, ν, Φ/ρ) of the 4 layers as in Section II, water pressure, and external forces

TABLE 2. DOE matrix based on the results of the GSA Morris Method; where X1 is the geometrical characteristic of the pipe with internal diameter, d_int; X2 is the buried depth of the pipe; X10 is the ν of the layer II; X12 is the Young's modulus of the soil layer III; X13 is the ν of the layer III; X15 is the external force

Input	Level -2	Level -1	Level 0	Level 1	Level 2
X1	5.00	6.67	9.23	10.67	12.63
X2	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
X10	0.30	0.33	0.35	0.38	0.40
X12	15.00	73.75	132.50	191.25	250.00
X13	0.30	0.35	0.40	0.45	0.50
X15	33.00	49.75	66.50	83.25	100.00

Table 3 shows the performance results of the 59 simulations obtained using the metamodel with those from the 3D geomechanical model for δ_{max} and σ_{vm}. The metamodel significantly reduced the computational time per finite element analysis, from an average of 167.25 seconds to just 0.24 seconds. Furthermore, the metamodel enabled the consideration of a broader range of possibilities than traditional methods. The model with the best performance index was used for predictive modeling of the metamodel. Cross-validation was used to validate the model by dividing the data file into 5 folds; the coefficient of determination (R2) scores of the test sets were used to evaluate the performance of those models. In this case, the Gradient Boosting model demonstrated the best performance, achieving R2 values of 0.996 and 0.997 for δ_{max} and σ_{vm}, respectively. These metrics ensure robust predictive accuracy and model stability across data splits. Subsequently, Monte-Carlo simulation generated 10,000 datasets using a beta distribution with random Young's modulus (X13) (see Figure 5). Beta distribution was selected due to its flexibility in modeling bounded data with varied shapes, aligning with the physical constraints of network features.

TABLE 3. The performance results obtained from ML models

	R2 Score (δ_{max})	R2 Score (σ_{vm})
Linear Regression	0.973	0.829
Decision Tree	0.935	0.948
Random Forest	0.979	0.977
Gradient Boosting	0.996	0.997
Support Vector Regressor	-0.89	-0.064
K-Nearest Neighbors	0.964	0.875

FIGURE 5. Generation of the dataset using Monte-Carlo simulation with stochastic Young's Modulus – X13 with mechanical outputs (δ_{max} and σ_{vm})

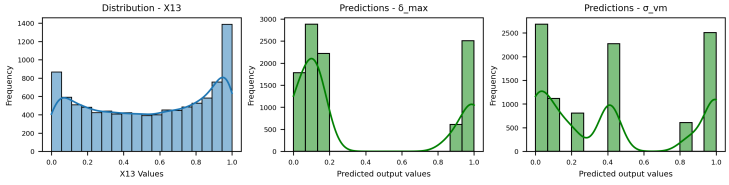


Figure 6a illustrates the UWN with the calculated normalized UWR_b indices for each pipeline, showcasing the robustness variations across the network. Notably, Pipe 1 exhibits the lowest robustness with $UWR_b \approx 0.0$, indicating it as a critical segment highly susceptible to mechanical fluctuations due to its high sensitivity to load-induced changes in the CMI. In contrast, Pipe 3 demonstrates the highest robustness with $UWR_b \approx 1.0$, reflecting its superior stability and capacity to withstand δ_{max} and σ_{vm} under a 1.5 times load increase, likely due to its structural positioning between nodes [2] and [3]. Other pipelines, such as Pipe 2 ($UWR_b \approx 0.5$), Pipe 4 ($UWR_b \approx 0.75$), and Pipe 5 ($UWR_b \approx 0.6$), exhibiting varying degrees of moderate resistance to operating stresses. Figure 6b depicts the resilience performance over time (UWR_e), revealing a total resilience of 81.40% (normalized area under the curve). The performance drops sharply to 20% at the incident time (t = 1) and gradually recovers after t = 1.5, approaching the repair threshold of 95% but not fully reaching the initial performance of 100%. These results highlight the ML model's effectiveness in identifying vulnerable network segments for targeted maintenance, enhancing UWN management under extreme conditions. However, the model's reliance on simulated data via Monte-Carlo methods may introduce biases if real-world distributions deviate from the assumed ones, potentially limiting the generalizability of the UWR_b indices and UWR_e estimates.

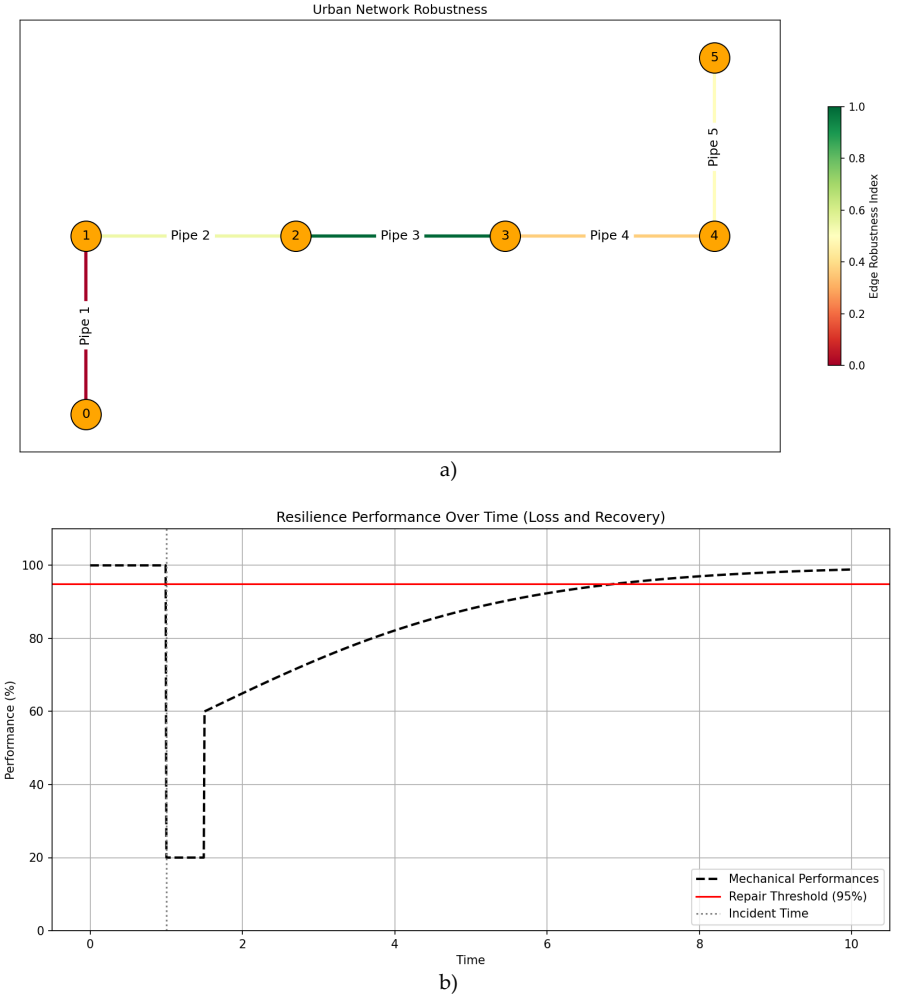


FIGURE 6. Assessment of mechanical robustness UWR_b and resilience UWR_e of a linear UWN

IV. CONCLUSION

The approach introduced in this research comprises a systematic methodology for measuring the mechanical robustness and resilience of urban water networks to the impacts of climate change through leveraging an artificial intelligence-based metamodel to address modern infrastructure challenges. The proposed methodology considerably reduces the complexity and costs of traditional modeling for scenario analysis beyond conventional possibilities; it combines advanced techniques such as 3D geomechanical models, design of experiments, sensitivity analysis, predictive modeling using machine learning, and Monte-Carlo simulation for data generation. This framework enables not only the identification of significant pipelines but also a quantitative assessment of mechanical robustness and resilience within the urban water network. Insights like these lead to a powerful, efficient tool for enabling decision-makers to act proactively against those risks posed by climate change, such as increased load stresses and unanticipated environmental events. Furthermore, they assist in prioritizing maintenance activities across segments that are more vulnerable. It is a complete data-centric framework that lends itself to developing sustainable and resilient water infrastructure, promising the long-term reliability and safety of urban water systems against the evolving climatic situations. The metamodel's adaptability also points toward future applications in other infrastructure domains, thus fostering wider progress in urban resilience and sustainability. Future research could focus on validating the proposed methodology with real-world UWN data and extending its application to other critical infrastructure systems, such as gas or transportation networks.

REFERENCES

Bata, M.H., Carriveau, R., Ting, D.S.-K., 2022. Urban water supply systems' resilience under earthquake scenario. Sci. Rep. 12, 20555. doi.org/10.1038/s41598-022-23126-8

Bhamra, R., Dani, S., Burnard, K., 2011. Resilience: the concept, a literature review and future directions. Int. J. Prod. Res. 49, 5375–5393. doi.org/10.1080/00207543.2011.563826

Bui, M.T., Yanez-Godoy, H., Elachachi, S.M., 2025. Assessment of the Implications and Challenges of Using Artificial Intelligence for Urban Water Networks in the Context of Climate Change When Building Future Resilient and Smart Infrastructures. J. Pipeline Syst. Eng. Pract. 16, 03124004. doi.org/10.1061/JPSEA2.PSENG-1651

Castells-Quintana, D., Wenban-Smith, H., 2020. Population Dynamics, Urbanisation without Growth, and the Rise of Megacities. J. Dev. Stud. 56, 1663–1682. doi.org/10.1080/00220388.2019.1702160

Clédel, T., Boulahia Cuppens, N., Cuppens, F., Dagnas, R., 2020. Resilience properties and metrics: how far have we gone? J. Surveill. Secur. Saf. 1, 119–139. doi.org/10.20517/jsss.2020.08

Dong, Y., Lu, N., 2017. Measurement of suction-stress characteristic curve under drying and wetting conditions. Geotech. Test. J. 40, 107–121. doi.org/10.1520/GTJ20160058

Demuzere, M., Orru, K., Heidrich, O., Olazabal, E., Geneletti, D., Orru, H., Bhave, A.G., Mittal, N., Feliú, E., Faehnle, M., 2014. Mitigating and adapting to climate change: Multi-functional and

multi-scale assessment of green urban infrastructure. J. Environ. Manage. 146, 107–115. doi.org/10.1016/j.jenvman.2014.07.025
EN, B., 1991. 1-7: 2006, Eurocode 1: actions on structures-Part 1-7: general actions-accidental actions . British Standards Institution, London.
Fisher, R.A., 1936. Design of experiments. Br. Med. J. 1, 554. doi.org/10.1136/bmj.1.3923.554-a
Geuzaine, C., Remacle, J., 2009. Gmsh: A 3-D finite element mesh generator with built-in pre- and post-processing facilities. Int. J. Numer. Methods Eng. 79, 1309–1331. doi.org/10.1002/nme.2579
He, C., Liu, Z., Wu, J., Pan, X., Fang, Z., Li, J., Bryan, B.A., 2021. Future global urban water scarcity and potential solutions. Nat. Commun. 12, 4667. doi.org/10.1038/s41467-021-25026-3
Howard, J., 2019. Artificial intelligence: Implications for the future of work. Am. J. Ind. Med. 62, 917–926. doi.org/10.1002/ajim.23037
Lu, Y., Liu, S., Alonso, E., Wang, L., Xu, L., Li, Z., 2019. Volume changes and mechanical degradation of a compacted expansive soil under freeze-thaw cycles. Cold Reg. Sci. Technol. 157, 206–214. doi.org/10.1016/j.coldregions.2018.10.008
Morris, M.D., 1991. Factorial Sampling Plans for Preliminary Computational Experiments. Technometrics 33, 161–174. doi.org/10.1080/00401706.1991.10484804
Ribeiro, P.J.G., Gonçalves, L.A.P.J., 2019. Urban resilience: A conceptual framework. Sustain. Cities Soc. 50, 101625. doi.org/10.1016/j.scs.2019.101625
Resilience | UNDRR [WWW Document], 2007. undrr.org/terminology/resilience.
Rodríguez, D.J., Paltán, H.A., García, L.E., Ray, P., St. George Freeman, S., 2021. Water-related infrastructure investments in a changing environment: a perspective from the World Bank. Water Policy 23, 31–53. doi.org/10.2166/wp.2021.265
Saltelli, A., Ratto, M., Andres, T., Campolongo, F., Cariboni, J., Gatelli, D., Saisana, M., Tarantola, S., 2008. Global sensitivity analysis: the primer. John Wiley & Sons. doi.org/10.1002/9780470725184
Stochino, F., Bedon, C., Sagaseta, J., Honfi, D., 2019. Robustness and Resilience of Structures under Extreme Loads. Adv. Civ. Eng. 2019, 4291703. doi.org/10.1155/2019/4291703
Yanez-Godoy, H., & Elachachi, S. M. 2023a. Life-cycle assessment of buried water-transmission concrete mains. In Life-Cycle of Structures and Infrastructure Systems (pp. 3586-3593). CRC Press. doi.org/10.1201/9781003323020-439
Yanez-Godoy, H., Elachichi, S.M., 2023b. Decision-making tool for structural integrity assessment of buried water-transmission mains using a geomechanical approach, in: 14th International Conference on Applications of Statistics and Probability in Civil Engineering, ICASP14.
Yang, Z., Mou, X., Ji, H., Liang, Z., Zhang, J., 2024. Effects of freeze–thaw on bank soil mechanical properties and bank stability. Sci. Rep. 14, 9808. doi.org/10.1038/s41598-024-60698-z
Zhu, M., McKenna, F., Scott, M.H., 2018. OpenSeesPy: Python library for the OpenSees finite element framework. SoftwareX 7, 6–11. doi.org/10.1016/j.softx.2017.10.009

Etude multi-échelles du comportement mécanique d'un éco-composite textile végétal-matrice minérale : application au renforcement des bétons végétaux

Oladikpo Gatien AGOSSOU

Université Clermont Auvergne, Clermont Auvergne INP, CNRS, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France

RESUME Aujourd'hui, le secteur du bâtiment consomme 44 % de l'énergie nationale et émet chaque année plus de 123 millions de tonnes de dioxyde de carbone, tout en contribuant à l'épuisement des ressources non renouvelables. Cela en fait l'un des domaines clés dans la lutte contre le réchauffement climatique et la transition énergétique. Une solution à cette problématique réside dans l'utilisation de matériaux à faible impact environnemental, tels que les bétons végétaux. Cependant, en raison de leurs faibles performances mécaniques, leur attractivité reste limitée dans le secteur de la construction, en particulier pour les applications structurelles. Pour pallier ces limitations, les composites FRCM (Fabric Reinforced Cementitious Matrix) ont été étudiés comme une solution innovante, combinant des textiles végétaux (lin) avec des matrices minérales. L'approche expérimentale adoptée inclut plusieurs essais, notamment des tests d'arrachement pour évaluer l'adhérence textile-matrice, des essais de traction directe couplés à la corrélation d'images numériques (CIN) pour analyser la réponse des composites FRCM, ainsi que des essais d'adhérence FRCM/béton de chanvre et des tests de compression diagonale sur des murs en béton de chanvre renforcés afin d'évaluer leur capacité de charge. Les résultats ont montré que la préimprégnation des textiles de lin dans la matrice minérale et l'ajout de fibres courtes de lin améliorent significativement l'adhérence textile-matrice et la dissipation d'énergie des composites FRCM. Le renforcement des murs en béton de chanvre avec ces composites permet d'augmenter leur capacité de charge jusqu'à 500 %, tout en améliorant leur résistance au cisaillement et leur ductilité. Ainsi, ces composites FRCM à base de lin constituent une solution prometteuse et durable pour le renforcement des éléments en béton végétal, offrant des performances comparables aux systèmes traditionnels tout en s'inscrivant dans une approche respectueuse de l'environnement.

Mots-clefs : Béton végétal, FRCM végétal, interface textile-matrice, renforcement, cisaillement.

I. INTRODUCTION

Le secteur du bâtiment est l'un des principaux contributeurs au réchauffement climatique, consommant près de 44 % de l'énergie nationale en France et émettant plus de 123 millions de tonnes de dioxyde de carbone chaque année. Face à ces défis environnementaux, l'utilisation de matériaux à faibles impacts environnementaux, appelés éco-matériaux, s'impose comme une priorité pour favoriser la transition énergétique. Parmi ces solutions, la maçonnerie en terre est depuis longtemps reconnue pour ses qualités durables, écologiques et économiques. Cependant, cette ressource non renouvelable présente des limites liées à son extraction, justifiant l'intérêt pour des alternatives renouvelables, comme les bétons végétaux. Ces bétons végétaux, tels que le béton de chanvre, se distinguent par leur faible empreinte carbone, leur capacité à stocker du carbone, et leurs excellentes propriétés hygrothermiques. Ces matériaux innovants, composés de liants minéraux et de granulats végétaux, répondent aux exigences de durabilité et d'efficacité énergétique. Toutefois, leur faible résistance mécanique, notamment en traction, compression et cisaillement, limite leur utilisation dans des applications structurelles. Ces faiblesses, combinées à un manque de directives constructives, réduisent leur

attractivité dans le secteur du bâtiment, en particulier sous des charges importantes ou dans des zones sismiques.

Les éléments non porteurs des ouvrages en maçonnerie ou en béton végétal sont particulièrement vulnérables face à des sollicitations latérales, telles que les séismes ou les phénomènes de retrait-gonflement. Pour pallier ces limitations, le développement de matériaux composites de renforcement a suscité un intérêt croissant. Parmi eux, les FRCM (Fabric Reinforced Cementitious Matrix) ont émergé comme une solution innovante (Agossou et al., 2024; Ferrara et al., 2021; Papanicolaou et al., 2008; Trochoutsou et al., 2021a). Ces composites, constitués de textiles (végétaux ou synthétiques) et de matrices minérales, offrent des avantages significatifs par rapport aux polymères renforcés de fibres (FRP), notamment une meilleure compatibilité chimique et mécanique avec les substrats en maçonnerie, une perméabilité à la vapeur et une résistance au feu (Papanicolaou et al., 2007).

L'utilisation de textiles végétaux (lin, chanvre, jute, etc.) dans les composites FRCM ouvre de nouvelles perspectives pour des solutions à faible impact environnemental. Des études récentes ont démontré leur efficacité dans le renforcement des maçonneries, améliorant la résistance au cisaillement, la ductilité et la dissipation d'énergie, essentielles pour les zones sismiques. Par exemple, (Ferrara et al., 2020)ont observé une augmentation de 118 % à 136 % de la capacité de cisaillement dans des murs renforcés avec des FRCM à base de lin, tandis que (Bardouh et al., 2024) ont montré que l'utilisation de Lin-FRCM sur des bétons de chanvre permettait d'accroître la charge maximale en flexion de 17530 % et la résistance en compression de 531 %.

Malgré ces quelques résultats prometteurs, certaines limitations persistent, notamment la faible résistance au cisaillement des murs en béton végétal soumis à des sollicitations dynamiques ou cycliques. De plus, le comportement en cisaillement du béton végétal est peu étudié dans la littérature scientifique à ce jour. Cette étude vise à explorer ces limitations et à proposer des améliorations en adoptant une approche multi-échelles. D'une part, cette approche combine des essais d'arrachement pour étudier l'interface textile-matrice et des essais de traction directe couplés à la corrélation d'images numériques (CIN), afin d'évaluer les performances globales des composites. D'autre part, elle se concentre sur la caractérisation de l'adhérence entre les composites FRCM et le béton végétal, et l'évaluation du comportement en cisaillement des bétons végétaux renforcés par ces composites FRCM, sous compression diagonale.

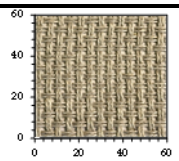
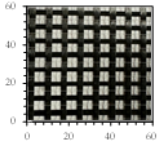
II. Matériaux et méthodes

A. Matériaux

Les composites FRCM et les échantillons pour les essais d'arrachement de cette campagne expérimentale ont été élaborés en utilisant des textiles bidirectionnels en lin et carbone, associés à une matrice minérale dénommée Ciment Naturel Prompt (CNP). Les propriétés physiques des textiles sont détaillées dans le **Tableau 1**. La matrice minérale (Liant + Eau) a été préparée avec un rapport Eau/CNP de 0.5, puis coulée dans des moules de dimensions 40 × 40 × 160 mm^3. Ses performances mécaniques ont été évaluées après 28 jours de durcissement, conformément à la norme ("NF EN 196-1," n.d.). Les résistances moyennes à la compression et à la flexion sont respectivement de 8.64 MPa (Co.V : 6.4 %) et de 2.3 MPa (Co.V : 5.36 %).

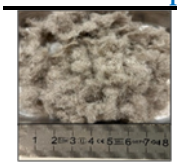
Par ailleurs, des fibres courtes de lin, d'une longueur de 6 mm, ont été incorporées à la matrice avec une fraction volumique de 0.5 %, en maintenant un rapport massique Eau/CNP de 0.7. La longueur de 6 mm et le taux de 0.5 % ont été spécifiquement choisis afin d'assurer une dispersion homogène des fibres au sein de la matrice, tout en limitant les risques d'agglomération ou de ségrégation pendant le malaxage. Les principales caractéristiques physiques et mécaniques de ces fibres sont présentées dans le **Tableau 2**.

Tableau 1. Caractéristiques des textiles

	 ***Lin***	 ***Carbone***
Taille des mailles [mm x mm]	3x3	5x5
Poids surfacique [g/m2]	300*/328	320*/330
Densité linéaire [Tex]	324*	-
Densité apparente [g/cm^3]	1.50*	-
Diamètre/épaisseur équivalente [mm]	0.525	0.052
Section transversale du fil [mm^2]	0.216	0.625
Nombre de fils/cm dans la section longitudinale	4.30	1.33
Nombre de fils/cm dans la section transversale	4.30	1.33

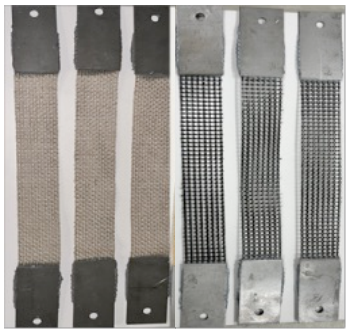
**** Caractéristiques fournies par le fabricant***

Tableau 2. Propriétés mécaniques des fibres courtes de lin (Agossou et al., 2024)

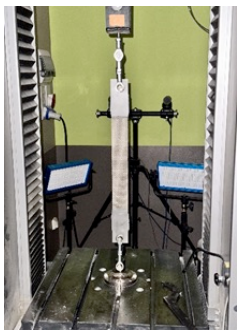


	Longueur [mm]	**Diamètre [µm]**	**Résistance en traction [MPa]**	**Module de Young [GPa]**	**Déformation à la rupture [%]**
Moyenne	6	14.64	1250	64.81.78	1.78
Co.V [%]	-	20	14	22 8	8

Les propriétés mécaniques des textiles ont été déterminées à l'aide d'essais de traction directe [17], réalisés sur des bandes de textile de 500 mm de longueur et 60 mm de largeur. Chaque bande comprenait respectivement 26 et 8 fils pour les textiles de lin et de carbone. L'essai de traction (Figure 1) a été effectué à l'aide d'une presse électromécanique Zwick/Roell d'une capacité de 50 kN, fonctionnant en mode de contrôle de déplacement à une vitesse de 3 mm/min. Les propriétés mécaniques des textiles sont présentées en détail dans le **Tableau 3**.



a)



b)

Figure 1. Caractérisation mécanique des textile: a) Bande de textile b) Test de traction

Tableau 3. Propriétés de traction des différents textiles

Textile	**$\sigma_{text,max}$**		**$\varepsilon_{text,max}$**		**E_{text}**	
	[MPa]	**Co.V [%]**	**[%]**	**Co.V [%]**	**[GPa]**	**Co.V [%]**
Lin	265.15	4.52	2.89	6.65	14.22	5.47
Carbone	1775	2.47	2.90	7.78	96.1	4.68

$\sigma_{text,max}$: *Résistance du textile*
$\varepsilon_{text,max}$: *Déformation maximale*
E_{text}: *Rigidité du textile*

B. Fabrication des éprouvettes

La fabrication des éprouvettes pour les essais d'arrachement implique l'encastrement d'une partie du textile dans une matrice minérale parallélépipédique, tout en laissant une longueur libre de textile pour l'application de la charge (Figure 2). Une longueur d'encastrement (L_e) de 100 mm a été adoptée. Les dimensions du bloc de matrice étaient de 50 × 50 × L_e mm³, tandis que la longueur totale des textiles utilisés était fixée à 375 mm. Cette configuration a été élaborée en s'appuyant sur des travaux de référence dans la littérature (Peled and Bentur, 2000; Saidi and Gabor, 2020), afin de garantir la reproductibilité des résultats. Les textiles de lin et de carbone ont été sélectionnés pour cette partie expérimentale (Figure 3). Les détails de cette étude feront l'objet de futures publications.

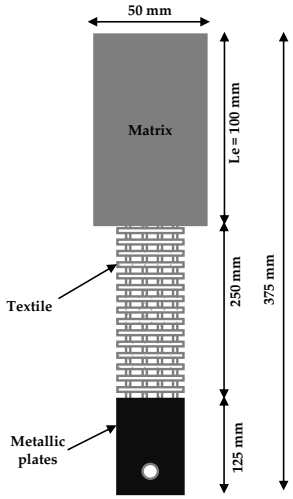


Figure 2. Illustration des éprouvettes au test d'arrachement

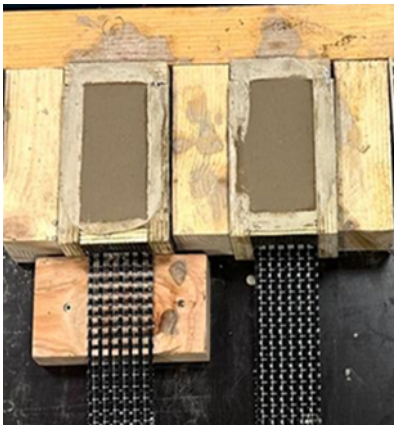


Figure 3. Fabrication des éprouvettes

Un total de 15 éprouvettes a été préparé, réparti comme suit :

- 3 éprouvettes avec du textile de lin sans modification :
  - ✓ FL.10
- 3 éprouvettes avec du textile de lin (FL) et de fibres courtes de lin (F) ajoutées à la matrice :
  - ✓ FL.10.F
- 3 éprouvettes avec du textile de lin (FL) préimprégné (I) dans la matrice minérale:
  - ✓ FL.10.I
- 3 éprouvettes avec du de textile de carbone:
  - ✓ C.10
- 3 éprouvettes avec du textile de carbone et de fibres courtes de lin (F) ajoutées à la matrice:
  - ✓ C.10.F.

Les éprouvettes des composites FRCM ont des dimensions de 500 × 60 × 10 mm³ (Figure 4) et chaque éprouvette contient une ou deux couches de textile, découpées de manière à obtenir une section transversale uniforme comprenant respectivement 26 et 8 fils pour les textiles de lin et du carbone. L'objectif de cette partie expérimentale est d'établir une corrélation entre les effets des fibres courtes de lin , de la préimprégnation du textile dans la matrice minérale, du taux de renfort et du type de textile sur la réponse mécanique des composites FRCM.

Un total de 18 éprouvettes a été préparé, réparti comme suit :

- 6 éprouvettes comportant une seule couche (1L) de textile non modifié ont été réalisées, à raison de 3 éprouvettes par type de textile :
  - ✓ Lin (FL) : FRCM.1L.FL
  - ✓ Carbone (C) : FRCM.1L.C
- 6 éprouvettes avec deux couches (2L) de textile non modifié ont été réalisées, à raison de 3 éprouvettes par type de textile :
  - ✓ FRCM.2L.FL

- ✓ FRCM.2L.C
- 3 éprouvettes avec du textile de lin (FL) et de fibres courtes de lin (F) ajoutées à la matrice :
  - ✓ FRCM.2L.FL.F
- 3 éprouvettes avec deux couches de textile de lin (FL) préimprégné (I) :
  - ✓ FRCM.2L.FL.I.

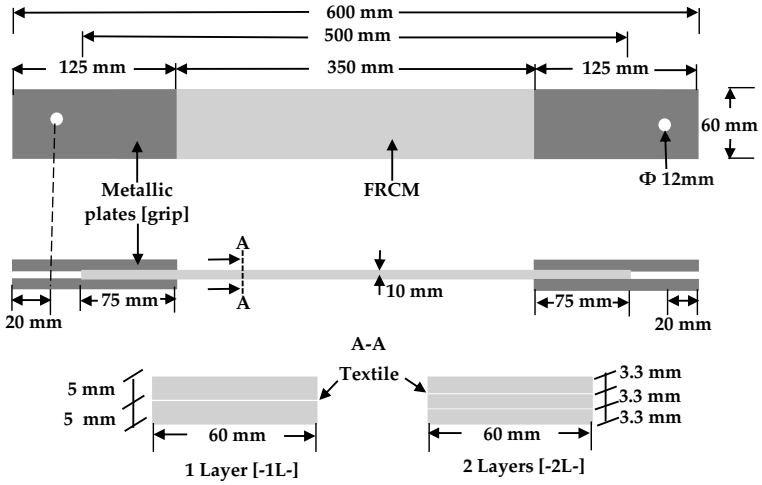


Figure 4. Schéma représentatif des composites FRCM

Les détails concernant la technique de fabrication des composites FRCM, ainsi que la méthode de préimprégnation des textiles de lin dans une matrice minérale, sont disponibles dans notre publication précédente (Agossou et al., 2024).

Pour l'étude de l'adhérence FRCM-béton végétal, les FRCM à base du textile du lin ont été directement coulés sur des blocs de béton de chanvre de dimensions 300x200x150 mm³ (Figure 5). Deux longueurs collées (150 mm et 200 mm) ont été appliquées pour les composites FRCM, d'une épaisseur de 10 mm, sur des blocs de béton de chanvre. Chaque configuration utilisait un textile d'une longueur totale de 500 mm. 6 éprouvettes ont été élaborées en raison de 3 par configuration avec des désignations suivantes :

- 3 éprouvettes avec une longueur collée de 150 mm du FRCM à base d'une couche du textile lin préimprégné dans la matrice minérale
  - ✓ Bond_150_HC
- 3 éprouvettes avec une longueur collée de 200 mm du FRCM à base d'une couche du textile lin préimprégné dans la matrice minérale
  - ✓ Bond_200_HC.

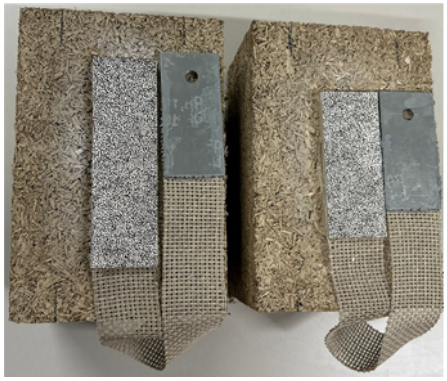


Figure 5. Préparation des éprouvettes FRCM/béton végétal

Dans cette étude, des mini-murs en béton de chanvre de dimensions 500 × 500 × 150 mm³ ont été renforcés sur leurs deux faces (Figure 6) à l'aide de composites FRCM comportant une couche de textile de lin préimprégné, pour une épaisseur totale de 10 mm. Les mini-murs ont été coulés en une seule opération, avec un mélange présentant un rapport massique granulats (chènevotte)/eau/liant de 1:2:2. Un retardateur de prise (Tempo, Vicat) a été incorporé au CNP à raison de 7 g par kg de liant. Les murs ont été entièrement séchés avant l'application du renforcement FRCM.

Les éprouvettes ont ensuite été soumises à des essais de compression diagonale afin d'évaluer leur résistance au cisaillement (traction) ainsi que l'apport des FRCM végétaux à l'amélioration de la capacité de charge des bétons végétaux.

Les différentes configurations testées sont définies comme suit :

- WHC : Mini-mur non renforcé
- R_WHC : Mini-mur renforcé.

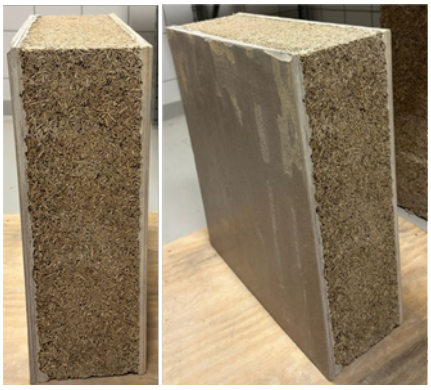


Figure 6. Mini-murs renforcés

C. Tests mécaniques

Avant les essais, des plaques métalliques ont été collées aux extrémités des textiles libres pour les éprouvettes destinées aux essais d'arrachement et aux composites FRCM, sur une longueur de 125 mm. Cette préparation visait à faciliter leur fixation dans les mors de la machine d'essai et à garantir un transfert de charge uniforme et efficace, réduisant ainsi les risques de glissement ou de concentration locale de contraintes.

Les essais d'arrachement à l'interface textile-matrice (Figure 7), de traction directe sur les composites FRCM (Figure 8), ainsi que les essais de cisaillement simple évaluant l'adhérence entre le FRCM et le béton de chanvre (Figure 9), ont été réalisés à l'aide d'une presse électromécanique Zwick/Roell, d'une capacité maximale de 50 kN. Les essais de compression diagonale sur les mini-murs en béton de chanvre (Figure 10) ont été réalisés à l'aide électromécanique Zwick/Roell, dotée d'une capacité de 600 kN. Tous les essais ont été conduits sous contrôle de déplacement, avec une vitesse d'application de charge de 0.3 mm/min, afin d'assurer une acquisition précise des données mécaniques et d'éviter tout effet dynamique.

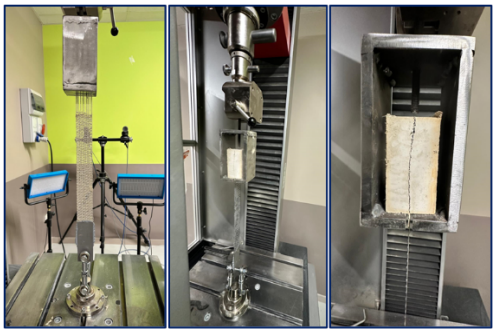
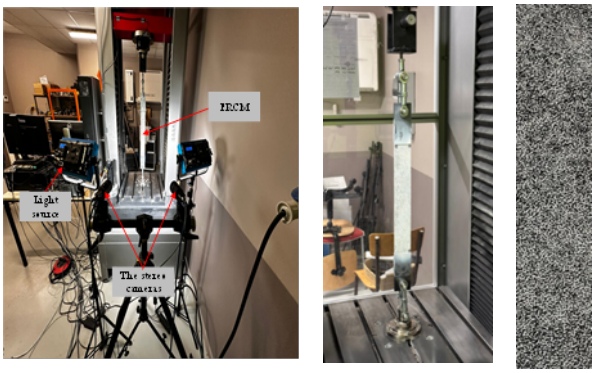


Figure 7. Montage de l'essai d'arrachement textile-matrice



a) b) c)

Figure 8. Dispositif d'essai de traction pour les composites FRCM : a) Vue d'ensemble b) Zoom du dispositif FRCM et c) Surface mouchetée pour CIN

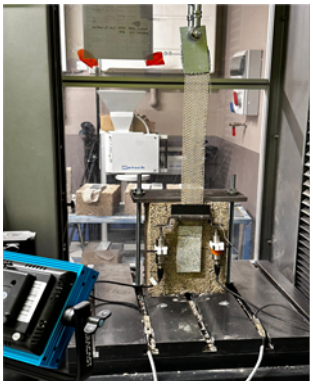


Figure 9. Test de cisaillement FRCM/béton végétal

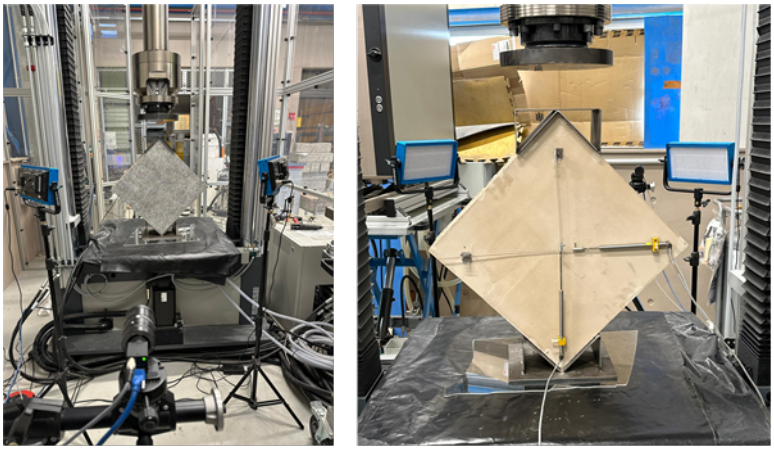


Figure 10. Test de compression diagonale

Pour les composites FRCM, un dispositif de corrélation d'images numériques (CIN) a été utilisé pour mesurer les champs de déplacement et les déformations sur les surfaces des éprouvettes. Cette technique permet une analyse détaillée des mécanismes de fissuration et des phénomènes locaux à l'échelle de la microstructure. Les paramètres optiques, tels que la résolution spatiale et la fréquence d'acquisition, ont été optimisés pour capturer les variations fines de déplacement pendant les essais. Les détails méthodologiques complets ainsi que les résultats approfondis de ces analyses sont disponibles dans notre précédente publication [10], offrant une perspective complémentaire sur le comportement des composites FRCM étudiés.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

A. Adhérence textile-matrice : Essai d'arrachement

Cette étude explore les influences croisées de la préimprégnation minérale, des fibres courtes de lin et des types de textiles sur les propriétés mécaniques et interfaciales textile-matrice. Les principaux résultats, représentés sur la Figure 11 et résumés dans le **Tableau 4**, mettent en évidence plusieurs tendances significatives.

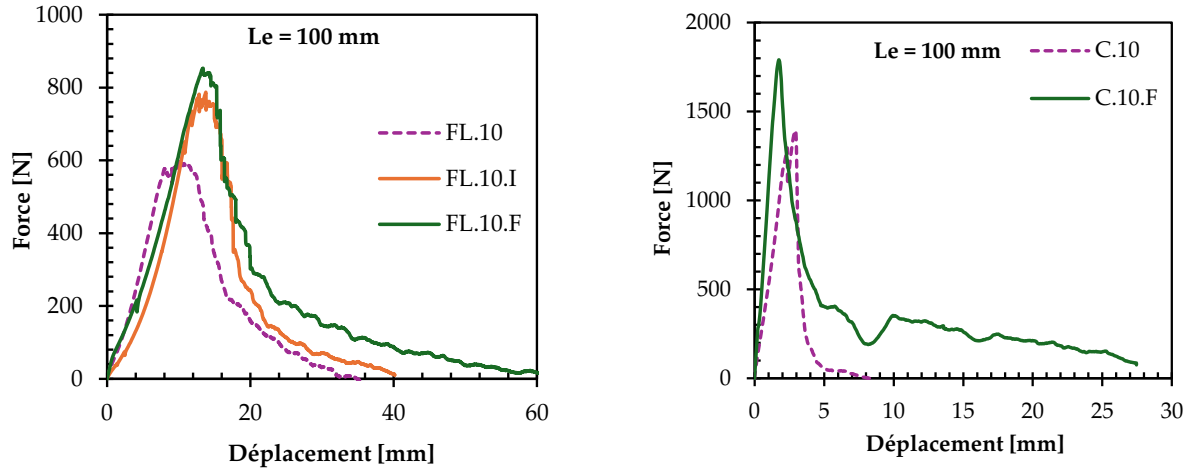


Figure 11. Courbes Force-déplacement de l'essai d'arrachement: a) textile de lin b) textile de carbone

Tableau 4. Propriétés mécaniques de l'essai d'arrachement

ID-éprouvette	P_{max} [N]	δ_{max} [mm]	$E_{d/max}$ [J]	μ [%]
FL.10	621.30	10.28	3.04	59.07
Co.V	2.99	5.70	10.32	2.99
FL.10.I	772.34	13.97	4.46	61.19
Co.V	2.71	2.02	11.42	2.71
FL.10.F	806.79	14.90	5.15	63.92
Co.V	4.96	8.94	4.39	4.96
C.10	1512.18	2.63	2.00	14.93
Co.V	11.10	16.13	18.38	11.10
C.10.F	1672.82	1.69	1.49	16.51
Co.V	6.47	7.39	8.41	6.47

P_{max} : Force maximale d'arrachement, δ_{max} : Déplacement correspondant à P_{max} , E_d : Dissipation d'énergie correspondant à P_{max} , μ [%] : Taux d'exploitation du textile.

La préimprégnation des textiles de lin dans une matrice minérale (FL.I) a montré des améliorations significatives de l'adhérence textile-matrice, avec une augmentation de la force maximale d'arrachement atteignant 24 % par rapport aux textiles non-préimprégnés (FL) (**Tableau 4**). Ce traitement améliore également la dissipation d'énergie, renforce la phase de frottement et stabilise davantage les fissures, contribuant à des performances mécaniques globales supérieures.

L'ajout de fibres courtes de lin dans la matrice minérale joue un rôle important dans le renforcement de l'interface textile-matrice. Ces fibres comblent les vides, limitent la propagation des fissures par un mécanisme de pontage et augmentent la capacité de charge des composites. En outre, elles réduisent les chutes de charge dans la phase de décollement tout en améliorant la répartition des contraintes dans la matrice, ce qui se traduit par une meilleure dissipation d'énergie et une augmentation significative de la force d'arrachement à plus de 30 % (**Tableau 4**).

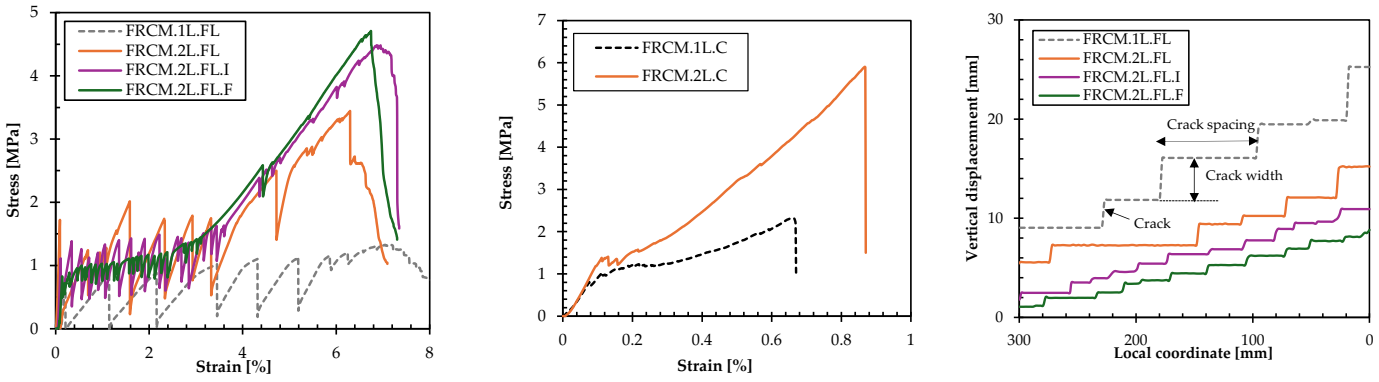
En ce qui concerne les types de textiles, les différences dans les propriétés mécaniques et physiques des matériaux étudiés, tels que le lin et le carbone, ont un impact direct sur les performances des composites. Les textiles végétaux tissés, comme le lin, se distinguent par leur adaptabilité supérieure aux déformations et par leur capacité à favoriser des mécanismes de frottement efficaces grâce à leur structure entrelacée. Les résultats montrent également que la densité linéaire et les propriétés de surface des textiles influencent de manière significative la pénétrabilité de la matrice ainsi que la qualité de l'interface textile-matrice. Par exemple, les textiles de lin, avec une densité de fils de 4.3/cm, permettent une répartition plus homogène des contraintes, contrairement aux textiles de carbone (imprégné dans

une résine par le fabriquant), qui présentent une densité de fils plus faible (1.33/cm). Cependant, il convient de noter qu'une densité de fils trop élevée peut entraver la bonne imprégnation de la matrice, compromettant ainsi l'adhésion et la cohésion du composite. D'un autre côté, les textiles de carbone se distinguent par leur résistance et leur rigidité à la traction extrêmement élevées (**Tableau 3**) par rapport aux textiles de lin. Toutefois, cette rigidité intrinsèque limite leur capacité à s'adapter aux déformations de la matrice sous charge. Cela entraîne fréquemment un délaminage à l'interface textile-matrice, réduisant leur taux d'exploitation effectif à seulement 15 % (**Tableau 4**). De plus, la résistance à la rupture des textiles de carbone dépasse souvent la capacité de l'interface textile-matrice à absorber les contraintes, provoquant une rupture prématurée par désadhésion. Ce comportement met en évidence une incompatibilité mécanique entre la rigidité des textiles de carbone et la flexibilité relative de la matrice minérale. Cette discordance compromet les performances globales du composite, soulignant l'importance d'un équilibre entre les propriétés mécaniques des textiles et celles de la matrice pour optimiser l'efficacité structurelle du matériau.

En termes de comportement global, les composites renforcés par des textiles de lin ont montré un équilibre remarquable entre résistance mécanique, flexibilité et capacité de dissipation d'énergie. Avec un taux d'exploitation d'environ 60 %, ces composites se révèlent particulièrement adaptés aux applications nécessitant à la fois des performances mécaniques élevées et une bonne ductilité.

B. Comportement mécanique du composite FRCM : Essai de traction directe

Les propriétés interfaciales textile-matrice régissent principalement le comportement mécanique des composites FRCM. L'influence de la préimprégnation du textile dans la matrice minérale ainsi que de l'ajout de fibres courtes de lin a été analysée à l'échelle des composites Lin-FRCM. Les contraintes ont été définies comme le rapport entre la force de traction et la section transversale (60 x 10 mm²) du composite. Afin d'éviter l'obtention de valeurs de déformation irréalistes pouvant résulter de gradients de déplacement localisés, les champs de déplacement issus de la CIN n'ont pas été utilisés pour extraire les champs de déformation de surface 2D, comme l'ont fait (Donnini et al., 2019) en utilisant la théorie de Cauchy-Green, qui prend en compte les grands déplacements et la théorie des grandes déformations. Cependant, des extensomètres virtuels ont été utilisés durant l'analyse de CIN pour extraire les valeurs de déplacement longitudinal. La déformation axiale a donc été calculée comme le rapport entre les valeurs de déplacement longitudinal et la longueur de jauge sélectionnée (350 mm dans ce cas).



a) b) c)

Figure 12. Comportement mécanique des composites FRCM : a) Courbes contrainte-déformation des composites Lin-FRCM b) Courbes contrainte-déformation des composites Carbone-FRCM c) Exemple du mécanisme de fissuration des composites Lin-FRCM

La Figure 12 illustre le comportement en traction des composites FRCM. Quatre principales zones peuvent être identifiées et définies comme suit :

(i) Une première zone élastique quasi-linéaire caractérisée par la fissuration de la matrice. L'apparition de la première fissure marque généralement la résistance ultime en traction de la matrice.

(ii) Une seconde zone non linéaire marquée par le développement de multiples fissures dans la matrice. Le motif de fissuration sur toute la longueur de l'éprouvette dépend fortement d'une part, des paramètres de la loi décrivant la liaison textile-matrice (les propriétés physiques du textile, la pénétrabilité de la matrice dans les filaments du textile, etc.) et d'autre part, des paramètres de la loi décrivant la fissure de la matrice (longueur de transfert de charge, le taux de renfort, etc.). Il est donc important de souligner que les chutes de charge marquent l'apparition d'une fissure et ceci se produit à chaque fois que la résistance à la traction de la matrice est atteinte dans une section de l'éprouvette. A l'endroit de chaque fissure, le textile reprend les efforts en le transférant à la matrice de part et d'autre de la fissure. Ainsi, l'effort augmente, et une seconde fissure se produit dans la section de l'éprouvette où la résistance ultime de la matrice est de nouveau atteinte. La répétition de ce processus entraîne la formation de plusieurs fissures.

(iii) Une troisième zone linéaire débutant à la fin de la zone de fissuration avec la stabilisation de la formation de fissure. Elle est généralement marquée par la reprise totale de l'effort par le textile. De plus, la rigidité de cette zone est bien similaire à celle du textile tout seul.

(iv) Une quatrième zone, appelée phase post-pic, qui apparaît lorsque le textile se rompt ou lorsque la résistance à l'arrachement du textile de la matrice est atteinte au niveau des plaques de serrage.

Tableau 5. Propriétés mécaniques des composites FRCM

FRCM-ID		σ_{max} [MPa]	ε_{max} [%]	μ [%]	N	W [mm]	S [mm]
Lin-FRCM	**FRCM.1L.FL**	1.25	6.97	50.18	6	6.72	54.21
	Co.V [%]	1.12	1.22	1.12	7.69	2.76	4.44
	FRCM.2L.FL	3.52	6.31	70.51	8	2.69	42.32
	Co.V [%]	2.42	0.08	2.42	5.88	14.50	4.24
	FRCM.2L.FL.I	4.43	6.83	88.80	16	1.16	19.72
	Co.V [%]	2.20	1.50	2.20	2.88	8.56	5.91
	FRCM.2L.FL.F	4.42	6.21	88.67	15	0.93	21.05
	Co.V [%]	1.76	5.88	1.76	3.07	5.95	9.30
Carbone-FRCM	**FRCM.1L.C**	1.69	0.63	11.45	11	0.33	29.13
	Co.V [%]	8.25	2.98	8.25	4.16	14.35	5.49
	FRCM.2L.C	3.80	0.54	12.89	16	0.20	21.37
	Co.V [%]	3.58	5.76	3.58	3	6.34	8.17

σ_{max} : Résistance en traction , ε_{max} : Déformation maximale, μ [%] : Taux d' exploitation du textile, N : Nombres de fissures à σ_{max} , W : Largeur de fissure at σ_{max} , S : Espacement entre fissures à σ_{max}

Le **Tableau 5** récapitule quelques données expérimentales pouvant permettre une analyse critique de l'importance de l'interface textile-matrice dans le comportement mécanique d'un composite FRCM.

Dans un premier temps, il est important de bien comprendre la mécanique de la fissuration. Les fissures dans un composite FRCM, se produisent là où la déformation et la contrainte ultime de la matrice minérale sont atteintes. En analysant le comportement mécanique de la matrice et du textile après l'apparition de la première fissure, et en se basant sur le principe de redistribution de contrainte à l'interface, on peut dire que la déformation et la contrainte de la matrice à l'endroit de la fissure sont nulles (Saidi and Gabor, 2020), ce qui conduit à une augmentation soudaine de la déformation et de la contrainte du textile au niveau de cette fissure (Homoro et al., 2021; Saidi and Gabor, 2020). A l'apparition de la fissure, un endommagement de l'interface textile-matrice se produit (perte d'adhérence et glissement) sur une longueur communément appelée « longueur de décollement ou longueur de transfert de charge » notée δ_o. Cet endommagement de l'interface est dû à la rétractation de la matrice et à l'allongement du textile au voisinage de la fissure. A l'endroit de la fissure, la contrainte appliquée à l'éprouvette est totalement supportée par le textile puis redistribuée du textile vers la matrice progressivement sur la distance δ_o de part et d'autre de la position de la fissure. Par

conséquent, la contrainte et la déformation dans la matrice après fissuration augmentent tandis que la contrainte et la déformation supportées par le textile diminuent, résultant du transfert de charge du textile vers la matrice sur la longueur de décollement δ_o au voisinage de la fissure. Au-delà de la longueur de transfert de charge ou longueur de décollement, la matrice et le textile se déforment suivant un même ordre de grandeur, ce qui traduit une adhérence parfaite à l'interface textile-matrice.

Cependant, sur la longueur $2\delta_o$ au voisinage d'une fissure, la déformation de la matrice reste inférieure par rapport au reste de la matrice. Par conséquent, avec une augmentation de la contrainte appliquée, la déformation ultime de la matrice ne sera atteinte que dans une zone en dehors de la zone de transfert de charge induite par les fissures précédentes. De ce fait, on peut donc noter que l'espacement entre fissures ne peut pas être inférieur à la longueur de décollement. De plus, il est important de noter que tant que l'espacement entre deux fissures adjacentes est supérieur à $2\ \delta_o$, une autre fissure peut se produire entre elles et ceci jusqu'à ce que l'espacement entre les fissures soit en dessous de $2\ \delta_o$. Ainsi, les deux longueurs de décollement des deux fissures se chevauchent et la déformation de la matrice ne peut plus atteindre sa valeur ultime pouvant déclencher sa fissuration à nouveau dans cette zone. Une fois que tout l'espacement entre deux fissures adjacentes dans la matrice devient inférieur à $2\delta_o$, aucune autre fissure ne peut apparaître, marquant ainsi la fin de la contribution de la matrice à supporter les efforts et le début de la troisième phase où les efforts sont entièrement supportés par le textile sans transmission à la matrice.

La préimprégnation du textile ainsi que l'ajout de fibres courtes de lin ont significativement influencé le comportement fissurant des composites FRCM. En particulier, les composites FRCM.2L.FL.I et FRCM.2L.FL.F ont développé un réseau de fissures beaucoup plus dense, avec respectivement 13 et 16 fissures, contre seulement 8 pour le composite de référence FRCM.2L.FL (Figure 12c). Parallèlement, l'ouverture des fissures a été fortement réduite dans les mêmes composites, atteignant 1.16 mm pour FRCM.2L.FL.I et 0.93 mm pour FRCM.2L.FL.F, comparativement à une ouverture de 2.69 mm pour FRCM.2L.FL (**Tableau 5**). Ces résultats soulignent l'efficacité des stratégies mises en œuvre pour améliorer l'adhérence à l'interface textile-matrice. En effet, la préimprégnation et l'incorporation de fibres courtes contribuent à limiter la propagation des fissures dans la matrice, en particulier au voisinage du textile, ce qui réduit le risque de dégradation prématurée. Des observations similaires ont été faites lors de l'augmentation du taux de renforcement, en passant d'une à deux couches de textile, aussi bien pour les composites Lin-FRCM que Carbone-FRCM. L'ajout d'une seconde couche de renfort textile améliore notablement les performances mécaniques, notamment en termes de contrainte maximale et de taux d'exploitation du textile. Les composites à deux couches ont ainsi montré une augmentation de la contrainte maximale allant jusqu'à 2.8 fois pour les Lin-FRCM, et 2.25 fois pour les Carbone-FRCM, par rapport à leurs homologues à une seule couche. Ces gains de performance peuvent être attribués à une redistribution plus homogène des efforts dans la matrice et à une réduction des concentrations locales de contraintes, favorisant un comportement mécanique plus stable et plus efficace.

Comme mentionné plus haut, l'espacement moyen entre les fissures ainsi que leur fréquence d'apparition sont directement liés à la longueur de décollement ou la longueur de transfert de charge entre le textile et la matrice. Les faibles valeurs d'espacement entre fissures enregistrées dans les composites FRCM.2L.FL.I et FRCM.2L.FL.F (**Tableau 5**) traduisent de faibles longueurs de décollement ou de transfert de charge, signifiant ainsi une meilleur interaction à l'interface textile-matrice comparativement au composite FRCM.2L.FL. De plus, la fréquence d'apparition et d'un grand nombre de fissures à des valeurs de déformation plus faibles (Figure 12a) ainsi que les faibles chutes de charges dans les composites FRCM.2L.FL.I et FRCM.2L.FL.F montrent aussi que la matrice se déforme moins au voisinage d'une fissure par rapport au composites FRCM .2L.FL, confirmant cette réduction de la longueur de décollement. En effet, plus l'adhérence textile-matrice est importante plus la longueur de transfert de charge du textile à la matrice est réduite (Homoro et al., 2021). Il est important de souligner l'action remarquable des fibres courtes dans le pontage des fissures et dans la création d'une continuité textile et matrice, augmentant ainsi les zones de frottement entre le textile et la matrice comme évoquer sur la phase de frottement dans le test d'arrachement.

Les propriétés physiques et mécaniques des textiles jouent un rôle fondamental dans la performance des composites FRCM. Les textiles en carbone et lin présentent des caractéristiques distinctes, ce qui influence leur adhérence à la matrice, leur taux d'exploitation et leur comportement mécanique global. Les textiles en carbone, bien que dotés d'une résistance et d'une rigidité élevées ($\sigma_{text,max}$ = 1775 MPa, E_{text}: = 96 GPa), ont montré une faible capacité de déformabilité et souffrent d'une adhérence limitée à la matrice en raison de leur surface lisse et de leur imprégnation préalable à la résine, ce qui réduit leur taux d'exploitation à seulement 13 % pour le FRCM.2L.C avec des délaminations précoces. En effet, la force nécessaire pour rompre un textile en carbone dépasse souvent la capacité de liaison de l'interface textile-matrice, ce qui peut conduire à une adhésion inadéquate. À l'inverse, les textiles en lin, avec une structure rugueuse et une meilleure pénétrabilité de la matrice, offrent une exploitation supérieure, atteignant jusqu'à 70 % pour le FRCM.2L.FL. Le textile de lin, avec une densité de fils élevée (4.3/cm contre 1.33/cm pour le textile de carbone), favorise une répartition homogène des contraintes, ce qui confirme l'analyse de la réponse mécanique de l'interface textile-matrice. En termes d'applications, les textiles en carbone conviennent mieux au renforcement de structures rigides et à haute résistance, comme les poutres ou poteaux, tandis que les textiles en lin sont mieux adaptés aux substrats plus souples, tels que la maçonnerie, où une grande déformabilité et une bonne dissipation d'énergie sont nécessaires. Ainsi, le choix du textile doit être guidé par les exigences spécifiques de l'application visée.

C. Adhérence FRCM-béton de chanvre : Essai de cisaillement simple tour

Les performances mécaniques des éprouvettes testées ont été évaluées en faisant les hypothèses suivantes pour permettre de faire une analyse comparative entre les données de cette campagne expérimentale :

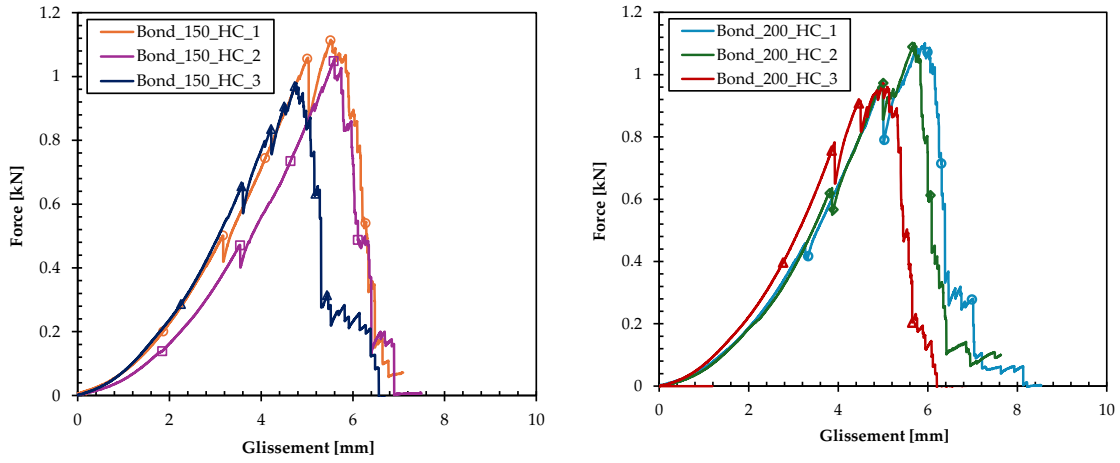
- la section transversale des fils est constante pendant l'essai ;
- distribution uniforme des contraintes sur toute la surface de contact entre le FRCM et le bloc du béton de chanvre et sur les filaments individuels de chaque fil;
- l'allongement du textile non lié est uniforme sur toute la largeur ;
- le glissement du textile est uniforme sur toute la largeur du composite.

Les principaux résultats obtenus sont résumés dans le **Tableau 6** et représenté sur la Figure 13 sous forme de courbe force-glissement du textile par rapport au substrat. Les paramètres du tableau sont définis comme suit :

- F_{max} est la force maximale de cisaillement
- σ^{m}_{max} est la contrainte maximale obtenue par le rapport de F_{max} sur la section transversale du FRCM (60x10 mm²)
- σ^{t}_{max} est la contrainte maximale obtenue par le rapport de F_{max} sur la section transversale du textile (5.616 mm²)
- τ_{max} est la résistance au cisaillement développée à l'interface FRCM/béton végétal, obtenue par le rapport de F_{max} sur la surface collée (Lxl)
- $g_{tex,max}$ est le glissement du textile par rapport au substrat, correspondant à F_{max}
- $g_{tex,rup}$ est le glissement du textile par rapport au substrat, correspondant à 0.8 F_{max}.

Tableau 6. Propriétés mécaniques de l'adhérence FRCM/béton de chanvre

ID-éprouvette	Longueur (L) collée [mm]	Largeur (l) collée [mm]	F_{max} [kN]	σ^{m}_{max} [MPa]	σ^{t}_{max} [MPa]	τ_{max} [MPa]	$g_{tex,max}$ [mm]	$g_{tex,rup}$ [mm]	Mode rupture
Bond_150_HC_1	150	60	1.06	1.76	187.86	0.12	5.6	5.81	
Bond_150_HC_2	150	60	1.12	1.86	198.54	0.12	5.52	6	Rupture du textile,
Bond_150_HC_3	150	60	0.98	1.63	174.54	0.11	4.77	5.09	fissure dans le
Moyenne	-	-	1.05	1.75	186.98	0.12	5.30	5.63	FRCM
Co.V [%]	-	-	6.67	6.41	6.43	4.95	8.64	8.52	
Bond_200_HC_1	200	60	1.1	1.83	196.05	0.09	5.94	6.21	
Bond_200_HC_2	200	60	1.1	1.84	196.05	0.09	5.7	5.86	Rupture du textile,
Bond_200_HC_3	200	60	0.97	1.62	173.22	0.08	5.01	5.34	fissure dans le
Moyenne	-	-	1.06	1.76	188.44	0.09	5.55	5.80	FRCM
Co.V [%]	-	-	7.10	7.01	6.99	6.66	8.70	7.54	



a) b)

Figure 13. Courbes Force-glissement du textile : a) Bond_150_HC b) Bond_200_HC

Pour les deux longueurs de liaison étudiées, le glissement relatif du textile par rapport au substrat ainsi que la force maximale de cisaillement sont du même ordre de grandeur. Cette similarité des valeurs suggère que la longueur collée de 150 mm était déjà suffisante pour assurer un transfert de charge efficace entre le FRCM et le substrat. Par conséquent, cette longueur de 150 mm peut être qualifiée de « longueur de liaison effective ».

Cette observation est en accord avec les performances de composites similaires à base de chaux renforcés avec le même textile de lin. En effet, une longueur collée comprise entre 150 mm et 210 mm s'est révélée adéquate pour garantir une bonne adhérence du FRCM au substrat en maçonnerie. Il est également important de noter qu'aucun décollement à l'interface FRCM/substrat n'a été observé dans les deux configurations testées. Quelques fissures (Figure 14) sont apparues dans la matrice du FRCM à proximité de l'extrémité chargée, se propageant transversalement sur la couche supérieure de la matrice. Après l'apparition de ces fissures jusqu'à la charge maximale, la rupture de certains fils du textile a été constatée. De plus, un léger décollement à l'interface textile-matrice, observé près de l'extrémité chargée, a entraîné des pertes locales de contrainte. Ces ruptures localisées ont pu provoquer des redistributions partielles des contraintes dans les fils, limitant ainsi le taux d'exploitation des textiles à environ 70 %. Le mode de rupture observé peut être qualifié de rupture progressive du type FRCM, comme l'ont également souligné (Olivito et al., 2016), qui ont étudié l'application de FRCM de lin sur des substrats en maçonnerie. De même, (Trochoutsou et al., 2021b) ont évalué l'adhérence d'un FRCM de lin d'une longueur de 150 mm sur un substrat en maçonnerie, mettant en évidence une contrainte de

cisaillement d'environ 0.1 MPa, ce qui correspond aux résultats de la présente étude, où la résistance au cisaillement est comprise entre 0.1 et 0.12 MPa.
Ces résultats démontrent que les composites FRCM à base de textiles végétaux développés dans cette étude pourraient être envisagés pour des applications de renforcement du béton végétal, offrant ainsi une solution performante et durable dans le domaine de la construction.

Figure 14. Mode de rupture

D. Renforcement du béton végétal : Essai de compression diagonale

Les résultats des essais de compression diagonale effectués sur les mini-murs en béton de chanvre, à la fois non renforcés et renforcés par des composites FRCM, sont présentés sous forme de courbes force–déplacement vertical dans la Figure 15. Les différents modes de rupture observés au cours des essais sont illustrés dans la Figure 16. Les principaux paramètres permettant l'analyse sont également résumés dans le **Tableau 7**.

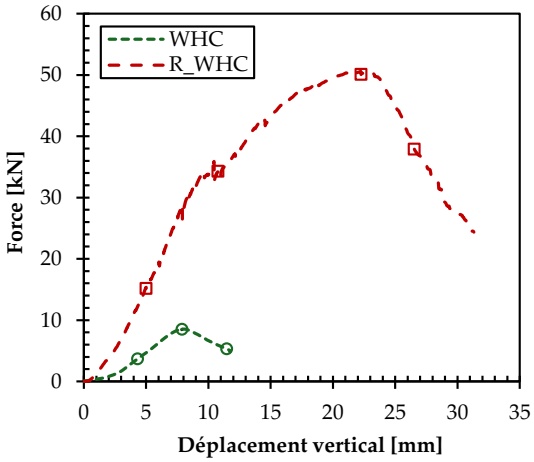
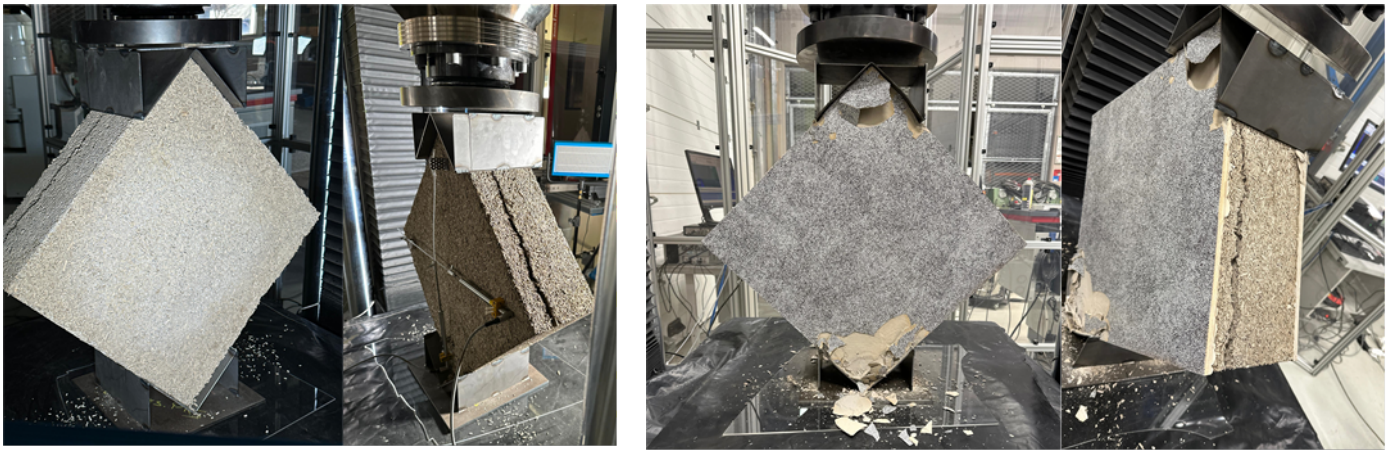


Figure 15. Courbes Force-déplacement du test de compression diagonale



a) b)

Figure 16. Mode de rupture : a) WHC b) R_WHC

Tableau 7. Propriétés mécaniques du test de renforcement du béton de chanvre

ID-éprouvette	F_{max} [kN]	τ_{max} [MPa]	Y_{ela} [mm]	Y_u [mm]	μ
WHC	8.52	0.10	8.03	9.83	1.22
Co.V [%]	4.50	4.50	6.70	8.20	3.12
R_WHC	50.57	0.52	22.21	26.02	2.90
Co.V [%]	5.60	5.60	3.49	2.95	3.40

En absence des normes et recommandations aux matériaux biosourcés, la contrainte de cisaillement, τ_{max}, a été sous l'hypothèse de conditions de cisaillement pur au milieu du panneau, appliquée aux murs en maçonnerie dans (RILEM, n.d.), via l'équation (1).

$$\tau_{max}=0.88\frac{F_{max}}{A_0} \quad (1)$$

où, $A_0=\frac{l+h}{2}e$ est la surface transversale nette de l'échantillon, l est la largeur, *h est* la hauteur, *e est* l'épaisseur totale de l'échantillon dans sa configuration non endommagée.
Le coefficient μ est le facteur de ductilité des différents échantillons, défini comme étant le rapport de la valeur du déplacement à l'état ultime (Y_u, correspondant à $0.8F_{max}$ dans la phase post-pic) à la valeur du déplacement (Y_{ela}) de la phase élastique.

Comme le montre la Figure 15, la courbe charge-déplacement des murs renforcés est caractérisée par trois phases distinctes :

- une première phase quasi-linéaire, correspondant au comportement élastique du matériau.
- Une deuxième phase marquant le début de l'endommagement, entraînant une diminution progressive de la rigidité.
- Une troisième phase adoucissante, avec une rupture progressive.

En revanche, les murs non renforcés présentent seulement deux phases : une phase linéaire suivie d'une phase adoucissante. Le renforcement des murs par des FRCM végétaux a permis une augmentation remarquable de la capacité de charge, atteignant environ 500 % par rapport aux murs de référence. L'application des composites FRCM influence non seulement la rigidité des murs, mais aussi leur capacité de dissipation d'énergie ainsi que leur mode de rupture. Cet aspect est fondamental pour améliorer les performances des murs en béton végétal face aux efforts de cisaillement. Ces améliorations mécaniques peuvent être attribuées aux bonnes performances en traction des textiles de lin et à leur capacité à reprendre les efforts. De plus, comme l'ont montré les essais d'adhérence FRCM/béton de chanvre dans la section précédente, ces résultats confirment l'efficacité des FRCM végétaux ainsi que leur compatibilité avec le béton végétal. Il est également important de noter qu'aucun décollement du FRCM n'a été observé. La rupture observée (Figure 16) se manifeste par une ouverture localisée dans

l'âme du béton de chanvre, résultant de l'interaction entre les particules de chènevotte et le liant minéral. Par ailleurs, les sabots de compression ont induit un effet de bord notable, avec un enfoncement partiel dans le matériau, phénomène peu courant dans les maçonneries traditionnelles plus denses et rigides. Cette observation souligne la nécessité de concevoir un dispositif d'essai mieux adapté aux spécificités mécaniques et structurales des matériaux biosourcés, afin d'évaluer plus représentativement leur comportement au cisaillement. Cependant, un aspect particulièrement intéressant de cette étude réside dans la capacité des murs renforcés en béton de chanvre à résister au cisaillement, montrant des performances comparables à celles des maçonneries conventionnelles ou de systèmes renforcés similaires. A titre de comparaison, la résistance au cisaillement mesurée est de 0.38 MPa pour les murs en maçonnerie classique, de 0.82 MPa pour les murs renforcés étudiés par (Ferrara et al., 2020) et de 0.52 MPa pour les mini-murs en béton de chanvre renforcés dans cette étude.

Généralement, ces résultats mettent en évidence le rôle clé des FRCM végétaux dans l'amélioration du comportement mécanique des murs en béton végétal, en augmentant significativement leur capacité de charge et leur résistance au cisaillement. L'absence de décollement du renfort et la rupture localisée dans l'âme du béton de chanvre confirment une bonne compatibilité entre le FRCM et le substrat, favorisant un transfert de charge efficace. Ainsi, ces composites apparaissent comme une solution prometteuse pour le renforcement structurel du béton végétal, offrant des performances comparables aux systèmes traditionnels tout en s'inscrivant dans une démarche de construction durable.

IV. CONCLUSION

Dans cette étude, l'efficacité des composites FRCM végétaux pour le renforcement des bétons de chanvre a été évaluée à travers une approche multi-échelles. L'objectif de cette campagne expérimentale est d'améliorer la faible résistance mécanique du béton végétal tout en garantissant une bonne compatibilité avec le renfort. Les principales conclusions suivantes peuvent être tirées :

- **Adhérence textile-matrice (Essai d'arrachement) :** L'étude a démontré que la préimprégnation des textiles de lin et l'ajout de fibres courtes de lin améliorent considérablement l'adhérence textile-matrice. Ces modifications réduisent la longueur de transfert de charge, augmentent la dissipation d'énergie et permettent une meilleure répartition des contraintes.
- Comportement mécanique des composites FRCM (Essai de traction directe) : Les résultats montrent que la rigidité et la capacité de résistance des composites sont influencées par l'adhésion textile-matrice. L'ajout de fibres courtes et la préimprégnation du textile favorisent la formation de fissures plus denses avec des largeurs réduites, améliorant ainsi la capacité du composite à reprendre les efforts et à retarder la rupture. Les textiles de lin, en particulier, offrent un bon équilibre entre flexibilité et résistance, contrairement aux textiles de carbone qui souffrent de délamination prématurée.
- **Adhérence FRCM-béton végétal (Essai de cisaillement simple tour)** : L'analyse a révélé qu'une longueur de liaison de 150 mm est suffisante pour assurer un transfert de charge optimal entre le FRCM et le béton de chanvre. Aucun décollement significatif n'a été observé, ce qui confirme la compatibilité du FRCM avec le substrat végétal. La résistance au cisaillement obtenue (0.1 à 0.12 MPa) est similaire à celle observée dans des études précédentes sur des FRCM appliqués à la maçonnerie.
- **Renforcement du béton végétal (Essai de compression diagonale sur les mini-murs en béton de chanvre)** : Le renforcement par FRCM végétaux a permis d'augmenter la capacité de charge des murs jusqu'à 500 % par rapport aux murs non renforcés, tout en améliorant leur résistance au cisaillement et leur ductilité. L'absence de décollement et l'observation d'une rupture progressive au sein du béton de chanvre confirment une bonne adhérence entre le renfort et le substrat. Ces performances rapprochent les murs en béton de chanvre renforcés de ceux en maçonnerie traditionnelle.

Les résultats de cette étude mettent en évidence le potentiel des composites FRCM à base de textiles végétaux pour le renforcement du béton végétal, en proposant une solution à la fois performante et

écologiquement viable. L'amélioration des performances mécaniques, associée à une bonne compatibilité entre les matériaux, ouvre des perspectives prometteuses pour le développement de solutions structurelles innovantes à faible impact environnemental dans le secteur de la construction. Cependant, la durabilité de ces matériaux biosourcés demeure une préoccupation majeure, notamment en raison de leur sensibilité aux environnements alcalins. Des recherches futures sont nécessaires pour approfondir la compréhension du comportement mécanique de ces systèmes de renfort, en particulier en évaluant leur durabilité sous diverses conditions environnementales (humidité, cycles de gel-dégel, exposition aux sels, etc.), ainsi que leur tenue à haute température.

REFERENCES

Agossou, O.G., Homoro, O., Amziane, S., 2024. Evaluation of mechanical behaviour of vegetal FRCM composites through the DIC technique: Effects of textile pre-impregnation and short flax fibres. Constr. Build. Mater. 449, 138416. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.138416

Bardouh, R., Homoro, O., Reboul, N., Saidi, M., Amziane, S., 2024. Enhancing bio-based concrete mechanical properties: a novel approach with composite sandwiches and confined cylinders. Mater. Struct. 57, 139. https://doi.org/10.1617/s11527-024-02400-3

Donnini, J., Chiappini, G., Lancioni, G., Corinaldesi, V., 2019. Tensile behaviour of glass FRCM systems with fabrics' overlap: Experimental results and numerical modeling. Compos. Struct. 212, 398–411. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.01.053

Ferrara, G., Caggegi, C., Martinelli, E., Gabor, A., 2020. Shear capacity of masonry walls externally strengthened using Flax-TRM composite systems: experimental tests and comparative assessment. Constr. Build. Mater. 261, 120490. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120490

Ferrara, G., Pepe, M., Martinelli, E., Tolêdo Filho, R.D., 2021. Tensile behavior of flax textile reinforced lime-mortar: Influence of reinforcement amount and textile impregnation. Cem. Concr. Compos. 119, 103984. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.103984

Homoro, O., Baranger, T., Michel, M., 2021. 3D finite element modeling of yarn reinforced mineral matrix: Comparison of damage behavior with experimental data. Compos. Struct. 261, 113567. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2021.113567

NF EN 196-1 [WWW Document], n.d. . Afnor Ed. URL https://www.boutique.afnor.org/fr-fr/norme/nf-en-1961/methodes-dessais-des-ciments-partie-1-determination-des-resistances/fa184622/57803 (accessed 5.26.24).

Olivito, R.S., Codispoti, R., Cevallos, O.A., 2016. Bond behavior of Flax-FRCM and PBO-FRCM composites applied on clay bricks: Experimental and theoretical study. Compos. Struct. 146, 221–231. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2016.03.004

Papanicolaou, C.G., Triantafillou, T.C., Karlos, K., Papathanasiou, M., 2007. Textile-reinforced mortar (TRM) versus FRP as strengthening material of URM walls: in-plane cyclic loading. Mater. Struct. 40, 1081–1097. https://doi.org/10.1617/s11527-006-9207-8

Papanicolaou, C.G., Triantafillou, T.C., Papathanasiou, M., Karlos, K., 2008. Textile reinforced mortar (TRM) versus FRP as strengthening material of URM walls: out-of-plane cyclic loading. Mater. Struct. 41, 143–157. https://doi.org/10.1617/s11527-007-9226-0

Peled, A., Bentur, A., 2000. Geometrical characteristics and efficiency of textile fabrics for reinforcing cement composites. Cem. Concr. Res. 30, 781–790. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00239-8

RILEM, n.d. RILEM - Publications [WWW Document]. URL https://www.rilem.net/publication/publication/4?id_papier=4091 (accessed 1.28.25).

Saidi, M., Gabor, A., 2020. Experimental analysis and analytical modelling of the textile/matrix interface shear stress in textile reinforced cementitious matrix composites. Compos. Part Appl. Sci. Manuf. 135, 105961. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.105961

Trochoutsou, N., Di Benedetti, M., Pilakoutas, K., Guadagnini, M., 2021a. Mechanical Characterisation of Flax and Jute Textile-Reinforced Mortars. Constr. Build. Mater. 271, 121564. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121564

Trochoutsou, N., Di Benedetti, M., Pilakoutas, K., Guadagnini, M., 2021b. Bond of Flax Textile-Reinforced Mortars to Masonry. Constr. Build. Mater. 284, 122849. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122849

Étude de la carbonatation des granulats de béton recyclé en réacteur pour la valorisation du CO_2 d'un gaz de combustion

Gaël CORVEC

LaSIE, UMR CNRS 7356, La Rochelle Université, 17000 La Rochelle, France

Université Gustave Eiffel, MAST-GPEM, F-44344 Bouguenais, France

RESUME La valorisation des granulats de béton recyclé (GBR) par carbonatation accélérée constitue une approche prometteuse pour améliorer leurs performances et pour minéraliser du CO_2 issu des gaz industriels. Utiliser sans prétraitement les GBR et les gaz en sortie de cheminée, permettrait de limiter les surcoûts. L'efficacité du procédé pourrait dépendre de paramètres tels que la teneur en eau initiale des GBR, variable selon les conditions de stockage et la température dans le réacteur, influencée par celle du gaz, son débit ou d'autres caractéristiques. Une régulation simple de la température pourrait ainsi optimiser le processus. Cette étude, menée dans le cadre du projet ANR CO_2NCRETE, explore l'effet combiné de la température (50 – 110 °C) et de la teneur en eau initiale (4 - 10 %) sur la carbonatation de GBR (mortier concassé 0/4 mm) en lit fixe. Pour cela, des essais de carbonatation ont été réalisés dans un réacteur traversé par un gaz modèle riche en CO_2, simulant les gaz de combustion industriels. L'évolution de la carbonatation a été suivie indirectement par l'analyse du gaz et par caractérisation thermogravimétrique. Les résultats montrent que la teneur en eau est un facteur clé : à faible teneur en eau initiale (4 %), la température de 50 °C limite le dessèchement, favorisant la réaction, tandis qu'à forte teneur en eau (10 %), une température élevée (110 °C) accélère le séchage et la diffusion du CO_2. Un degré de carbonatation supérieur à 40 % a été atteint en 2 heures, avec un maximum de CO_2 piégé (70 g par kg de GBR) observé à 80 °C et 7 % de teneur en eau initiale. Les granulats de petite taille présentent une carbonatation plus rapide. Ces résultats suggèrent l'importance de l'ajustement des conditions expérimentales pour maximiser l'efficacité du procédé.

Mots-clefs : Carbonatation, Capture et valorisation du CO_2, granulats de béton recyclé, température, teneur en eau

I. INTRODUCTION

La gestion des déchets du BTP s'oriente vers des approches d'économie circulaire, notamment par la valorisation des granulats de béton recyclé (GBR). Cependant, leur réutilisation dans la formulation des bétons est limitée par des performances inférieures à celles des granulats naturels (GN), en raison d'une porosité souvent plus élevée (de Brito and Saikia, 2013). La carbonatation accélérée des GBR, utilisant des gaz industriels riches en CO_2, apparaît comme une solution prometteuse pour améliorer leurs propriétés (Torrenti et al., 2022). De plus, cette réaction permet la minéralisation du CO_2 sous forme de carbonate de calcium ($CaCO_3$) et pourrait être utilisée comme stratégie de capture et de valorisation du carbone (CCU) (Cazacliu et al., 2024).

La carbonatation des GBR repose sur une série de mécanismes physico-chimiques. Tout d'abord, le CO_2 diffuse à travers les pores du matériau et se dissout dans l'eau présente à la surface des phases réactives, notamment la portlandite ($Ca(OH)_2$) et les silicates de calcium hydratés (C-S-

H). Cette dissolution entraîne la formation d'ions carbonates (CO_3^{2-}), qui précipitent ensuite sous forme de $CaCO_3$ en réagissant avec le calcium dissous. Ce phénomène modifie la microstructure des GBR en réduisant leur porosité et en améliorant ainsi leur compacité et leurs propriétés mécaniques (Sereng et al., 2021; Zhan et al., 2014).

La carbonatation des matériaux cimentaires peut être réalisée selon différentes approches. Certaines méthodes impliquent une extraction préalable des phases réactives à l'aide de solvants ou une purification du gaz utilisé pour la réaction. Cependant, ces procédés ajoutent des étapes complexes à un processus dont la valorisation économique et écologique reste modérée (Miller et al., 2021; Torrenti et al., 2022). Il est donc pertinent de privilégier l'utilisation directe de matériaux bruts — comme les GBR après concassage — et de gaz industriels non traités, afin de limiter les coûts et la consommation énergétique associés à la carbonatation.

Divers types de réacteurs ont été étudiés pour la carbonatation des GBR. Les réacteurs en continu, tels que les tambours rotatifs (Dos Reis et al., 2021; dos Reis et al., 2020; Torrenti et al., 2022; Wang et al., 2024), ou en lit statique (Cazacliu et al., 2024). Ces derniers permettent un meilleur contrôle des paramètres expérimentaux (température, humidité, débit de gaz) et sont adaptés à l'étude de l'effet de différents paramètres sur la réaction. Dans cette étude, nous avons choisi d'utiliser un réacteur en lit fixe.

Les gaz carbonatés rejetés par des sites industriels comme les cimenteries sont à des températures variant entre 80 °C et 200 °C (Wang et al., 2024), leur utilisation dans des réacteurs de carbonatation pourrait entraîner une élévation de la température. Cela soulève des questions importantes concernant l'impact de ce paramètre sur le processus de carbonatation.

Dans le cadre du projet ANR CO_2NCRETE, cette étude vise à comprendre l'influence de la température et la teneur en eau des GBR pour pouvoir optimiser un procédé de carbonatation par des gaz de combustion. Pour cela, un dispositif de carbonatation en lit fixe traversé par un gaz modèle semblable aux gaz de combustion a été développé en laboratoire. L'étude s'intéresse à l'impact de la température et de la teneur en eau initiale des GBR sur le procédé développé.

II. MATERIAUX ET METHODES

A. Matériaux

Un mortier standard a été fabriqué pour assurer une composition homogène des GBR, permettant une bonne reproductibilité du matériau de départ. En effet, les GBR issus de chantiers présentent une composition variable et ont généralement déjà subi un vieillissement, notamment par carbonatation, ce qui complique l'analyse des mécanismes de carbonatation dans des conditions contrôlées. Le mortier est formulé avec un rapport Eau/Ciment de 0,5 et Sable/Ciment de 2,16, utilisant un ciment CEM I 52,5 R et un sable siliceux (0/2 mm) pour éviter toute interférence avec la quantification du carbonate de calcium provenant de la carbonatation.

Le mortier est coulé sous forme de dalle (1,6 m², 3,5 cm d'épaisseur). La dalle a été fragmentée à l'aide d'un marteau de démolition afin d'obtenir des morceaux de taille appropriée pour les étapes ultérieures de broyage. Les fragments obtenus ont ensuite été immergés dans une cuve d'eau entre 2 et 5 mois afin de permettre l'hydratation complète du matériau et le protéger de la carbonatation

pendant le stockage avant l'essai. Les morceaux de mortier ont ensuite été concassés et criblés en granulats (0/4 mm). Certains GBR sont caractérisé sans carbonatation accélérée pour faire office de référence (GBR-NC).

B. Protocole de carbonatation

Un gaz « modèle » proche des gaz émis par les industries émettrices de CO_2 a été préparé en enrichissant de l'air en CO_2 et en eau. À titre d'exemple, les valeurs caractéristiques pour un gaz émis par une cimenterie sont les suivantes : une pression de vapeur d'eau du gaz autour de 7 kPa, une concentration en CO_2 de 14-33 % (v/v) (Bosoaga et al., 2009). Le gaz préparé est ainsi composé de 15 % de CO_2, une pression de vapeur en eau de 7 kPa à une température de 50 °C. Le débit total du gaz alimentant le réacteur a été choisi à 20 L/min (conditions normales : à 0 °C et 1 atm).

Avant la carbonatation, les GBR, après leur préparation (concassage puis mise à une teneur en eau visée), ainsi que le réacteur, sont mis à la température de l'essai pendant 4 h. La ligne de préparation du gaz est mise en route 1 h avant le début de l'essai afin que sa composition se stabilise.

Le lot de 2,5 kg de GBR est inséré dans le réacteur (Figure 1 (a)), qui est fermé par un couvercle. Le réacteur est de forme cylindrique de diamètre 20 cm et de hauteur 15,5 cm. Les entrées et sorties de gaz sont aménagées par des perçages réalisés respectivement dessous et au-dessus du réacteur. Le lit de GBR d'environ 7 cm de hauteur est déposé sur une grille disposée au fond du réacteur. Cette grille, découpée à partir d'un tamis de granulométrie de 80 µm, est ajustée à la forme du fond du réacteur. Elle permet le passage du gaz tout en retenant les GBR afin d'éviter qu'ils obstruent l'alimentation en gaz.

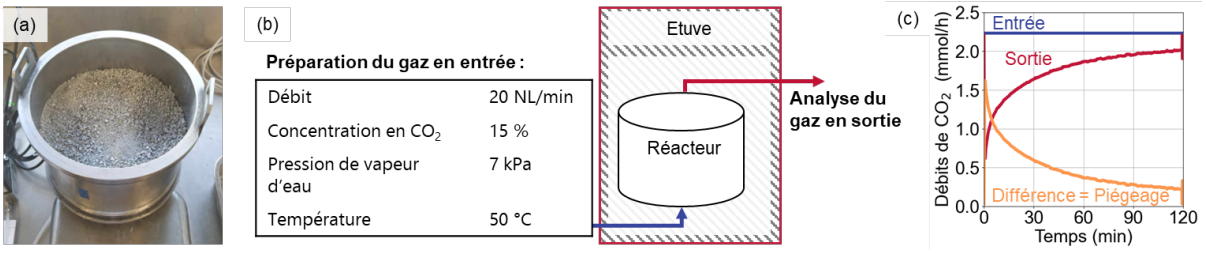


FIGURE 1. (a) Photo du réacteur à lit fixe rempli d'un échantillon de GBR, (b) schéma du dispositif et (c) exemple des débits de CO_2 mesurés et vitesse de piégeage du CO_2 pour le test à 50 °C et w_i = 4 %

Les essais débutent lorsque le réacteur est relié à la ligne de gaz entre le système de préparation du gaz et celui d'analyse. Le gaz est alimenté par le bas du réacteur et ressort par le haut (Figure 1 (b)). Les essais de carbonatation sont arrêtés après une durée de 2 h. À la fin de l'essai, le réacteur est déconnecté de la ligne de gaz, et la ligne de préparation du gaz est reliée au système d'analyse pour vérifier que la composition du gaz préparé reste inchangée entre le début et la fin de l'essai. Les GBR sont pesés avant d'être placés dans une étuve à 60 °C. Après stabilisation de leur masse après plusieurs jours (< 0,05 %/24h), nous mesurons la masse de l'échantillon sec ($m_{fin\text{-}sec}$) pour avoir la teneur en eau à la fin de l'essai. Cette teneur en eau est déterminée en prenant comme référence

la masse à 60 °C des GBR avant la carbonatation. Le matériau est ensuite quarté et 500 g de matériau sont analysés par Macro-ATG dont le protocole est décrit ci-après.

C. Suivi de la carbonatation

Deux méthodes innovantes de suivi de la carbonatation sont utilisées. La première est une méthode indirecte par la mesure de la baisse de débit molaire en CO_2 entre l'entrée et la sortie du réacteur. Le système de mesure des caractéristiques du gaz est composé, entre-autres, d'un capteur infra-rouge de mesure de concentration en CO_2, de plusieurs baromètres et d'une sonde de température et humidité.

Le gaz en entrée, considéré stable, est contrôlé avant et après l'essai et celui en sortie est analysé en continu pendant l'essai. Les débits de CO_2 en entrée et en sortie sont notés $F_{CO_2}^{entrée}$ [mol/h] et $F_{CO_2}^{sortie}$ [mol/h]. Le calcul du bilan des flux des différents constituants permet d'obtenir l'évolution de la consommation en CO_2 des GBR ($G_{CO_2}^{indir}$ [g/kg$_{950°C}$]) :

$$G_{CO_2}^{indir} = \int_0^t \frac{\left(F_{CO_2}^{entrée} - F_{CO_2}^{sortie}\right) M_{CO_2}}{m_{950°C}} dt \quad (1)$$

De la même manière avec les débits d'eau en entrée et en sortie on calcule les échanges hydriques entre les GBR et le gaz ($Q_{H_2O}^{échange,f}$ [kg]).

Notons que la quantité de CO_2 fixée par le matériau est exprimée en g par kg de matériau chauffé à 950 °C. La masse du matériau à 950 °C est une valeur de référence car ne changeant pas au cours de la carbonatation et des échanges hydriques avec l'ambiance.

La deuxième méthode est une caractérisation thermogravimétrique avec des quantités de matériaux macroscopiques (Macro-ATG). Après la carbonatation et quartage de 500 g, les granulats sont tamisés à 2 mm, 1 mm, 0,5 mm et 0,2 mm. Chaque fraction obtenue est placée dans un four afin de mesurer leur masse à 3 températures (415 °C, 475 °C et 950 °C). Pour chaque mesure de la masse à une température, les échantillons sont maintenus à la température souhaitée pendant au moins 3 h puis une redescente en température à 105 °C est effectuée pour pouvoir peser les échantillons en dehors du four.

Suite à une étude préliminaire, nous avons montré que, dans ces conditions de chauffe, entre 415 °C et 475 °C, la portlandite ($Ca(OH)_2$) se décompose en CaO et libère une molécule d'eau et entre 475 °C et 950 °C, le carbonate de calcium ($CaCO_3$) libère une molécule de CO_2 pour former du CaO. À partir des masses mesurées, on calcule la teneur en portlandite (T_{CH} [mol/kg$_{950°C}$]), en carbonate de calcium (T_{CC} [mol/kg$_{950°C}$]) et en CO_2 (T_{CO_2} [mol/kg$_{950°C}$]) :

$$T_{CH} = \frac{(m_{415°C} - m_{475°C})}{m_{950°C} \times M_{H_2O}}, T_{CC} = \frac{(m_{475°C} - m_{950°C})}{m_{950°C} \times M_{CO_2}}, T_{CO_2} = \frac{(m_{475°C} - m_{950°C})}{m_{950°C}} \quad (2)$$

La comparaison des quantités de CO_2 piégées déterminées avec la méthode indirecte et la Macro-ATG est présentée sur la Figure 2. Les deux méthodes semblent diverger un peu quand la carbonatation est supérieure à 40 g/kg$_{950°C}$. Chacune des méthodes est innovante et possède ses limitations. La Macro-ATG par paliers possède une incertitude de mesure assez grande en particulier avec la difficulté de choisir la température qui sépare la déshydratation de la décarbonatation des GBR. La méthode indirecte quant à elle dépend de la précision des sondes qui servent au calcul des bilans de masse. La sonde de mesure de la concentration en CO_2, entre autres,

possède une incertitude de mesure de 1,3 % de CO_2. Pour 15 % de CO_2, cela représente une incertitude de 8,6 % de la valeur lue. Cette incertitude est directement reliée à l'incertitude de la quantité de CO_2 fixée par la méthode indirecte et est représentée sur la Figure 2.

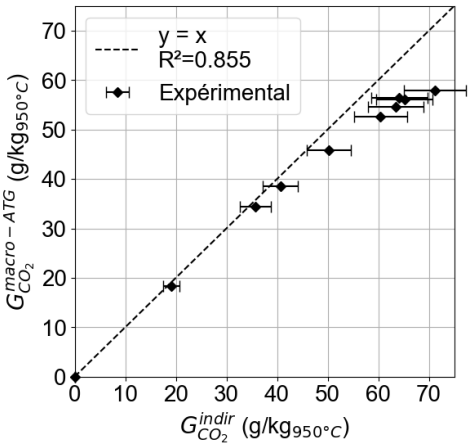


FIGURE 2. Corrélation entre la quantification de la teneur en CO_2 par la Macro-ATG ($G_{CO_2}^{macro-ATG}$) et la détermination du CO_2 fixé par méthode indirecte ($G_{CO_2}^{indir}$)

Les teneurs en portlandite et en carbonates de calcium dans les cinq fractions granulométriques du matériau avant carbonatation (GBR-NC) sont données sur la Figure 3 (a). Les fractions granulaires n'ont pas la même composition. Les fractions 0/0,2 et 0,2/0,5 mm ont une plus grande concentration des deux phases car ils contiennent a priori plus de pâte de ciment (Zhao et al., 2013). En effet, celle-ci se casse plus facilement que les grains de sable pendant le concassage.

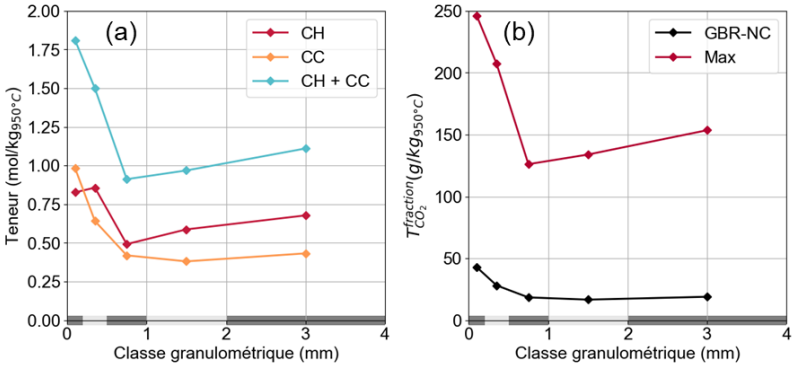


FIGURE 3. (a) Concentration en portlandite (CH) et carbonate de calcium (CC) et somme des deux en fonction des cinq fractions granulométriques du GBR étudié. Les points sont fixés à la moyenne arithmétique de la fraction représentée par les rectangles en nuance de gris sur l'axe des abscisses. (b) Teneur en CO_2 dans le GBR-NC et le maximum théorique en fonction du diamètre des grains.

Afin de calculer le degré de carbonatation, la teneur maximale théorique en CO_2 que peut fixer le matériau $T_{CO_2,max}^{tot}$ [mol/kg$_{950°C}$] a été déterminée avec la composition du ciment et du mortier. Il a été considéré que tous les oxydes du ciment CaO, MgO, Na_2O et K_2O peuvent réagir avec du CO_2 sauf la partie du CaO qui a déjà réagi avec SO_3 pour former du gypse ($CaSO_4.H_2O$) (Zhan et al., 2014). Cette teneur maximale pour chaque fraction ($T_{CO_2,max}^{fraction}$ [mol/kg$_{950°C}$]) est ensuite considérée proportionnelle à sa teneur initiale en portlandite et carbonate de calcium. Les répartitions de la quantité de CO_2 initiale sur les GBR-NC déterminée par Macro-ATG et du maximum de CO_2 pouvant être fixé suivant les fractions granulométriques sont représentés sur la Figure 3 (b).

Le degré de carbonatation ($DC^{fraction}$ [%]) est déterminé pour chaque fraction avec la teneur en CO_2 de la fraction $T_{CO_2}^{fraction}$ et celle de la fraction non carbonaté $T_{CO_2,NC}^{fraction}$:

$$DC^{fraction} = \frac{T_{CO_2}^{fraction} - T_{CO_2,NC}^{fraction}}{T_{CO_2,max}^{fraction} - T_{CO_2,NC}^{fraction}} \times 100 \quad (3)$$

D. Programme expérimental

La teneur en eau initiale des GBR a été choisie à 4 %, 7 % et 10%, tandis que la température de l'étuve dans lequel le réacteur est placé a été réglée à 50 °C, 80 °C et 110 °C. La carbonatation a été effectuée pour les 9 combinaisons possibles de ces paramètres.

La teneur en eau souhaitée est obtenue après la cure et le broyage GBR. Ils sont considérés alors comme totalement saturés en eau (10 %). Certains essais ont été réalisés sur ces granulats saturés en eau qui ont été conservés au maximum 12 jours dans un sac fermé avant leur utilisation. Les GBR préparés à des teneurs en eau plus faibles ont été obtenus en deux étapes. Le séchage s'est d'abord effectué en étuve à 60 °C jusqu'à stabilisation de la masse. L'humidification des granulats s'est ensuite effectuée en remplissant un sac de granulats secs et de la masse d'eau correspondante à la teneur en eau visée. Le mélange a été homogénéisé en secouant le sac, qui reste ensuite fermé plusieurs jours.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

A. Influence de la teneur en eau initiale et de la température sur la carbonatation

La mesure en continu de la concentration en sortie du réacteur de carbonatation a permis d'obtenir l'évolution de la quantité de CO_2 fixé par le matériau (Figure 4).

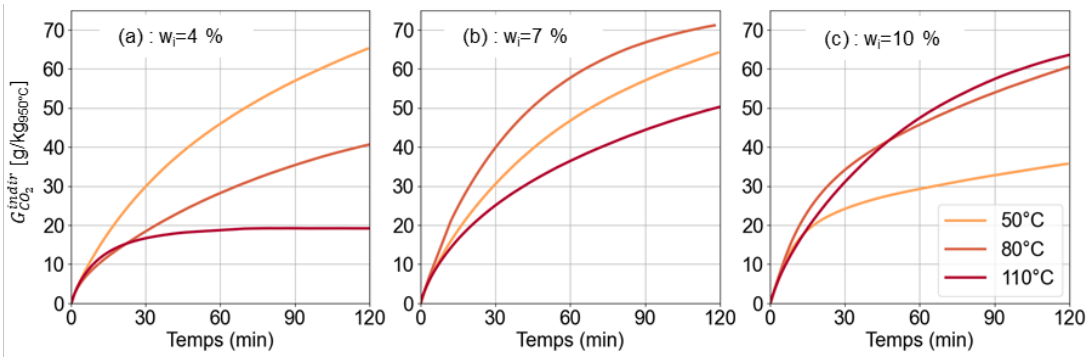


FIGURE 4. Évolution du cumul de CO_2 fixé pour les 3 températures de l'étude à la teneur en eau initiale (a) de 4 %, (b) de 7 % et (c) de 10 %

On observe que toutes les courbes ont une forme assez similaire avec la vitesse de carbonatation qui baisse avec le temps. Sur 120 min, la carbonatation la plus efficace se produit à 80 °C pour une teneur eau initiale de 7 %. Dans ces conditions, les GBR ont piégé 71,1 g/kg$_{950°C}$ de CO_2 ce qui correspond à un degré de carbonatation (DC) de 36 %.

L'effet de la température n'est pas le même suivant la teneur en eau initiale des GBR. En effet, quand la teneur en eau initiale est de 4 %, la carbonatation est moins efficace plus la température est grande. A l'inverse, quand la teneur en eau initiale (w_i) est autour de 10 %, la carbonatation est la moins efficace à 50 °C et est la plus efficace à 80 °C les 45 premières minutes puis à 110 °C jusqu'à la fin. Pour une teneur initiale de 7 %, la carbonatation est optimale à 80 °C. L'essai le moins performant, à 110 °C et w_i=4 %, est aussi le seul essai qui a une vitesse de carbonatation nulle après 90 minutes. L'échantillon ne contient probablement plus assez d'eau, nécessaire pour que les réactifs puissent se dissoudre et que la carbonatation puisse continuer.

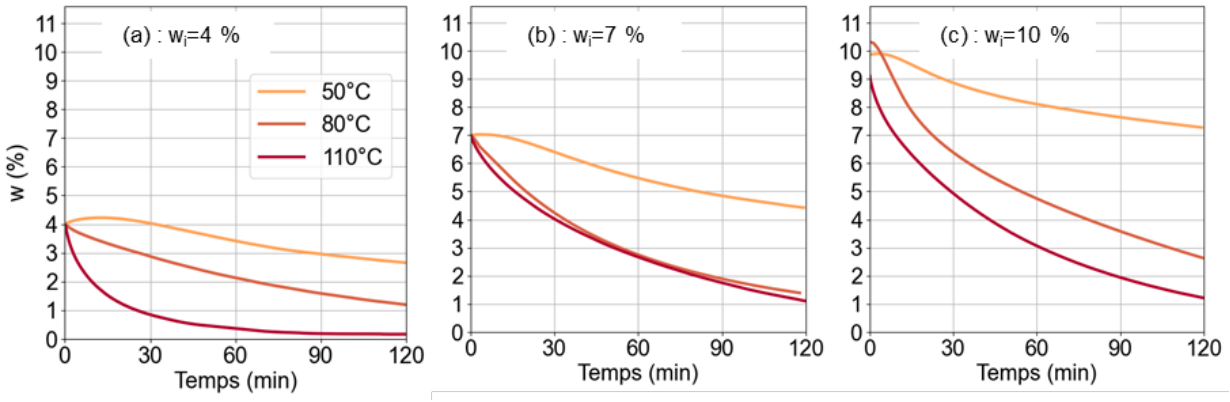


FIGURE 5. Évolution de la teneur en eau moyenne de l'échantillon pendant la carbonatation aux différentes températures et teneurs en eau initiales : (a) 4 %, (b) 7 % et (c) 10 %

Pour étudier l'effet de la température, il faut prendre en compte l'état hydrique des matériaux cimentaires qui peut évoluer et a un fort impact sur la carbonatation. À partir du suivi des débits de CO_2 et d'H_2O du gaz en sorti, nous avons pu estimer la teneur en eau moyenne de l'échantillon. La Figure 5 montre que la teneur en eau moyenne des échantillons baisse au cours de tous les

essais. Le séchage pendant les essais est donc plus rapide que la production d'eau par la réaction de carbonatation.

La teneur en eau des échantillons diminue plus rapidement plus la température est élevée. La vapeur d'eau du gaz en entrée du réacteur est entre 6 kPa et 8 kPa ce qui correspond à une humidité relative (HR) de 60 % à 50 °C et de 15 % à 80 °C. On ne peut pas parler d'HR au-dessus de 100 °C car il n'y a pas de pression de vapeur saturante à pression atmosphérique. L'augmentation de la température a donc un double effet sur la saturation en eau : elle augmente l'écart avec l'équilibre hydrique et accélère les vitesses d'échange hydriques.

Nous pouvons maintenant étudier l'effet de la température sur la quantité de CO_2 fixé par les GBR (Figure 4) couplé à l'évolution de la teneur en eau (Figure 5). Pour observer plus facilement les effets couplés, nous traçons sur la Figure 6 le cumul de CO_2 à plusieurs échéances en fonction de la teneur en eau moyenne des échantillons estimée aux trois températures.

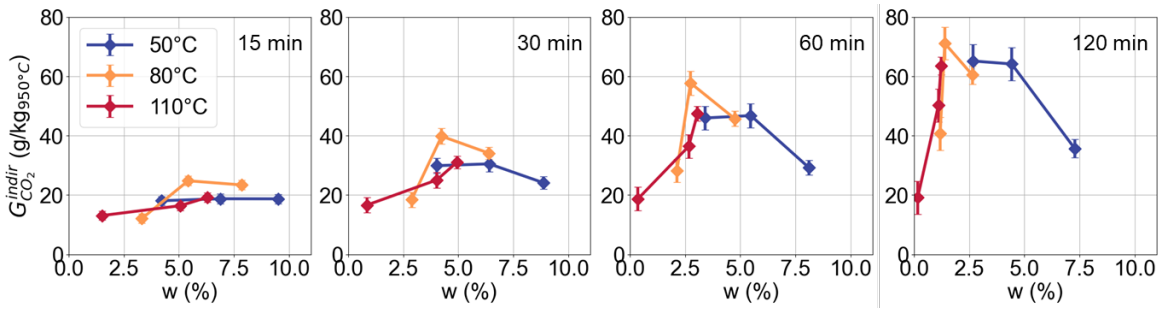


FIGURE 6. Évolution du cumul de CO_2 fixé en fonction de la teneur en eau moyenne des GBR à 15, 30, 60 et 120 min. Les segments sont tracés pour aider à la lecture mais ne représentent pas des données.

Au bout de 15 min, la carbonatation semble être légèrement plus efficace plus la teneur en eau est élevée. Les deux essais les plus saturés à 80 °C ont permis de piéger un peu plus de CO_2 que les autres conditions. Il est probable qu'au début des essais, ce soit principalement la surface des échantillons qui réagisse. En effet, la diffusion du CO_2 dans la porosité est un facteur limitant dès les premières phases de la carbonatation (Morandeau et al., 2014) et l'amélioration de la carbonatation par l'augmentation de la surface d'exposition (Kikuchi and Kuroda, 2011) suggère que la réaction s'effectue préférentiellement en surface. L'augmentation de la teneur en eau favorise alors la dissolution des réactifs à la surface des GBR, sans que le CO_2 ait besoin de diffuser profondément dans le matériau.

À mesure que le temps de carbonatation augmente, la forme d'une cloche se dessine. De plus, avec le temps, l'impact de la teneur en eau augmente et le maximum de carbonatation est obtenue pour des valeurs de teneur en eau plus faible. À mesure que l'essai avance plus la réaction s'effectue près du cœur des GBR et plus la carbonatation est influencée par la diffusion du CO_2 dans la structure. Or, plus la teneur en eau est grande, plus elle ralentit la diffusion dans les GBR.

D'autres études ont également mis en évidence l'existence d'une teneur en eau optimale pour maximiser la carbonatation (Drouet et al., 2019; Sereng et al., 2021). Sereng et al. ont observé un degré de carbonatation maximal pour des GBR de taille 12/20 mm exposés pendant 24 h à une

atmosphère contenant 15 % de CO_2, à 20 °C et 40 °C. Cette carbonatation optimale a été obtenue lorsque la teneur en eau des GBR correspondait à 80 % de leur capacité d'absorption en eau. Lors de nos essais, l'optimum de teneur en eau semble être plus proche de 15 % de l'absorption en eau des GBR. Cependant, plusieurs paramètres varient entre les deux études comme la taille des granulats et le temps de carbonatation.

L'optimum de carbonatation n'est peut-être pas exactement à la même teneur en eau suivant la température, cependant la teneur en eau est un paramètre plus important pour optimiser la carbonatation que la température. En effet, la température a plus d'effet sur la vitesse de carbonatation par son impact sur l'état hydrique que sur les cinétiques chimiques.

B. Impact de la taille des granulats

Les résultats précédents concernent le lit dans sa globalité avec l'ensemble de la fraction 0/4 mm. Afin d'avoir plus de détails sur l'état de carbonatation du matériau, nous avons réalisés la Macro-ATG sur les différentes fractions granulométriques après les deux heures de carbonatation.

La représentation des résultats sur l'influence des paramètres d'entrée sur le degré de carbonatation est faite pour chaque fraction séparément (Figure 7). Dans l'ensemble, les degrés de carbonatation les plus élevés suivent la diagonale allant du « plus froid et sec » au « plus chaud et saturé ». L'optimum est obtenu dans les conditions où les deux paramètres, w_i et température, permettent d'avoir une teneur en eau assurant une bonne dissolution des réactifs tout en ne limitant pas trop la diffusion.

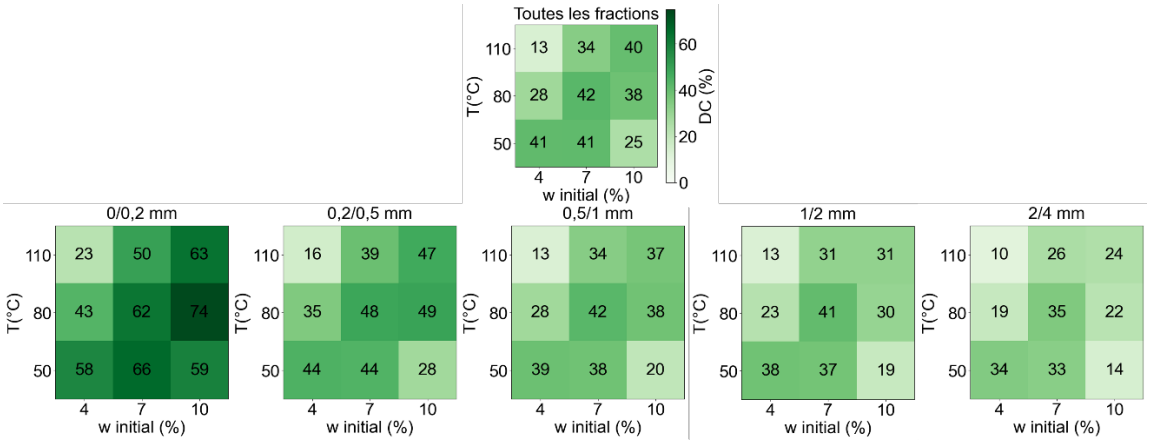


FIGURE 7. Degré de carbonatation (DC) déterminé avec la Macro-ATG suivant la température et la teneur en eau initiale des GBR après 2 h de carbonatation dans le lit fixe pour chaque fraction granulométrique

Dans le cas des fractions plus fines, la carbonatation est plus importante dans les échantillons les plus saturés en eau initialement. Alors que la diffusion gazeuse est limitante dans ces conditions, la diminution de la taille permet à ce que la diffusion ait moins d'effet sur la vitesse de carbonatation. Pour les fractions plus grossières, la carbonatation est plus faible sur la colonne w_i=10 % car l'impact de la diffusion augmente avec la taille des granulats.

IV. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

L'effet combiné de la température (50 °C - 110 °C) et de la teneur en eau initiale des GBR (4 % - 10 %) sur leur carbonatation dans un lit fixe traversé par un gaz riche en CO_2 a été étudié. Les résultats montrent que la teneur en eau joue un rôle déterminant pour assurer la diffusion efficace du CO_2 et la disponibilité des hydrates nécessaires à la réaction. Pour les GBR initialement peu saturés (4 %), la température de 50 °C favorise la carbonatation en limitant le séchage excessif. En revanche, pour les GBR initialement saturés (10 %), une température élevée de 110 °C, accélère le séchage, améliorant ainsi la diffusion du CO_2 et la carbonatation. À la température optimale, un degré de carbonatation de plus de 40 % a été atteint en seulement 2 heures à toutes les teneurs en eau initiales. Le maximum de CO_2 piégé, soit 70 $g/kg_{950°C}$, a été atteint pour une teneur en eau initiale de 7 % à 80 °C. Les GBR de petite taille présentent une carbonatation plus importante, avec un optimum de teneur en eau initiale plus élevé que pour des GBR de plus grande taille.

Une continuité de ce travail serait de caractériser l'homogénéité de la teneur en eau dans le lit. L'évaluation de la teneur en eau a été réalisée pour la globalité du lit. On ne sait pas non plus si l'eau se trouve dans la porosité intragranulaire ou intergranulaire. De plus, une étude performancielle des GBR permettrait de mesurer le gain de ses caractéristiques avec le procédé de carbonatation étudié.

V. Remerciements

L'auteur remercie l'ANR pour le financement du projet CO_2NCRETE.

REFERENCES

Bosoaga, A., Masek, O., Oakey, J.E., 2009. CO2 Capture Technologies for Cement Industry. Energy Procedia 1, 133–140. https://doi.org/10.1016/j.egypro.2009.01.020

Cazacliu, B., Djerbi, A., Braymand, S., Bertola, J., Huet, B., Jeong, J., Colin, J., Kaddah, F., Amiri, O., Roziere, E., Turcry, P., 2024. Recommandations du Projet National FastCarb-Caractérisation des GBRC : Méthode de détermination du CO2 piégé (No. 1), Recommandations du Projet National FastCarb.

de Brito, J., Saikia, N., 2013. Use of Construction and Demolition Waste as Aggregate: Properties of Concrete, in: Recycled Aggregate in Concrete, Green Energy and Technology. Springer London, London, pp. 229–337. https://doi.org/10.1007/978-1-4471-4540-0_5

Dos Reis, G.S., Cazacliu, B., Artoni, R., Torrenti, J.-M., Hoffmann, C.S., Lima, E.C., 2021. Coupling of attrition and accelerated carbonation for CO2 sequestration in recycled concrete aggregates. Cleaner Engineering and Technology 3, 100106. https://doi.org/10.1016/j.clet.2021.100106

dos Reis, G.S., Cazacliu, B.G., Artoni, R., Torrenti, J., 2020. Effect of the accelerated carbonation treatment on the recycled sand physicochemical characteristics through the rolling carbonation process. Journal of CO2 Utilization 39, 101181. https://doi.org/10.1016/j.jcou.2020.101181

Drouet, E., Poyet, S., Le Bescop, P., Torrenti, J.-M., Bourbon, X., 2019. Carbonation of hardened cement pastes: Influence of temperature. Cement and Concrete Research 115, 445–459. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.09.019

Kikuchi, T., Kuroda, Y., 2011. Carbon Dioxide Uptake in Demolished and Crushed Concrete. ACT 9, 115–124. https://doi.org/10.3151/jact.9.115

Miller, S.A., Habert, G., Myers, R.J., Harvey, J.T., 2021. Achieving net zero greenhouse gas emissions in the cement industry via value chain mitigation strategies. One Earth 4, 1398–1411. https://doi.org/10.1016/j.oneear.2021.09.011

Morandeau, A., Thiéry, M., Dangla, P., 2014. Investigation of the carbonation mechanism of CH and C-S-H in terms of kinetics, microstructure changes and moisture properties. Cement and Concrete Research 56, 153–170. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.11.015

Sereng, M., Djerbi, A., Metalssi, O.O., Dangla, P., Torrenti, J.-M., 2021. Improvement of Recycled Aggregates Properties by Means of CO2 Uptake. Applied Sciences 11, 6571. https://doi.org/10.3390/app11146571

Torrenti, J.M., Amiri, O., Barnes-Davin, L., Bougrain, F., Braymand, S., Cazacliu, B., Colin, J., Cudeville, A., Dangla, P., Djerbi, A., Doutreleau, M., Feraille, A., Gueguen, M., Guillot, X., Hou, Y., Izoret, L., Jacob, Y.-P., Jeong, J., Hiu Hoong, J.D.L., Mahieux, P.-Y., Mai-Nhu, J., Martinez, H., Meyer, V., Morin, V., Pernin, T., Potier, J.-M., Poulizac, L., Rougeau, P., Saadé, M., Schmitt, L., Sedran, T., Sereng, M., Soive, A., Dos Reys, G.S., Turcry, P., 2022. The FastCarb project: Taking advantage of the accelerated carbonation of recycled concrete aggregates. Case Studies in Construction Materials 17, e01349. https://doi.org/10.1016/j.cscm.2022.e01349

Wang, D., Noguchi, T., Nanao, M., Nozaki, T., Hayakawa, T., 2024. Parametric investigation and scale testing on accelerated CO2 sequestration of cement-based materials by utilizing industrial waste heat. Journal of Cleaner Production 475, 143716. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2024.143716

Zhan, B., Poon, C.S., Liu, Q., Kou, S., Shi, C., 2014. Experimental study on CO2 curing for enhancement of recycled aggregate properties. Construction and Building Materials 67, 3–7. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.09.008

Zhao, Z., Remond, S., Damidot, D., Xu, W., 2013. Influence of hardened cement paste content on the water absorption of fine recycled concrete aggregates. Journal of Sustainable Cement-Based Materials 2, 186–203. https://doi.org/10.1080/21650373.2013.812942

Isolation thermique biosourcée à base de fibre de chanvre : propriétés hygroscopiques et résistance fongique à l'échelle du bâtiment

Lily DEBORDE

Univ Rennes, Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique, 3 rue du Clos Courtel, 35704 Rennes.

RESUME

L'intégration de matériaux biosourcés performants est un levier pour la réduction de l'impact environnemental de l'industrie du bâtiment. La fibre de chanvre, une ressource végétale locale et annuelle, est particulièrement adaptée aux applications d'isolation. L'étude porte sur le développement d'un isolant à base de fibre de chanvre : quelles sont ses performances in situ et est-ce que son caractère biodégradable présente un risque fongique ? La performance hygrothermique est étudiée à travers un suivi expérimental avant/après rénovation d'un comble d'une maison habitée, durant 18 mois. La température, l'humidité relative et le flux de chaleur sont enregistrés. Les données expérimentales permettent la comparaison avant/après sur une période chaude. Une modélisation WUFI® permet de compléter l'étude avec une comparaison avant/après sur une période froide. Les résultats montrent que l'isolation est performante et l'amélioration du confort d'été est notable. Le risque de développement fongique est étudié à l'échelle laboratoire en exposant la fibre de chanvre non traitée, avec inoculation fongique, aux conditions extrêmes rencontrées in-situ. Une isoplèthe de la fibre de chanvre est ainsi construite. Les conditions du comble ne présentent pas de risque de développement fongique.

Mots-clefs fibres de chanvre, propriétés hygrothermiques, développement fongique, mesures in situ, isoplèthe

I. INTRODUCTION

2024 a été l'année la plus chaude jamais enregistrée (WMO, 2025) et d'après le GIEC il est incontestable que 100 % du réchauffement climatique est dû aux activités humaines (IPCC, 2023). Pour limiter ce réchauffement, il est indispensable de réduire les émissions de gaz à effet de serre. La décarbonation du secteur du bâtiment est une opportunité sans pareil. En effet, il est le 3ème poste d'émissions nationales (ADEME, 2024). Pour le neuf, les émissions se répartissent avec en moyenne 60 % lors de la phase de construction et 40 % lors de l'exploitation (BBCA, 2024). L'exploitation des bâtiments représente 47 % des consommations énergétiques françaises (ADEME, 2024). Face à ce bilan, l'isolation biosourcée permet de répondre doublement aux enjeux climatiques : réduction de la consommation énergétique des bâtiments et décarbonation des matériaux utilisés.

Le chanvre est une ressource végétale poussant sur nos territoires et renouvelable annuellement. En plus de séquestrer du CO_2, le chanvre présente des avantages agricoles dans la rotation des cultures, réduisant ainsi l'usage des engrais et des pesticides. Sa valorisation contribue au développement des territoires et favorise le développement d'activités en circuits courts. Dans le bâtiment la partie fibreuse peut être utilisée en isolant.

A l'échelle de bâtiments, plusieurs études ont été menées sur l'isolation biosourcée. Dans le cas de toiture, (Nelson, 2020; Montrose, 2021) ont instrumenté une isolation en feuilles de bananier et de cocotier, (Antczak et al., 2018) l'isolation de comble perdu avec des anas de lin. Grâce à des sondes de température (T) et humidité relative (HR) l'inertie hygrothermique a été quantifiée. Dans les travaux de (CTICM-ABL, 2022; Hoxha et al., 2022), l'instrumentation est complétée de fluxmètres afin d'évaluer la résistance thermique de panneaux isolants biosourcés selon différentes sollicitations. Nous n'avons pas trouvé d'étude portant sur l'isolation en fibres de chanvre en vrac. L'isolation en béton de chanvre a suscité plus de travaux, tels que (Boumediene, 2022) et (Malagoni de Almeida, 2022) qui ont instrumenté des rénovations de murs en béton de chanvre.

Dans ce contexte, est né le projet ADEME *INNOFIB*, porté par l'entreprise CAVAC Biomatériaux et le laboratoire GCGM de l'Université de Rennes. Le projet a pour but d'améliorer les performances des isolants à base de chanvre, d'un point de vue technique, énergétique, environnemental, sanitaire et économique. Cet article présente les travaux menés à l'échelle bâtiment sur le démonstrateur, l'instrumentation, l'analyse des données sur la période chaude, ainsi que la simulation sur WUFI® de la période froide. L'objectif est d'évaluer les performances hygrothermiques de l'isolant développé et d'évaluer le risque de développement fongique.

II. MATERIAUX ET IMPLANTATION

Les fibres de chanvre sont produites en Vendée par la coopérative agricole CAVAC, la variété est « *Futura 75* ». Les fibres sont obtenues par broyage de la paille de chanvre à travers plusieurs procédés d'affinage mécanique à sec. Pour le démonstrateur, un mélange de fibres de chanvre affinées et de fibres de coton recyclées est utilisé, appelé isolant **INNOFIB**. La composition exacte est confidentielle. La masse volumique apparente est de 17,2 kg/m^3. La conductivité thermique sèche (CT), mesurée par la méthode flux métrique (AFNOR, 2001) est de 51,2 mW.m^{-1}.K^{-1}. L'étude du risque de développement fongique est réalisée sur des fibres courtes de chanvre.

Le démonstrateur est situé en Vendée, il s'agit d'une maison, habitée, de plain-pied. La paroi étudiée correspond au plancher haut sur comble perdu. Avant la rénovation, celui-ci est isolé avec des fibres de verre en vrac sur des plaques de plâtre (FIGURE 1 a-b). Conformément aux règles de l'art de la construction française (CSTB, 2020), il n'y a pas de pare-vapeur. Les tuiles sont posées directement sur la charpente métallique. Le vent, au fil des années, a déplacé l'isolation vrac dans le comble, ainsi l'épaisseur de l'isolant n'est pas homogène sur toute la surface. Une pompe à chaleur couplée à un poêle à bois assure la régulation chaud/froid de l'ambiance intérieure.

FIGURE 1 : (a) phase avant, (b) sans l'isolant d'origine, (c) phase après, (d) positions des capteurs

Le bâtiment est instrumenté de mai 2022 à octobre 2023, soit 18 mois. De mai à octobre 2022 le comble est isolé avec la fibre de verre d'origine. Ceci constitue la phase **avant**. En octobre 2022, la laine de verre est retirée et l'isolant INNOFIB est soufflé avec une cardeuse *ISOBLOW Mini Plus*. D'octobre 2022 à octobre 2023 le démonstrateur est instrumenté avec la solution INNOFIB en place (phase **après)**. L'acquisition des données de T et HR se fait au moyen de sondes *Sensirion SHT35*. Le flux de chaleur est mesuré avec un fluxmètre *Standard CAPTEC*. Le pas de temps de mesure est de 3 minutes. Les sondes de T et HR sont positionnées à différentes épaisseurs dans l'isolant et aux interfaces, le fluxmètre est positionné à l'interface plaque de plâtre - isolant (FIGURE 1 d). Des sondes d'ambiances extérieures, intérieures et dans le comble complètent l'instrumentation.

L'inertie de la paroi est caractérisée par le **déphasage** et le **facteur d'amortissement**. Ici, l'ambiance intérieure étant régulée, le déphasage et l'amortissement sont calculés entre l'ambiance du comble et l'interface plaque de plâtre – isolant (FIGURE 2). Les données sont également analysées à l'aide de **profils** tracés à différents instants. Cette représentation permet notamment de visualiser les pics d'adsorption et désorption au cœur de l'isolant.

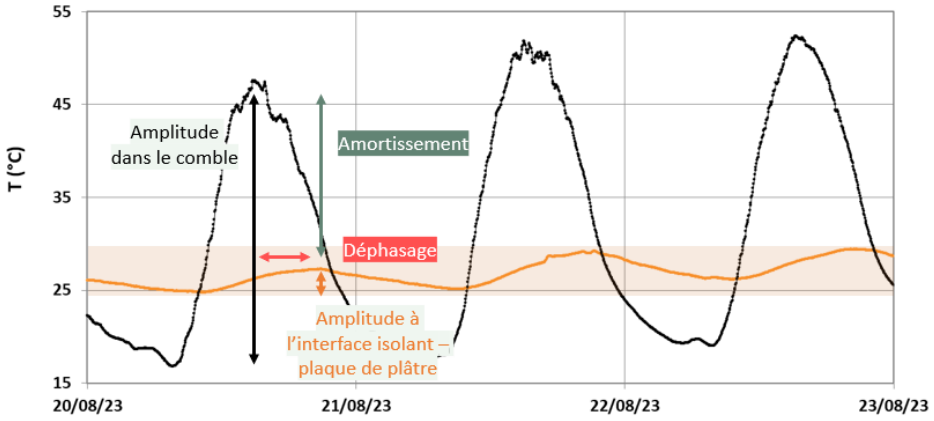


FIGURE 2 : calcul du déphasage et du facteur d'amortissement

A partir des données de T et HR, la **pression de vapeur** (Pv) est calculée en (Pa) selon l'équation :

$$Pv = HR \,.\, \exp\left(18{,}986 - \frac{4052}{235{,}86 + T}\right) \quad (11$$

La **résistance thermique** totale (R_{tot}) in situ est calculée selon la norme ISO 9869. Avec ΔT qui est calculé entre l'ambiance du comble et l'ambiance intérieure, Φ le flux de chaleur ($W.m^{-2}$), t est l'intervalle de calcul (3 minutes) et la période totale est de 1 mois.

$$R_{tot} = \frac{\sum \Delta T^t}{\sum \Phi^t} \quad (2)$$

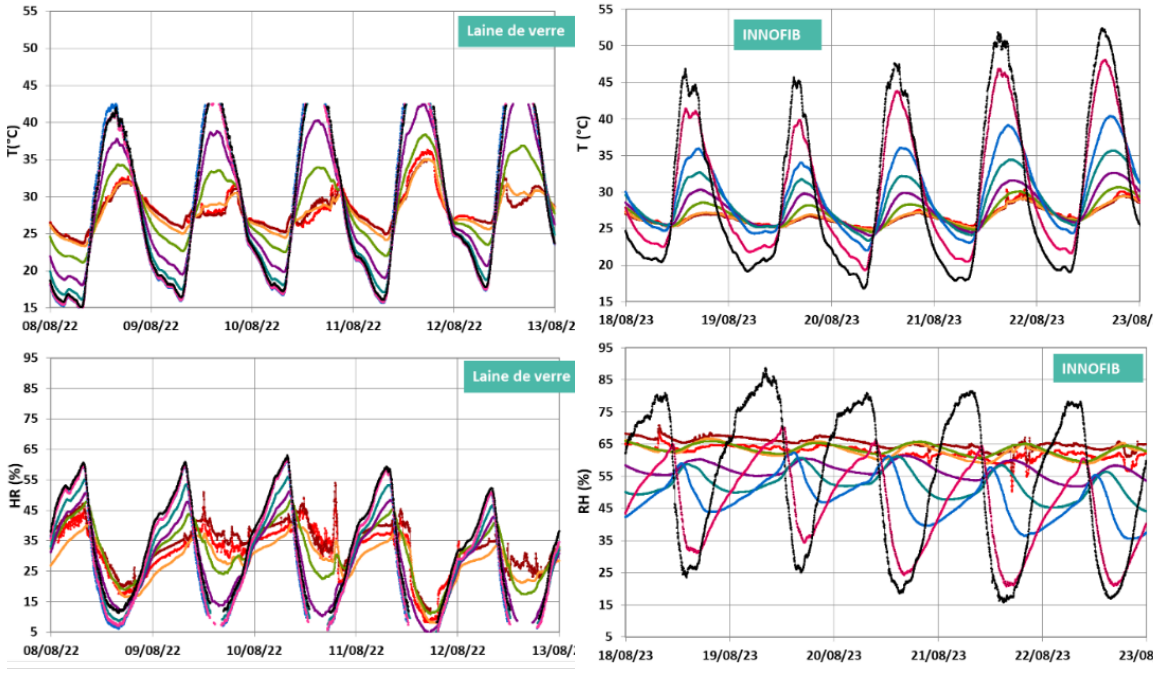
Les périodes de flux montant et descendant sont traitées séparément, les périodes d'inversion de flux sont écartées. Afin de remonter à la **CT de l'isolant**, R_{tot} est aussi calculé à partir de la somme des résistances thermiques de chaque composant de la paroi. Où, e_i est l'épaisseur du matériau i (m) et λ_i sa CT ($W.m^{-1}.K^{-1}$). R_{si} et R_{se} sont les résistances de surface de part et d'autre de la paroi.

Dans le cas d'un flux ascendant, R_{si}= R_{se}= 0,10 W.m^{-2}.K^{-1}. Dans le cas d'un flux descendant, R_{si}= R_{se}= 0,17 W.m^{-2}.K^{-1} (CSTB, 2012). Selon les données fabricants, l'épaisseur d'une plaque de plâtre est de 0,0125 m et sa CT est de 0,3 W.m^{-1}.K^{-1}.

$$R_{tot} = R_{si} + R_h + R_{se} \; ; \quad R_h = \Sigma \frac{e_i}{\lambda_i} \qquad (3)$$

III. MESURES IN-SITU

Présentant des conditions météorologiques de T similaire, les canicules d'août 2022 et 2023 ont été sélectionnées pour la comparaison avant / après (FIGURE 3). Un problème sur les sondes fait que les signaux sont écrêtés au-delà de 42,5°C en août 2022, pénalisant l'analyse. Vis-à-vis de l'inertie thermique, la plus grosse différence avant/après porte sur l'amortissement. Pour une T de combles similaires, la T maximum sous l'isolant est de 35°C en 2022 et 29,4°C en 2023. L'amplitude sous l'isolant est de 7,4°C en 2022 et 2,7°C en 2023, conduisant à un amortissement de 0,09 en 2023. L'isolation après rénovation transmet nettement moins la chaleur. Sur le plan hygrique, il y a une plus forte amplitude dans le comble en 2023 qu'en 2022. Pourtant, avec l'isolation INNOFIB, l'HR reste stable sur une large profondeur alors qu'avec la laine de verre, l'HR fluctue sur toute l'épaisseur de l'isolant et suit l'HR du comble (FIGURE 3). Cette différence s'explique par des mécanismes d'adsorption / désorption, visibles sur l'évolution de la Pv. Dans la phase avant, les pics de Pv sont peu marqués. En revanche, dans la phase après, les pics de Pv inférieurs et supérieurs sont bien marqués et au-delà des valeurs des conditions ambiantes intérieures et extérieures. Les phénomènes de sorption / désorption sont associés à des échanges de chaleur latente, la propagation du flux de chaleur s'estompe du fait des consommations / libérations de chaleur. Cette inertie hygrothermique améliore le confort.



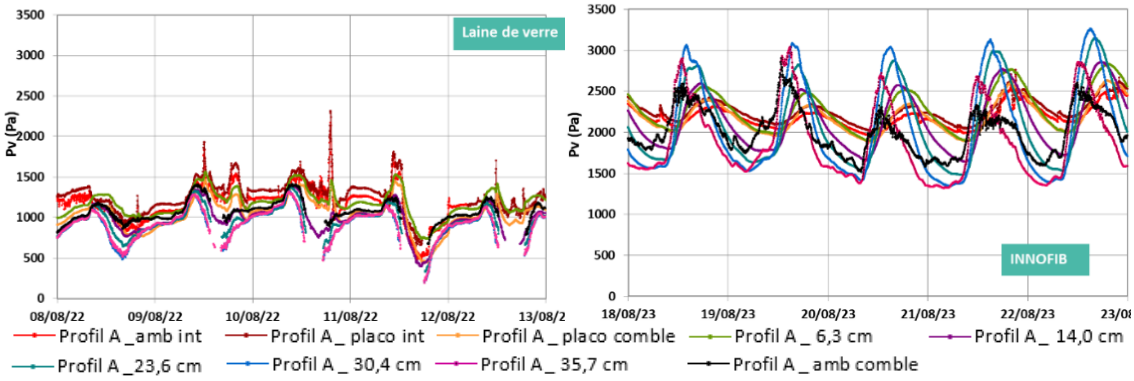
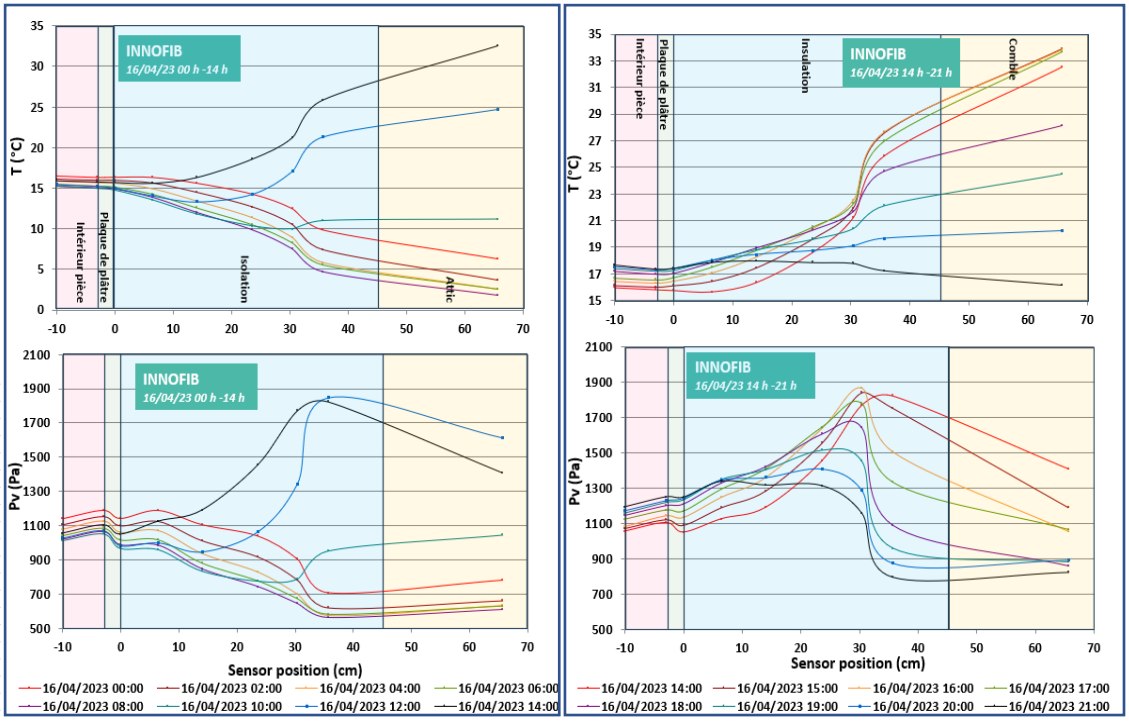


FIGURE 3 : T, HR et Pv du salon durant la canicule d'août 2022 et 2023

Pour illustrer l'influence de ces mécanismes sur le flux de chaleur, une période de mi saison sans chauffage, ni climatisation et avec mesure du flux de chaleur est présentée FIGURE 4. En effet, le flux de chaleur maximal n'est pas synchronisé avec le ΔT maximal, sous l'effet combiné de la diffusion de chaleur et des phénomènes de sorption / désorption. Sur le profil, l'augmentation de la T du comble induit un saut de Pv visible autour de 35 cm à partir de la courbe de 10 h. La Pv à 35 cm devient alors plus élevée que dans le comble, traduisant de la désorption dans l'isolant. Cela coïncide avec le flux de chaleur maximum qui est atteint à 9 h 44 et reste constant jusqu'à 11 h 02 puis décroit alors que le ΔT est maximal à 15 h 51. **Le flux de chaleur a cessé d'augmenter quand la désorption a commencé alors que le** ΔT **continuait d'augmenter.** La CT apparente pourrait alors être réduite grâce aux phénomènes hygriques. Le phénomène de désorption consomme localement de la chaleur et réduit ainsi la transmission du flux de chaleur venant de l'extérieur. A l'inverse, l'adsorption d'eau, libère de la chaleur, réduisant le flux de chaleur partant de l'intérieur.



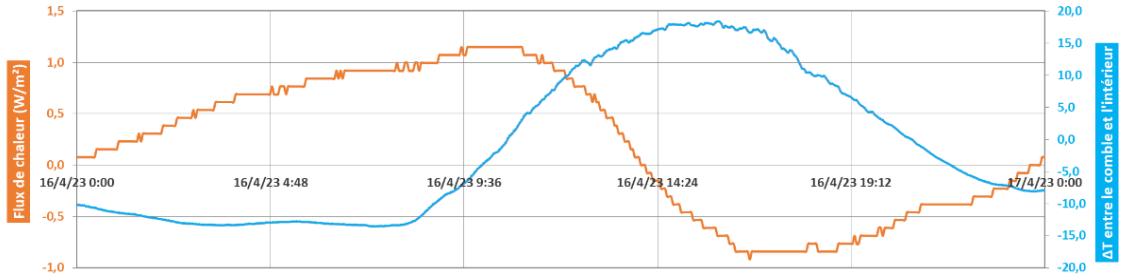


FIGURE 4 profils de T et Pv pour la journée du 16 avril 2023 et évolution du flux de chaleur et ΔT

Avant la rénovation, l'épaisseur d'isolant est inégale sur le plancher (de 13 à 30 cm). La mesure du flux de chaleur est réalisée au droit d'une couche de 30 cm d'isolation avant la rénovation et 47 cm après. L'amélioration apportée par la rénovation est quantifiée par l'augmentation de la résistance thermique (R). Pour un flux de chaleur ascendant (de la maison au comble) un facteur 2 est constaté : avant rénovation R est de 5,0 ± 0,3 $m^2.K.W^{-1}$, après R est de 10,5 ± 0,5 $m^2.K.W^{-1}$. Pour un flux de chaleur descendant, avant rénovation la R est de 3,9 ± 0,2 $m^2.K.W^{-1}$, en raison d'une panne du fluxmètre, il n'y a pas de valeur de flux thermique descendant après rénovation.

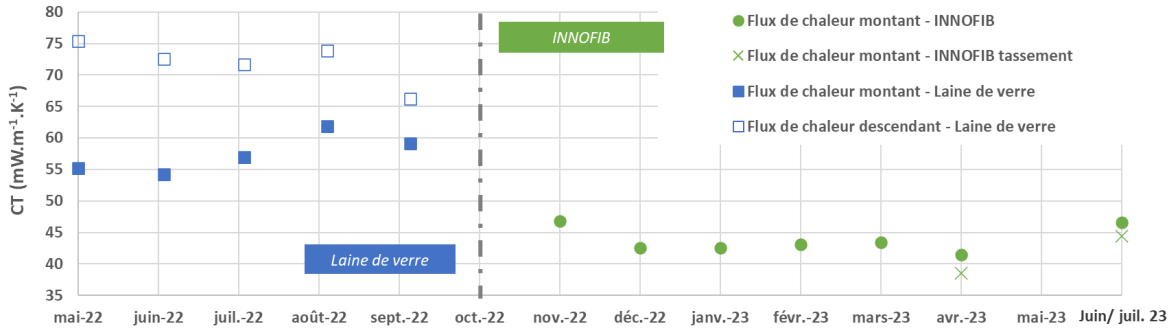


FIGURE 5 : moyenne mensuelle de la CT avant et après rénovation

Bien que les valeurs de CT ne soient pas évaluées lors des mêmes saisons, pour prendre en compte les différences d'épaisseur, la CT est calculée FIGURE 5. Avant rénovation, les CT obtenues sont de 57,5 ± 3,1 $mW.m^{-1}.K^{-1}$ pour un flux de chaleur ascendant et 71,9 ± 3,5 $mW.m^{-1}.K^{-1}$ pour un flux de chaleur descendant. Après rénovation, pour un flux de chaleur ascendant la CT est de 43,8 ± 2,1 $mW.m^{-1}.K^{-1}$. Le tassement de l'isolant INNOFIB est pris en compte à partir d'avril 2023, quand la teneur en eau de l'isolant a réduit, avec le changement de saison. Il conduit à une CT plus faible, ce qui est en accord avec l'influence de la masse volumique sur la CT dans cette plage. Comme le montre la constance de la CT in situ au fil des mois FIGURE 5, les capacités de sorption/désorption de l'isolant biosourcé, observées précédemment, sont avantageuses tant vis-à-vis du confort d'été que du confort d'hiver.

IV. SIMULATION WUFI®

Afin de compléter les données expérimentales, le plafond isolé avant / après rénovation a été simulé sur le logiciel WUFI® Pro 6.8. Pour l'avant rénovation, la laine de verre *ISOVER INTEGRA* de la bibliothèque matériaux est utilisée, son épaisseur est ajustée afin que la réponse numérique

reproduise la réponse expérimentale aux différents points de mesure. Pour la paroi rénovée, l'isolant INNOFIB est créé. Ses paramètres sont définis à partir des données expérimentales mesurées à l'échelle laboratoire. Les paramètres hygriques sont identifiés à partir de la méthode inverse développée au LGCGM (Khaled, 2023), basée sur un essai MBV. Une fois la réponse numérique validée en simulant des périodes de mesures in situ, la simulation permet d'étendre l'étude pour les 2 configurations sur une année type, avec le climat de Bordeaux pour le côté comble et celui de la norme EN 15026 pour le côté intérieur. Les résultats (cf. FIGURE 6) mettent en avant les phénomènes notés expérimentalement : l'isolant INNOFIB conduit un meilleur amortissement T et HR que la laine de verre. Le bilan énergétique calculé entre le 1er octobre et le 30 avril de l'année type indique des déperditions surfaciques de 9,5 kWh/m² avant et 6,3 kWh/m² après. Soit une diminution de 33,6 % des déperditions. A noter que la comparaison avant / après a été réalisée dans le cas le plus favorable pour la phase avant, en effet les comparaisons sont faites avec la partie du plafond la plus isolée (30 cm vs 20 cm au-dessus de la chambre et 13 cm au-dessus de la cuisine). Ainsi la réduction des déperditions thermiques est grandement sous-estimée. En termes de puissance de chauffe, la phase avant a un flux sortant moyen de 1,9 ± 0,6 W/m², avec un maximum à 3,6 W/m² et la phase après 1,2 ± 0,4 W/m², avec un maximum à 2,5 W/m². Dans ce cas où la T intérieure est régulée, la puissance de chauffage est ainsi plus faible de 36 % après rénovation. De plus, l'augmentation de la R conduit à une augmentation de la T de surface intérieure du plafond, permettant un même niveau de confort ressenti avec une T ambiante plus faible, et donc une diminution des consommations d'énergie.

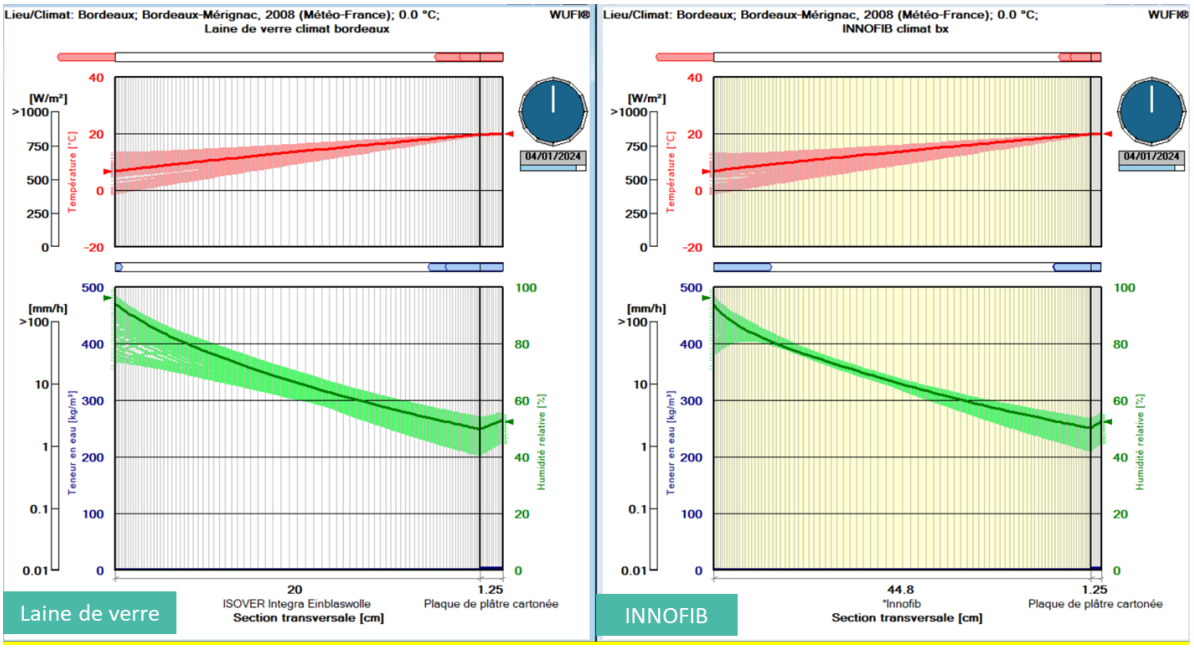


FIGURE 6 : variogrammes Wufi® dans les configurations avant (à gauche) et après rénovation (à droite), avec les courbes claires pour la plage explorée sur la période du 1 au 4 janvier, les courbes intenses pour les valeurs instantanées du 4 janvier à 12 h 00

V. DURABILITE

Le tassement in situ de l'isolant INNOFIB mesuré après 1 an est de 4,6 %. A 2 ans et 3 mois, il est de 14,3 %. Il est noté que, contrairement à la laine de verre, les fibres n'ont visuellement pas bougé sous l'action du vent dans le comble. Il n'y a pas d'irrégularité visible en surface. La longueur des fibres permet probablement un emmêlement du réseau fibreux qui empêche la partie du dessus d'être déplacée. Cet effet d'emmêlement a pu être observé lors du retrait de l'instrumentation.

Pour évaluer si les conditions d'usage de ce comble, sans pare vapeur, conduisent à un risque de développement fongique, l'isoplèthe de la fibre de chanvre a été construite (Deborde et al., 2024). Le démonstrateur a fourni les conditions atteintes dans les combles et dans l'isolant au cours des 4 saisons. Les variations de T et d'HR suivent des cycles distincts, la T fluctue plus rapidement. Ainsi, les valeurs moyennes hebdomadaires de T et d'HR, indiquent les conditions extrêmes rencontrées in-situ. Le risque fongique est étudié en évaluant la croissance fongique sur des fibres de chanvre inoculées par un mélange de spores (*Aspergillus Niger* et *Penicillium*) et exposées à ces conditions extrêmes (Deborde et al., 2024). Les HR minimales en fonction de la T pour déclencher un développement fongique sont ainsi déterminées. La FIGURE 7 montre que pour avoir un développement fongique sur des fibres de chanvre **à 10°C,** l'HR minimum est entre 93,0 et 96,4 %. A 96,4 % une durée de 20 à 35 j est nécessaire. A **18°C**, l'HR minimale est entre 81,1 et 89,0 % pour une durée de 20 à 35 j et entre 89,0 et 94,8 % pour une durée de 7 à 20 j. A **20°C**, l'HR minimale est entre 83,2 et 94,5 % pour une durée de 7 à 20 j. **A 23°C**, l'HR minimale est entre 85,6 et 90,4 % pour une durée de 7 à 20 j. Comme le montrent les données in-situ (FIGURE 7-b), les conditions rencontrées ne conduisent pas à un risque de développement fongique.

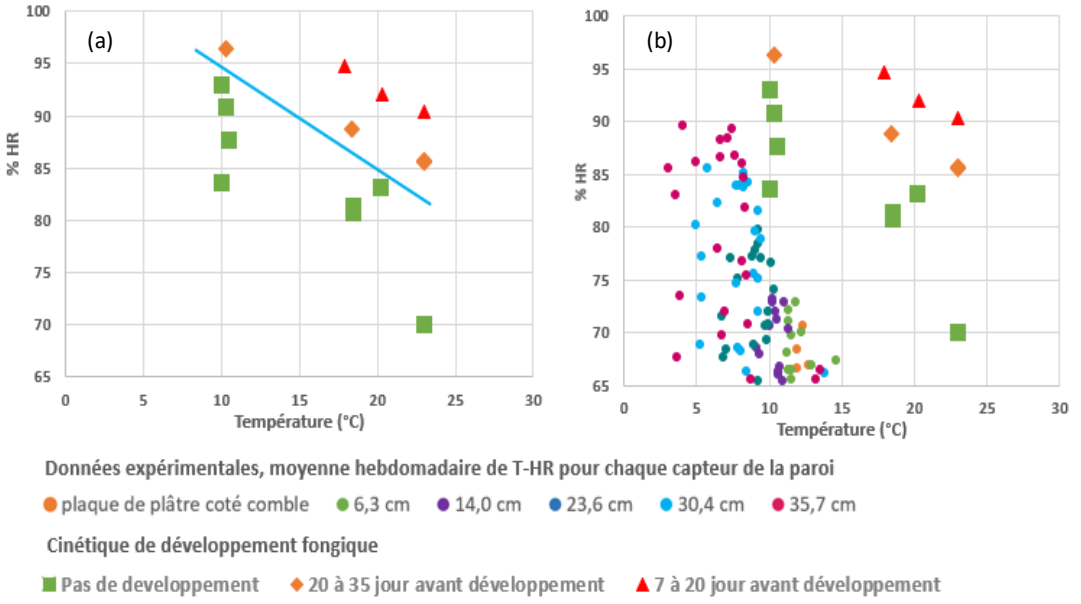


FIGURE 7 : (a) isoplèthe des fibres de chanvre, (b) superposition de l'isoplèthe avec les données in situ

CONCLUSIONS

Malgré quelques dysfonctionnements, l'instrumentation implantée sur le démonstrateur a généré suffisamment de données pour étudier les performances en période chaude avant et après

rénovation. Le couplage de T et HR a montré l'amélioration du confort d'été avec le changement de l'isolation. L'avantage le plus significatif repose sur l'amélioration de l'amortissement par un facteur 3. L'un des principaux points forts de la solution d'isolation développée est son comportement hygrothermique exceptionnel. L'instrumentation en place permet d'observer l'impact de l'adsorption et la désorption sur le flux de chaleur. L'évaluation in situ de la CT du matériau conduit à des valeurs de CT apparente inférieures à celles obtenues en laboratoire. Ces résultats confirment la valeur ajoutée du couplage hygrothermique au sein du matériau biosourcé sur la conductivité thermique. Les phénomènes d'adsorption et de désorption de l'eau sont clairement mis en évidence par l'analyse des évolutions de Pv. Les chaleurs latentes associées interagissent avec le transfert thermique, ce qui permet de lisser les signaux apportant ainsi à la fois une inertie hygrique et une inertie thermique. Ceci est également confirmé par un meilleur confort ressenti par les occupants de la maison. La simulation du comportement hygrothermique du plafond, réalisée avec le logiciel WUFI®, a été validée sur les données expérimentales. En hiver, la simulation pour une année type avec le climat de Bordeaux indique que les flux et les déperditions thermiques, par le plafond, sont réduits de 36 et 30 % avec le changement d'isolation. Le démonstrateur a permis d'identifier les conditions de T et HR atteintes dans les combles et dans la couche d'isolation. Ces valeurs ont été reproduites en laboratoire pour vérifier que la croissance des moisissures n'est pas initiée dans de telles conditions. L'isoplèthe de fibres de chanvre non traitées est ainsi construite pour des plages de 10 à 23°C et de 70 à 98 %HR. La comparaison entre l'isoplèthe de la fibre de chanvre non traitée et les données du démonstrateur indique que les conditions de développement fongique ne sont pas réunies dans l'épaisseur de l'isolant, ni à l'interface entre la plaque de plâtre et l'isolant pour les espèces étudiées.

Pour aller plus loin, il serait intéressant d'étendre la numérisation et l'évaluation du risque fongique à d'autres climats.

REFERENCES

ADEME, 2024. Décarboner le chauffage : quelle place pour les pompes à chaleur? Agence Transit. Écologique. URL https://www.ademe.fr/presse/communique-national/decarboner-le-chauffage-quelle-place-pour-les-pompes-a-chaleur-lademe-publie-un-avis-dexpert/ (accessed 1.25.25).

AFNOR, 2001. NF EN 12667 : Performance thermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination de la résistance thermique par la méthode de la plaque chaude gardée et la méthode fluxmétrique - Produits de haute et moyenne résistance thermique.

Antczak, E., Mounir, A., Brachelet, F., Brue, F., Defer, D., 2018. Etude du comportement hygrothermique d'anas de lin utilisés comme isolant en vrac de combles perdus. Bordeaux, France.

BBCA, 2024. Référentiel de labélisation des bâtiment neufs (No. V3.2). Association BBCA.

Boumediene, N., 2022. Comportement hygrothermique de matériaux biosourcés à l'échelle de la paroi en ambiance contrôlée et in-situ (phdthesis). Université de Rennes ; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie).

CSTB, 2020. CPT 3815 : Guide sur les dispositions et règles de calcul relatives aux systèmes d'étanchéité à la vapeur d'eau pour les combles.

CSTB, 2012. Règles Th-U Fascicule 2 : Matériaux.

CTICM-ABL, 2022. Couverture acier avec isolants biosourcés - Rapport de synthèse - Pro'Réno.

Deborde, L., Andres, Y., Lanos, C., Collet, F., 2024. Assessment of fungal development risk on bio-based thermal insulation. Ind. Crops Prod. 222, 119889. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2024.119889

Hoxha, D., Ismail, B., Rotaru, A., Izabel, D., Renaux, T., 2022. Assessment of the Usability of Some Bio-Based Insulation Materials in Double-Skin Steel Envelopes. Sustainability 14. https://doi.org/10.3390/su141710797

IPCC, 2023. Climate Change 2023: Synthesis Report. Contribution of Working Groups I, II and III to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change 184. https://doi.org/10.59327/IPCC/AR6-9789291691647

Khaled, S., 2023. Contribution au développement d'une méthode inverse pour la caractérisation hygrique des matériaux de construction (thesis). Université de Rennes (2023-....).

Malagoni de Almeida, M., 2022. Etude de la rénovation hygrothermique de parois anciennes utilisant des matériaux biosourcés (Theses). INSA de Toulouse.

Montrose, G., 2021. Study of the Thermal Performance of Bio-Sourced Materials Used as Thermal Insulation in Buildings under Humid Tropical Climate.

Nelson, A.P., 2020. Etude de matériaux biosourcés pour l'isolation thermique des bâtiments en climat tropical humide. Université des Antilles, Antilles.

WMO, 2025. L'OMM confirme que 2024 est l'année la plus chaude jamais enregistrée [WWW Document]. Organ. Météorologique Mond. URL https://wmo.int/fr/media/news/lomm-confirme-que-2024-est-lannee-la-plus-chaude-jamais-enregistree-avec-une-temperature-superieure (accessed 1.25.25).

Mécanisme microscopique du fluage des nanostructures du silicate de calcium hydraté (C-S-H) sous contrainte de cisaillement : étude par la méthode de la dynamique moléculaire.

Ouail REGUIEG [1]

[1] *LMDC (Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions), Université de Toulouse, UPS, INSA*

RESUME Cette étude examine le mécanisme microscopique du fluage des nanostructures du gel de silicate de calcium hydraté (C-S-H), la principale phase de liaison du ciment, à l'aide de simulations de dynamique moléculaire. Une technique de perturbation des contraintes a été utilisée pour accélérer la déformation sous différentes conditions de chargement. Nos résultats montrent que la déformation par cisaillement est la plus prononcée et résulte principalement du glissement des couches de silicate de calcium. L'analyse structurelle met en évidence un processus de relaxation en trois étapes : la réorganisation des chaînes de silicate, le renforcement des liaisons ioniques au sein des couches de silicate de calcium et la stabilisation de l'interface entre les couches. Cette relaxation progressive renforce la résistance des couches au glissement, traduisant ainsi un phénomène de durcissement.

Mots-clefs fluage, ciment, silicate de calcium hydraté (C-S-H), dynamique moléculaire

I. INTRODUCTION

Le fluage constitue un problème majeur affectant la performance et la durabilité des structures en béton (Aili et al., 2020; Bažant, 2001). Au cours des dernières décennies, des recherches approfondies ont été menées pour comprendre le mécanisme du fluage dans les matériaux à base de ciment. Il a longtemps été suggéré que la déformation par fluage est liée au principal composant du ciment hydraté, à savoir le gel de silicate de calcium hydraté (C-S-H), qui joue un rôle fondamental en tant que phase liant dans le ciment (Ye, 2015). Des études ont démontré que le gel de C-S-H présente une déformation logarithmique au fil du temps (Vandamme and Ulm, 2009). Le mécanisme de fluage dans le gel de C-S-H a été attribué à une réorganisation des nanoparticules de C-S-H en une configuration plus dense, comme le montre l'augmentation de la densité (Haist et al., 2021). Cependant, le mécanisme microscopique sous-jacent à cette réorganisation, ainsi que sa relation avec la nanostructure du C-S-H, demeure un sujet de débat actif.

Plusieurs théories ont été proposées pour expliquer le mécanisme de fluage du gel de C-S-H (Ye, 2015). Une hypothèse relie la réorganisation au glissement des nanostructures de C-S-H, facilité par la présence de molécules d'eau entre les feuillets de silicate de calcium (Ruetz et al., 1968, Alizadeh et al., 2010). Une autre théorie attribue le fluage à la génération de pressions de disjonction dans les

régions interfeuilles du C-S-H, ce qui induit un mouvement (Bažant, 1972). Une troisième théorie suggère que le fluage résulte d'un processus de "vieillissement", où l'évolution chimique continue du gel de C-S-H, accélérée par les contraintes appliquées, conduit à une déformation progressive au fil du temps (Feldman, 1972). Malgré ces mécanismes proposés, toutes ces théories se heurtent à des défis majeurs, principalement en raison de l'absence de validations expérimentales directes. Cette difficulté provient de la complexité intrinsèque du gel de C-S-H, qui présente une structure amorphe rendant sa caractérisation expérimentale difficile (Bordallo et al., 2006; Zhang et al., 2004). De plus, les longues échelles de temps nécessaires pour observer les phénomènes de fluage constituent un obstacle supplémentaire à la compréhension de ses origines microscopiques.

Avec l'augmentation de la puissance de calcul, les simulations atomistiques, en particulier la dynamique moléculaire (MD), sont devenues un outil puissant pour étudier les matériaux à l'échelle microscopique. Depuis la publication du premier modèle réaliste de C-S-H capturant avec succès les propriétés essentielles de sa nanostructure (Pellenq et al., 2009), de nombreuses études ont été menées pour prédire avec succès les propriétés structurelles, mécaniques et thermiques du C-S-H (Kunhi Mohamed et al., 2023; Laanaiya et al., 2019). Cependant, l'étude du comportement de fluage reste un défi majeur. Cette difficulté réside dans la limitation des simulations MD à des échelles de temps de quelques centaines de nanosecondes, alors que les phénomènes les plus intéressants, tels que le fluage, se produisent sur des échelles beaucoup plus longues (Nagaoka, 2024). D'un point de vue probabiliste, dans une simulation de dynamique moléculaire, le système a tendance à explorer uniquement son minimum local d'énergie et rencontre des difficultés à surmonter les barrières énergétiques en l'absence de fluctuations thermiques suffisantes (Peters, 2017). Comme le fluage implique le franchissement progressif de ces barrières énergétiques, des techniques avancées sont nécessaires pour étendre la portée des simulations à des échelles de temps pertinentes. Plusieurs techniques avancées, telles que la métadynamique et l'hyperdynamique, ont été développées pour résoudre ce problème (Hénin et al., 2022). Cependant, leur application au C-S-H est particulièrement complexe en raison de la difficulté de choisir des variables collectives adaptées et de la rugosité du paysage énergétique causée par la présence de molécules d'eau.

Récemment, une méthode innovante a été proposée pour surmonter ces limitations. Cette approche consiste à appliquer de petites perturbations cycliques de contrainte autour d'une contrainte constante, ce qui modifie le paysage énergétique et abaisse efficacement les barrières énergétiques (Lacks and Osborne, 2004). En réalisant ensuite une minimisation de l'enthalpie, le système est poussé au-delà de ces barrières, accélérant ainsi artificiellement le comportement de fluage. Bien que cette technique ait été initialement développée pour les matériaux vitreux, elle s'est avérée efficace pour le C-S-H en raison de sa nature quasi-vitreuse. Cette méthode a été appliquée avec succès pour simuler le comportement de fluage du C-S-H, et il a été observé que le système présentait un comportement de relaxation (Morshedifard et al., 2018). Cependant, les mécanismes microscopiques et les origines de l'évolution structurelle au cours du fluage n'ont pas encore été pleinement révélés, car la réactivité chimique du système n'a pas été prise en compte.

Dans cette étude, la déformation par fluage de la nanostructure du C-S-H dans le gel de C-S-H, a été étudiée en utilisant des simulations de dynamique moléculaire réactive combinées à la technique de perturbation de contrainte. L'objectif est de mieux comprendre les mécanismes

microscopiques locaux de ces nanostructures, y compris l'évolution structurelle et l'origine du comportement de relaxation dans le C-S-H au cours de ce processus.

II. METHODE ET DETAILS DE CALCUL

Dans cette étude, le modèle atomique du C-S-H proposé par Morshedifard et al. (Morshedifard et al., 2018), caractérisé par un rapport calcium/silicium (C/S) égal à 1.7, a été utilisé. La configuration atomique de ce modèle est représentée dans la Figure 1. Il se compose d'une structure en couches comprenant deux régions distinctes : une région intra-feuillet, constituée de couches de silicate de calcium, et une région inter-feuillet, composée d'eau, de groupes hydroxyles et d'ions calcium.

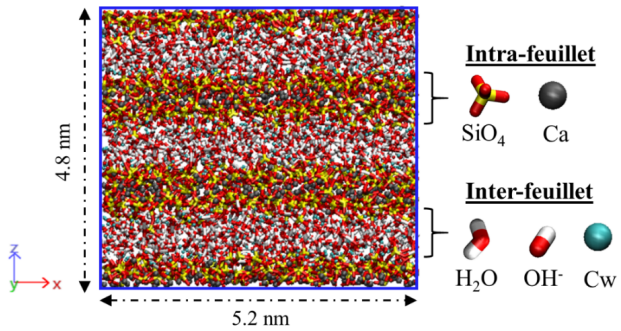


FIGURE 1. Structure atomistique du modèle de C-S-H. Les liaisons Si-O dans les chaînes de silicate sont représentées par des bâtonnets rouges et jaunes. Les molécules d'eau (H_2O) sont illustrées par des sphères rouges et blanches interconnectées, tandis que les groupes hydroxyles (OH^-) sont illustrées par des bâtonnets rouges et blancs. Les ions calcium (Ca^{2+}) sont représentés par des sphères cyan et noires.

La structure atomique a été relaxée pendant 2 ns dans l'ensemble NPT (nombre constant d'atomes, pression constante et température constante) dans des conditions ambiantes (une température de 300 K et une pression atmosphérique de 1 bar). Des conditions périodiques ont été appliquées, avec un pas de temps de 0.25 fs. La densité résultante a été estimée à environ 2.26 g/cm^3, ce qui est en bon accord avec la valeur expérimentale de 2.6 g/cm^3 (Soyer-Uzun et al., 2012).

Pour étudier le comportement de fluage du C-S-H, une méthode de perturbations cycliques de contrainte a été utilisé. Chaque cycle consistait en l'application d'une contrainte (τ), perturbée de manière cyclique par des variations de $\pm\Delta\tau$, suivie d'une minimisation de l'enthalpie du système. Dans le cadre de cette étude, des contraintes de 0.5 GPa ont été imposées avec des incréments de 0.01 GPa sur un total de 15000 cycles. Les contraintes ont été appliquées selon différents cas de chargement : des contraintes de cisaillement dans les plans YZ et XZ, ainsi que des contraintes de compression et de traction le long de l'axe Z. La contrainte appliquée (0.5 GPa) et l'incrément (±0.01 GPa) ont été choisis de manière à rester dans le domaine élastique. Afin de comparer les différents modes de chargement, la contrainte appliquée a été la même.

Toutes les simulations ont été réalisées en utilisant le champ de force réactif (ReaxFF), tel qu'implémenté dans le logiciel de simulation LAMMPS (Thompson et al., 2022). ReaxFF est un champ de force empirique basé sur le concept d'ordre de liaison, permettant de simuler de manière réaliste la formation et la rupture des liaisons chimiques au cours des simulations de dynamique moléculaire (Chenoweth et al., 2008; Senftle et al., 2016). Dans cette étude, une paramétrisation spécifique des interactions Ca-O/H a été employée pour reproduire fidèlement les comportements

structuraux et chimiques du système (Manzano et al., 2012). Le choix de ReaxFF est motivé par la nécessité de trouver un équilibre entre l'objectif de simuler la réactivité du système et les contraintes liées au coût computationnel. Bien qu'une méthode plus précise pour traiter explicitement les réactions chimiques soit la théorie de la fonctionnelle de la densité (DFT), celle-ci est bien plus coûteuse en termes de calcul.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

A. Comportement des C-S-H sous fluage

Le comportement de fluage du C-S-H a été analysé sous l'effet de différentes perturbations de contraintes. L'évolution de la déformation, pour des contraintes de cisaillement dans les plans YZ et XZ, ainsi que pour des contraintes de compression et de traction le long de l'axe Z, est présentée dans la Figure 2. La déformation initiale s'est avérée plus importante sous contrainte de cisaillement que sous contrainte de compression ou de traction, le cisaillement induisant un taux de déformation plus élevé au fil du temps. À l'inverse, les contraintes de compression et de traction ont engendré des taux de déformation plus lents et progressifs. Ce comportement illustre la nature viscoélastique du C-S-H et s'inscrit dans les principes fondamentaux du fluage dans le ciment. La déformation observée sous contrainte de cisaillement était significativement plus marquée que celle sous contrainte de compression ou de traction, le cisaillement favorisant un mécanisme de déformation impliquant le glissement des couches de silicate de calcium, facilité par la mobilité de l'eau intra-feuillet (Kai et al., 2021; Morshedifard et al., 2018; Reguieg et al., 2024). Par ailleurs, une légère anisotropie de la déformation a été constatée entre les plans YZ et XZ. Cette anisotropie est attribuée à la structure amorphe du C-S-H, qui influence son comportement mécanique.

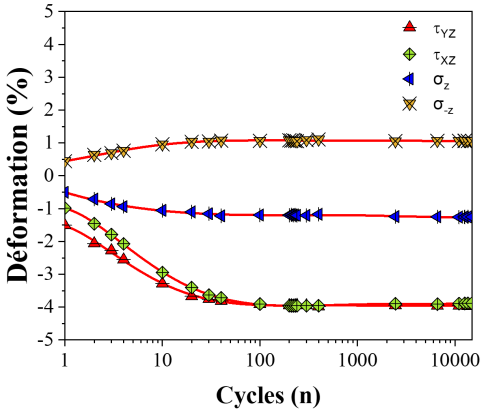


FIGURE 2. Déformations par fluage de la structure C-S-H soumise à des perturbations cycliques sous différentes conditions de chargement.

Ces résultats confirment que la déformation par cisaillement est le mécanisme dominant à l'échelle microscopique dans le ciment. En effet, lorsqu'une contrainte soutenue est appliquée à l'échelle macroscopique, les nanostructures du C-S-H se réorganisent, avec un déplacement par cisaillement prédominant. Par conséquent, la partie suivante se concentrera principalement sur l'analyse de la déformation par fluage en cisaillement.

B. Mécanisme microscopique de la déformation par fluage induite par une contrainte de cisaillement

Pour comprendre le mécanisme de fluage du C-S-H sous cisaillement, les déplacements atomiques des composants intra-feuillet et inter-feuillet ont été analysés sous contrainte de cisaillement dans le plan YZ, comme illustré dans la Figure 3. Au cycle 1, les déplacements sont homogènes et présentent une distribution linéaire le long de l'axe Z pour les deux types de composants. Cependant, au cycle 15000, les déplacements dans les régions inter-feuillet deviennent significativement plus importants que ceux des régions intra-feuillet. Ces observations indiquent que le mécanisme de fluage est principalement lié au glissement des couches de silicate de calcium, facilité par la mobilité des composants inter-feuillet, tandis que les déplacements des composants intra-feuillet restent plus limités. Ces résultats sont en accord avec les théories existantes sur le rôle du glissement dans le fluage du C-S-H (Alizadeh et al., 2010).

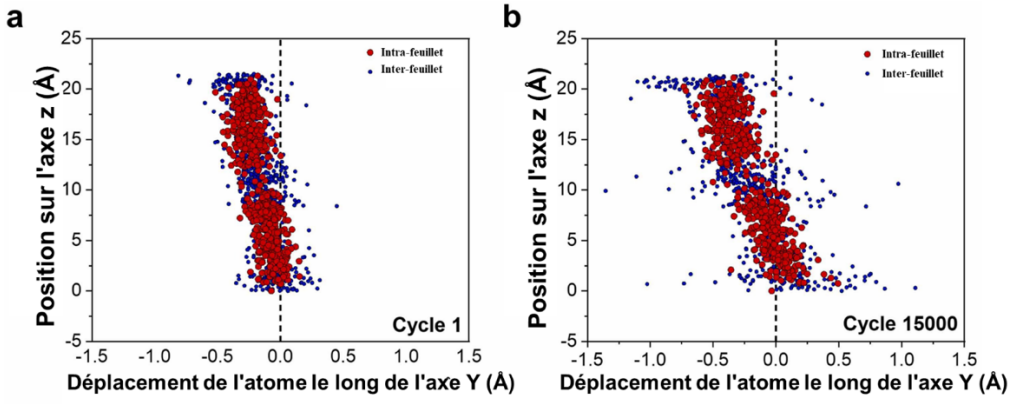


FIGURE 3. Déplacements atomiques dans la direction Y sous l'effet d'une contrainte de cisaillement dans le plan YZ pour (a) la structure déformée du cycle 1, (b) la structure déformée du cycle 15000

C. Évolution structurelle du C-S-H sous déformation par fluage en cisaillement

Pour étudier l'évolution structurelle du C-S-H pendant le fluage, l'évolution de l'énergie potentielle du système ainsi que les contributions de ses différents composants sont présentées dans la Figure 4. L'énergie totale du C-S-H diminue au cours de la déformation par fluage en cisaillement, suggérant que le système se stabilise pendant le fluage. Ce résultat est en accord avec les observations rapportées dans la littérature (Kai et al., 2021; Morshedifard et al., 2018; Reguieg et al., 2024). Trois régions principales, notées A, B et C, ont été identifiées, chacune étant caractérisée par une contribution énergétique dominante. Dans la région A (cycles 1 à 5), une diminution notable de l'énergie non-liée du système est observée. Cette diminution résulte principalement d'une réduction des interactions non-liées au sein des chaînes de silicate (Figure 5). L'examen des changements d'organisation atomique entre le cycle 1 et le cycle 5 révèle que la diminution de l'énergie non-liée est corrélée à la réorganisation spatiale des atomes d'oxygène dans les chaînes de silicate. Les distances interatomiques entre les oxygènes augmentent, en raison d'interactions répulsives, qu'ils appartiennent à une même chaîne ou à des chaînes voisines. Cette réorganisation permet aux chaînes de silicate de minimiser les interactions non-liées, contribuant ainsi à la stabilisation de la structure du C-S-H pendant la déformation.

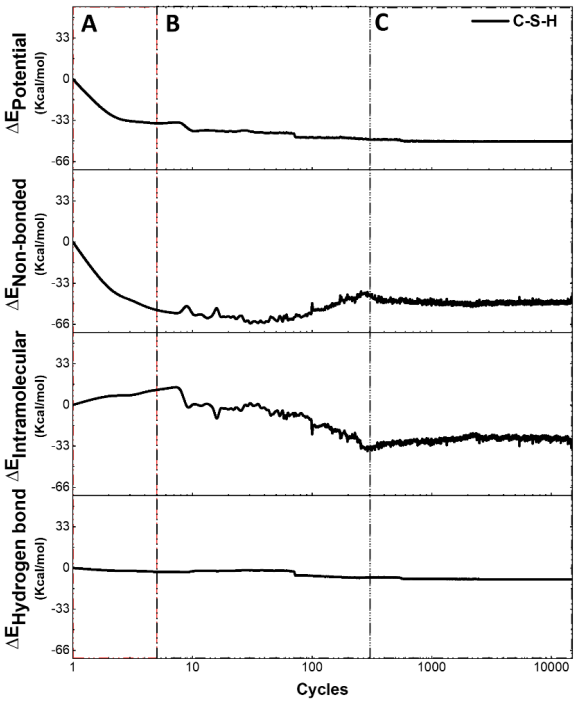


FIGURE 4 **Évolution de l'énergie potentielle et de ses contributions composantes du C-S-H sous contrainte de cisaillement dans le plan YZ.**

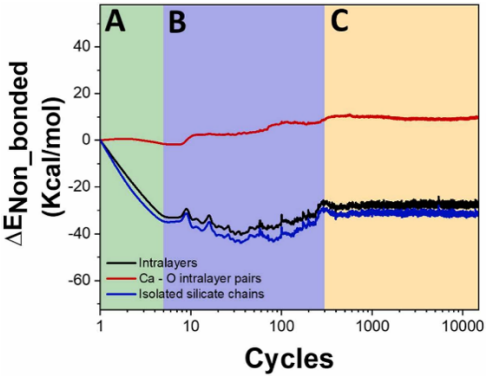


FIGURE 5 **Évolution de l'énergie non liée d'intra-feuillet comparée à l'énergie non liée des chaînes de silicate isolées et des paires d'atomes calcium-oxygène d'intra-feuillet.**

Dans la région B (cycles 5 à 300), la diminution de l'énergie potentielle provient principalement de la réduction de l'énergie intramoléculaire des composants intra-feuillet (Figure 6). Cette stabilisation de l'énergie intramoléculaire est liée à une augmentation de l'ordre de liaison, reflétant un renforcement des liaisons ioniques entre les ions calcium et les oxygènes intra-feuillet. Ce renforcement s'explique par une réorganisation spatiale et une reconfiguration des chaînes de silicate, facilitant la formation de liaisons ioniques plus solides.

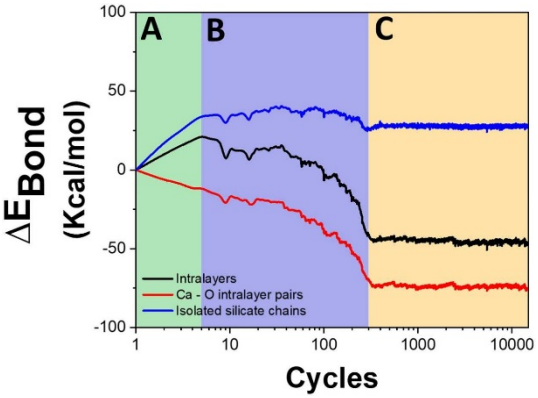


FIGURE 6 Évolution de l'énergie de liaison d'intra-feuillet comparée à l'énergie de liaison des chaînes de silicate isolées et des paires d'atomes calcium-oxygène d'intra-feuillet.

Pendant le processus de fluage, les chaînes de silicate et les ions calcium interagissent de manière coopérative pour atteindre une stabilisation structurelle. Cette interaction collective se poursuit jusqu'à ce que le système atteigne un état stable, ce qui devient évident dans la région C (cycles 300 à 15000). À ce stade, le système adopte une configuration atomique énergétiquement favorable. Dans cette région, la diminution de l'énergie potentielle de l'interface est attribuée à une légère réduction de l'énergie non-liée et des liaisons hydrogène. L'analyse révèle la formation de liaisons hydrogène dans une plage de distances de 2.7 à 3.3 Å, renforçant la stabilité globale de la structure (Figure 7). Ces interactions coopératives entre les composants intra-feuillet et inter-feuillet jouent un rôle clé dans la stabilisation finale du C-S-H.

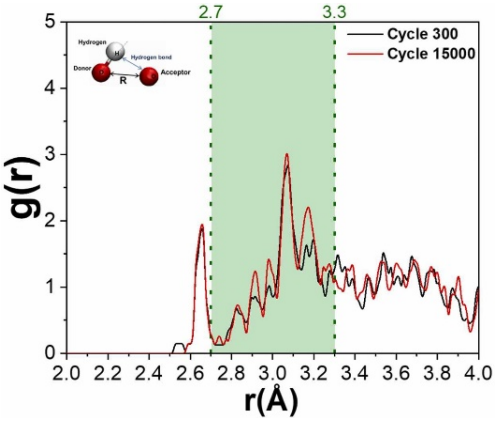


FIGURE 7 Comparaison de la fonction de distribution radiale entre les atomes d'oxygène de l'intra-feuillet et ceux de l'inter-feuillet aux cycles 300 et 15 000.

Les résultats obtenus mettent en évidence la nécessité de prendre en compte la réactivité du système dans l'analyse du comportement du C-S-H vis-à-vis du fluage. Ils montrent que la relaxation provient d'interactions couplées entre les régions inter-feuillets et intra-feuillets, qui évoluent vers des configurations à plus faible énergie via des réorganisations structurales et un renforcement des liaisons ioniques. En revanche, les travaux antérieurs fondés sur des champs de force classiques ont principalement permis de capturer des mécanismes de relaxation localisés au sein des régions inter-feuillets. Morshidfard et al. ont mis en évidence le rôle de ces régions à travers une analyse des volumes de Voronoï associée à une méthode de perturbation des contraintes (Morshedifard et al., 2018). Kai et al., à l'aide de simulations de dynamique moléculaire, ont observé des phénomènes de relaxation aux

interfaces entre les feuillets (Kai et al., 2021). Enfin, Duque-Redondo et al, par le biais de simulations de déformation quasi-statique, ont montré que la relaxation des contraintes se manifeste essentiellement dans les zones inter-feuillets (Duque-Redondo et al., 2022).

D. Effet de la déformation par fluage en cisaillement sur la structure du C-S-H

Pour mieux comprendre l'effet de la relaxation du C-S-H pendant le fluage, les interactions entre les couches de silicate de calcium au cours de ce processus ont été étudiées. Un coefficient noté K, représentant l'opposition des couches à la déformation, a été calculé. La méthode consiste à imposer une vitesse initiale de 0.05 Å/fs aux atomes de l'intra-feuillet supérieur le long de l'axe Y, tout en maintenant fixe la couche inférieure et en autorisant le mouvement libre des atomes de l'inter-feuillet. Le coefficient K est calculé à l'aide de la formule suivante :

$$K = \langle Fy \rangle / Vy \quad (1)$$

Où <Fy> représente la force résultante moyenne sur la couche supérieure de silicate de calcium due à la vitesse initiale, et Vy représente la vitesse initiale.

Les résultats présentés dans la figure 8 montrent une augmentation significative de la valeur du coefficient K entre l'état initial et le premier cycle, suivie d'une augmentation progressive au fil des cycles. Cette évolution traduit une opposition croissante au glissement relatif entre les couches lorsqu'elles sont soumises à une contrainte de cisaillement. Cette opposition est attribuée à un renforcement des interactions non-liées entre les couches et au sein des couches elles-mêmes. La stabilisation progressive des interactions explique la diminution du taux de déformation observée, qui peut être interprétée comme un effet de durcissement. Ce phénomène suggère que le matériau devient plus résistant au glissement au cours du temps, en raison d'une réorganisation structurelle conduisant à un état mécaniquement plus stable

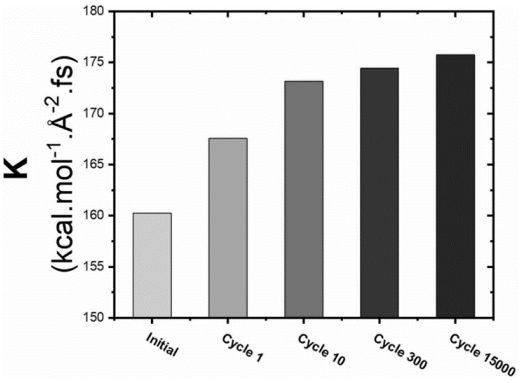


FIGURE 8. Évolution du coefficient K au cours de la déformation initiale et des cycles de chargement.

IV. CONCLUSION

Dans cette étude, l'évolution structurelle du C-S-H pendant la déformation par fluage a été analysée à l'aide de simulations de dynamique moléculaire réactive combinées à la technique de perturbation des contraintes. Une déformation par fluage a été observée dans toutes les conditions de

chargement, avec une déformation particulièrement prononcée sous cisaillement. Ce comportement résulte du glissement des couches de silicate de calcium, facilité par la présence d'eau inter-feuillets. L'analyse de l'évolution de l'énergie potentielle du C-S-H au cours du fluage en cisaillement a révélé un phénomène de durcissement progressif au sein des couches de silicate de calcium, caractérisé par trois étapes distinctes. Lors de la première étape, une réorganisation structurelle des chaînes de silicate a été observée, conduisant à un état plus stable par réduction des interactions non-liaison. La deuxième étape a montré un renforcement des liaisons ioniques calcium-oxygène au sein de l'intra-feuillet, se traduisant par une diminution de l'énergie de liaison. Enfin, l'interface entre les couches de silicate de calcium et l'eau inter-feuillet a contribué à la stabilisation globale de la structure au cours de la troisième étape. Dans une perspective future, il serait pertinent d'étudier l'influence du rapport Ca/Si ainsi que celle d'autres produits d'hydratation issus des mélanges de ciment Portland et de matériaux cimentaires secondaires (SCMs), tels que le C-A-S-H. Comprendre le lien entre leur nanostructure et leur contribution à la déformation dépendante du temps permettrait d'améliorer les performances à long terme des matériaux à base de ciment.

V. REFERENCE

Aili, A., Vandamme, M., Torrenti, J.-M., Masson, B., 2020. A viscoelastic poromechanical model for shrinkage and creep of concrete. Cement and Concrete Research 129, 105970. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105970

Alizadeh, R., Beaudoin, J.J., Raki, L., 2010. Viscoelastic nature of calcium silicate hydrate. Cement and Concrete Composites 32, 369–376. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.02.008

Bažant, Z.P., 2001. Prediction of concrete creep and shrinkage: past, present and future. Nuclear Engineering and Design 203, 27–38. https://doi.org/10.1016/S0029-5493(00)00299-5

Bažant, Z.P., 1972. Thermodynamics of interacting continua with surfaces and creep analysis of concrete structures. Nuclear Engineering and Design 20, 477–505. https://doi.org/10.1016/0029-5493(72)90124-0

Bordallo, H.N., Aldridge, L.P., Desmedt, A., 2006. Water Dynamics in Hardened Ordinary Portland Cement Paste or Concrete: From Quasielastic Neutron Scattering. J. Phys. Chem. B 110, 17966–17976. https://doi.org/10.1021/jp062922f

Chenoweth, K., Van Duin, A.C.T., Goddard, W.A., 2008. ReaxFF Reactive Force Field for Molecular Dynamics Simulations of Hydrocarbon Oxidation. J. Phys. Chem. A 112, 1040–1053. https://doi.org/10.1021/jp709896w

Duque-Redondo, E., Masoero, E., Manzano, H., 2022. Nanoscale shear cohesion between cement hydrates: The role of water diffusivity under structural and electrostatic confinement. Cement and Concrete Research 154, 106716. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2022.106716

Farah, M., Grondin, F., Alam, S.Y., Loukili, A., 2019. Experimental approach to investigate creep-damage bilateral effects in concrete at early age. Cement and Concrete Composites 96, 128–137. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2018.11.022

Feldman, R.F., 1972. Mechanism of creep of hydrated portland cement paste. Cement and Concrete Research 2, 521–540. https://doi.org/10.1016/0008-8846(72)90107-X

Haist, M., Divoux, T., Krakowiak, K.J., Skibsted, J., Pellenq, R.J.-M., Müller, H.S., Ulm, F.-J., 2021. Creep in reactive colloidal gels: A nanomechanical study of cement hydrates. Phys. Rev. Research 3, 043127. https://doi.org/10.1103/PhysRevResearch.3.043127

Hénin, J., Lelièvre, T., Shirts, M.R., Valsson, O., Delemotte, L., 2022. Enhanced Sampling Methods for Molecular Dynamics Simulations [Article v1.0]. LiveCoMS 4. https://doi.org/10.33011/livecoms.4.1.1583

Kai, M.F., Zhang, L.W., Liew, K.M., 2021. New insights into creep characteristics of calcium silicate hydrates at molecular level. Cement and Concrete Research 142, 106366. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106366

Kunhi Mohamed, A., Bouibes, A., Bauchy, M., Casar, Z., 2023. Molecular modelling of cementitious materials: current progress and benefits. RILEM Tech Lett 7, 209–219. https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2022.175

Laanaiya, M., Bouibes, A., Zaoui, A., 2019. Understanding why Alite is responsible of the main mechanical characteristics in Portland cement. Cement and Concrete Research 126, 105916. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105916

Lacks, D.J., Osborne, M.J., 2004. Energy Landscape Picture of Overaging and Rejuvenation in a Sheared Glass. Phys. Rev. Lett. 93, 255501. https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.93.255501

Manzano, H., Moeini, S., Marinelli, F., Van Duin, A.C.T., Ulm, F.-J., Pellenq, R.J.-M., 2012. Confined Water Dissociation in Microporous Defective Silicates: Mechanism, Dipole Distribution, and Impact on Substrate Properties. J. Am. Chem. Soc. 134, 2208–2215. https://doi.org/10.1021/ja209152n

Morshedifard, A., Masoumi, S., Abdolhosseini Qomi, M.J., 2018. Nanoscale origins of creep in calcium silicate hydrates. Nat Commun 9, 1785. https://doi.org/10.1038/s41467-018-04174-z

Nagaoka, M., 2024. The computational molecular technology for complex reaction systems: The Red Moon approach. WIREs Comput Mol Sci 14, e1714. https://doi.org/10.1002/wcms.1714

Pellenq, R.J.-M., Kushima, A., Shahsavari, R., Van Vliet, K.J., Buehler, M.J., Yip, S., Ulm, F.-J., 2009. A realistic molecular model of cement hydrates. Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A. 106, 16102–16107. https://doi.org/10.1073/pnas.0902180106

Peters, B., 2017. Reaction rate theory and rare events. Elsevier, Amsterdam Oxford Cambridge, MA.

Reguieg, O., Bouibes, A., Lacarrière, L., 2024. New insights into the hardening mechanism of calcium silicate hydrates under creep deformation: A reactive molecular simulation study. Construction and Building Materials 444, 137763. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.137763

Senftle, T.P., Hong, S., Islam, M.M., Kylasa, S.B., Zheng, Y., Shin, Y.K., Junkermeier, C., Engel-Herbert, R., Janik, M.J., Aktulga, H.M., Verstraelen, T., Grama, A., Van Duin, A.C.T., 2016. The ReaxFF reactive force-field: development, applications and future directions. npj Comput Mater 2, 15011. https://doi.org/10.1038/npjcompumats.2015.11

Soyer-Uzun, S., Chae, S.R., Benmore, C.J., Wenk, H.-R., Monteiro, P.J.M., 2012. Compositional Evolution of Calcium Silicate Hydrate (C-S-H) Structures by Total X-Ray Scattering. J Am Ceram Soc 95, 793–798. https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2011.04989.x

Thompson, A.P., Aktulga, H.M., Berger, R., Bolintineanu, D.S., Brown, W.M., Crozier, P.S., In 'T Veld, P.J., Kohlmeyer, A., Moore, S.G., Nguyen, T.D., Shan, R., Stevens, M.J., Tranchida, J., Trott, C., Plimpton, S.J., 2022. LAMMPS - a flexible simulation tool for particle-based materials modeling at the atomic, meso, and continuum scales. Computer Physics Communications 271, 108171. https://doi.org/10.1016/j.cpc.2021.108171

Vandamme, M., Ulm, F.-J., 2009. Nanogranular origin of concrete creep. Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A. 106, 10552–10557. https://doi.org/10.1073/pnas.0901033106

Ye, H., 2015. Creep Mechanisms of Calcium–Silicate–Hydrate: An Overview of Recent Advances and Challenges. International Journal of Concrete Structures and Materials 9, 453–462. https://doi.org/10.1007/s40069-015-0114-7

Zhang, X., Chang, W., Zhang, T., Ong, C.K., 2004. Nanostructure of Calcium Silicate Hydrate Gels in Cement Paste. Journal of the American Ceramic Society 83, 2600–2604. https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01595.x

Duque-Redondo, E., Masoero, E., & Manzano, H. (2022). Nanoscale shear cohesion between cement hydrates: The role of water diffusivity under structural and electrostatic confinement. Cement and Concrete Research, 154, 106716.

Conception et validation d'une géométrie d'assemblage collé adaptée aux essais ELS et aux conditions de vieillissement

Arij FAWAZ

Université Gustave Eiffel- Laboratoire SMC (Structures Métalliques et à Câbles) du département Matériaux et Structures (*MAST*)

RESUME

Dans le domaine de la réparation et du renforcement des structures métalliques, le collage structural est de plus en plus utilisé dans des conditions environnementales sévères, y compris le milieu marin. L'étude de l'évolution des propriétés mécaniques des assemblages collés se révèle primordiale pour prédire leur durabilité à long terme.

L'objectif principal de ma thèse est de développer une méthodologie de caractérisation des assemblages collés soumis à différents vieillissements résultant d'une immersion dans l'eau, du fluage et des conditions de vieillissement couplant ces deux phénomènes. L'accent est mis sur l'évolution des propriétés d'interface, connue comme étant le point faible de l'assemblage collé. La méthodologie développée s'appuie sur la mécanique linéaire de la rupture afin de déterminer les propriétés mécaniques de l'interface.

Pour atteindre cet objectif, une nouvelle configuration d'éprouvettes a été développée afin de répondre aux exigences des trois types de vieillissement étudiés et des essais de caractérisation mécanique. Cette géométrie a été développée et validée par le biais d'une campagne expérimentale d'essais de mécanique de la rupture. Ces essais sont instrumentés à l'aide d'une fibre optique permettant d'obtenir des mesures réparties de déformation, ainsi que par la corrélation d'images permettant de déterminer, de manière directe, les lois cohésives d'interface.

Mots-clefs

ELS (End Loaded Split) test, collage structural, corrélation d'images, mesure répartie de déformation par fibre optique, modèle de zone cohésive.

I. INTRODUCTION

Le collage structural constitue une alternative aux méthodes d'assemblage mécaniques telles que le rivetage, le soudage et le perçage. Il présente, par rapport à ces diverses méthodes, l'avantage d'être non intrusif, de limiter les concentrations de contraintes et de permettre le renforcement de géométries complexes tout en ajoutant un poids négligeable à la structure. Les assemblages collés

sont de plus en plus répandus dans diverses applications, notamment pour la réparation ou le renforcement de structures métalliques en environnement marin. Néanmoins, la durabilité des assemblages collés vis-à-vis de diverses conditions de vieillissement reste insuffisamment comprise et étudiée.

Afin d'estimer la durée de vie d'un assemblage collé, on peut adopter une approche relevant de la mécanique de la rupture qui s'appuie sur des essais de caractérisations mécaniques en mode I (sollicitation de traction), mode II (sollicitation de cisaillement) ou mode mixte. Le mode II est souvent le mode de sollicitation le plus répandu et dominant dans le comportement du joint collé (Sourisseau et al., 2022). C'est pourquoi, ce travail s'intéresse en particulier à ce mode de sollicitation. Plusieurs essais de caractérisation mécanique en mode II existent dans la littérature, mais celui qui offre le plus d'avantages par rapport aux autres essais existants est l'essai ELS (End Loaded Split test). En effet celui a la réputation de permettre une propagation stable de la fissure (Pérez-Galmés et al., 2018). Ainsi, il est retenu dans cette étude.

L'objectif de ma thèse est d'étudier l'effet des conditions de vieillissement (hydrique, mécanique de type fluage et couplé hydromécanique) sur le comportement mécanique d'un assemblage collé métal-métal, et en particulier sur les interfaces, qui constituent son principal point de faiblesse (Grangeat et al., 2022). Une nouvelle géométrie d'éprouvette est proposée afin de répondre aux exigences à la fois de l'essai ELS et des vieillissement étudiés. L'ensemble des éprouvettes a été instrumenté avec une fibre optique, collée en surface, afin de suivre de manière précise la propagation de fissure. Un système de corrélation d'images numériques (Digital Image Correlation, DIC) a également été utilisé pour obtenir les déplacements locaux en pointe de fissure et par la suite les lois cohésives d'interface. Afin de valider cette nouvelle configuration, les résultats obtenus ont été comparés à ceux obtenus pour une éprouvette de géométrie « classique » parfaitement symétrique.

II. Présentation des éprouvettes étudiées et du dispositif expérimental associé

A. Géométrie des éprouvettes

Une nouvelle géométrie d'éprouvette est proposée dans cette étude, adaptée à deux configurations : celle des conditions de vieillissement, en particulier pour le bâti de fluage, et celle de l'essai de ELS. Pour le vieillissement sous charge constante, un bâti de flexion 4 points a été conçu, permettant de garantir un moment fléchissant constant entre les deux points d'application de charge, et par conséquent une contrainte constante σ_{xx} (le long de l'axe x) dans la couche de colle et aux interfaces adhésif/adhérent. De plus, pour que cette contrainte soit non nulle et en traction, l'épaisseur de l'adhérent supérieur a été choisie plus grande que celle de l'adhérent inférieur (Figure 1).

Bien que cette géométrie d'éprouvette permette de répondre aux exigences de vieillissement sous charge constante, elle ne permet pas, en l'état, de réaliser les essais de caractérisation mécanique de type ELS. Pour réaliser ces essais, l'éprouvette doit posséder une géométrie permettant d'avoir l'axe neutre au centre de la couche d'adhésif, ce qui assure une sollicitation en cisaillement de l'adhésif et des interfaces.

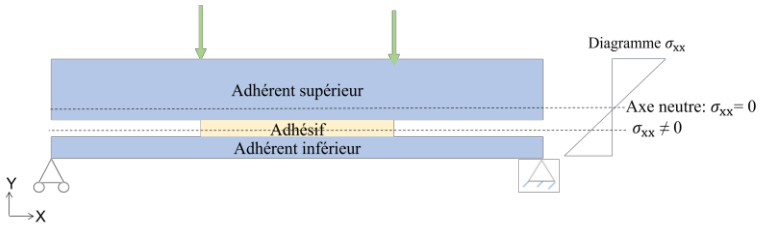


FIGURE 1. Représentation schématique du fluage en flexion 4 points pour un assemblage collé non symétrique.

Une nouvelle configuration d'éprouvettes, désignée configuration 2, est ainsi proposée, permettant de reconstituer des éprouvettes destinées aux ELS à partir des éprouvettes testées sous fluage. Pour cette configuration, une plaque métallique supplémentaire est collée à l'adhérent inférieur de la figure 1 de manière à obtenir in fine une rigidité équivalente à celle de l'adhérent supérieur (Figure 2-b). Ainsi, l'adhérent inférieur dans la configuration 2 est constitué de trois couches : l'adhérent inférieur 1, une couche très fine d'adhésif 2 et un adhérent inférieur 2.

Afin de valider cette configuration 2, les résultats d'essais ELS obtenus ont été comparés à ceux obtenus avec un assemblage collé « classique » constitué de deux adhérents identiques et symétriques (Figure 2-a). Cette configuration est nommée « configuration 1 ».

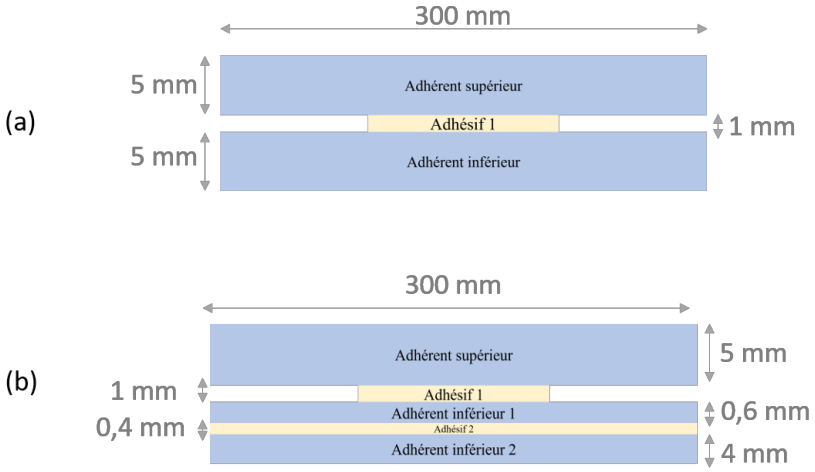


FIGURE 2. Représentation schématique des assemblages collés de (a) la configuration 1 et (b) la configuration 2.

B. Matériaux utilisés

Les dimensions choisies pour l'ensemble des éprouvettes des configurations 1 et 2 sont : une longueur de l =300 mm, une épaisseur de la couche d'adhésif 1 de 1 mm (± 0.15 mm), et une largeur *b*=15 mm. L'épaisseur de l'adhésif 2 dans la configuration 2 est de 0,4 mm (± 0.05mm). Pour maintenir une épaisseur constante de 1 mm pour l'adhésif 1, des cales métalliques de 1 mm d'épaisseur ont été placées de chaque côté de l'éprouvette. Pour l'adhésif 2, un fil de pêche en plastique d'un diamètre de 0,4 mm a été utilisé afin de garantir une épaisseur constante de 0,4 mm. Les épaisseurs des deux substrats métalliques dans la configuration 1 ainsi que celle de l'adhérent supérieur de la configuration 2 sont égales à 5 mm. De plus, les épaisseurs des adhérents inférieurs 1 et 2 dans la configuration 2 sont respectivement de 0,6 mm et 4 mm.

Tous les adhérents utilisés sont en acier à haute résistance de type STRENX 700, ayant une limite d'élasticité de 700 MPa, à l'exception de l'adhérent inférieur 1 de la configuration 2, qui est un autre type d'acier avec une limite d'élasticité de 925 MPa. L'adhérent inférieur 1 est d'un type différent des autres adhérents, car nous n'avons pas réussi à trouver ni à usiner des plaques d'acier de type STRENX 700 avec une épaisseur de 0,6 mm. Une préparation de surface adéquate des substrats métalliques a été réalisée, reposant sur un sablage puis un nettoyage des surfaces à l'acétone avant collage. Une rugosité moyenne de 3,5 µm (± 0,5 µm) a été obtenue.

Les adhésifs retenus dans cette étude sont des adhésifs commerciaux utilisés fréquemment pour réaliser des collages en environnements marins. L'adhésif 1 est un époxy bi-composant, polymérisant à chaud, avec une température de transition vitreuse T_g de 91 °C, selon sa fiche technique. L'adhésif 2 est de type méthacrylate, avec une T_g de 85 °C (donnée de la fiche technique). Après collage des substrats, l'adhésif 1 est post-cuit à 80 °C pendant 16 heures, tandis que l'adhésif 2 polymérise à 25 °C pendant 24 heures. L'adhésif 2 a été choisi de manière à pouvoir être polymérisé à température ambiante (25 °C), afin de ne pas altérer les propriétés de l'adhésif 1.

C. Essais ELS et instrumentation

L'essai ELS consiste à appliquer une charge ou un déplacement vertical à une extrémité pré-fissurée de l'éprouvette tandis que l'autre extrémité est encastrée dans un bloc pouvant glisser sur des rails métalliques (Figure 3). Le point d'application de la charge reste fixe sur l'éprouvette tout au long de l'essai. La distance entre le point d'application de la charge et l'encastrement est de L=100 mm. Un insert Teflon est utilisé permettant de créer une fissure artificielle de longueur a_0=75 mm. Une pré-fissure (de longueur a_p) est réalisée en mode II avant réalisation de l'essai ELS. Cette pré-fissure est initiée à l'aide d'un essai ELS (chargement jusqu'à la propagation de la fissure). Cette procédure permet une propagation stable de la fissure, associée à un rapport a_p/L supérieur à 55 %, conformément à la norme ISO 15114:2014 relative aux essais ELS.

L'encastrement n'étant jamais parfait, la norme ISO 15114:2014 propose une procédure de calibration de l'encastrement. Cette procédure consiste à tracer la compliance de l'éprouvette à l'exposant 1/3, $C^{1/3}$, en fonction de la longueur libre L, selon l'équation (1). Ensuite, à partir de la régression linéaire du graphe obtenu, le module de flexion $E1$ de l'éprouvette peut être calculé à l'aide de l'équation (2).

$$C^{1/3} = \text{pente} \times L + \text{pente} \times |\Delta_{clamp}| \quad (1)$$

$$E_1 = \frac{1}{2b(h \times \text{pente})^3} \quad (2)$$

Où C est la compliance de l'éprouvette, Δ_{clamp} la correction due à l'encastrement, b la largeur de l'échantillon et h l'épaisseur de l'adhérent.

Pour chaque essai, l'instrumentation mise en place consiste à : coller une fibre optique sur la surface supérieure de l'assemblage collé afin d'obtenir les déformations ; suivre les déplacements locaux à l'aide de caméras et d'un mouchetis réalisé sur une des faces latérales ; mesurer l'angle d'inclinaison de l'éprouvette au point d'application de la charge à l'aide d'un inclinomètre.

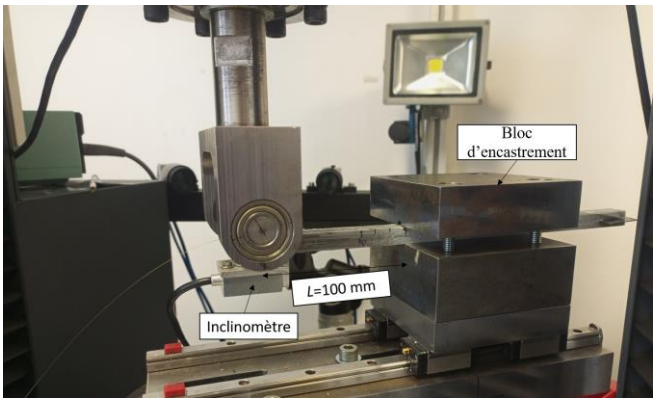


FIGURE 3. Essai ELS mené sur un assemblage collé instrumenté avec un inclinomètre.

La fibre optique utilisée est monomode, avec un revêtement en polyimide ; elle est utilisée comme capteur pour faire des mesures réparties de déformation avec l'interrogateur optique ODiSI-B de Luna. La haute résolution spatiale de mesure de ce système (longueur de jauge : 0,65 mm) permet un suivi continu (fréquence de mesure 24Hz) pendant l'essai. Il est ainsi possible de disposer de mesures de déformation le long de l'éprouvette, avec un pas de mesure de 0,375 mm, ce qui permet de localiser précisément la position du front de la fissure durant sa propagation (Sourisseau et al., 2022).

Pour la mise en œuvre de la technique de corrélation d'images, deux caméras Basler acA2440-75um de 5 MP, équipées d'objectifs Kowa LR1015WM52 (focale de 50 mm), ont été positionnées à une distance fixe de 30 cm du bord de l'échantillon. L'angle de stéréo-corrélation des caméras est de 15 degrés. Un mouchetis aléatoire noir sur fond blanc a été appliqué à l'aide d'un aérographe sur la surface latérale de l'assemblage, à l'extrémité pré-fissurée (Figure 4-b). La fréquence d'acquisition est de 5 Hz. Une taille d'éléments de 16x16 pixels (calculée par le logiciel).

Par ailleurs, un inclinomètre muRata SCA121T-D03 a été fixé sur l'éprouvette, sous le point d'application de la charge, afin de mesurer l'angle de rotation à cette position (Figure 3). Cette donnée est nécessaire ensuite pour le calcul de la J-intégrale, présenté dans la suite.

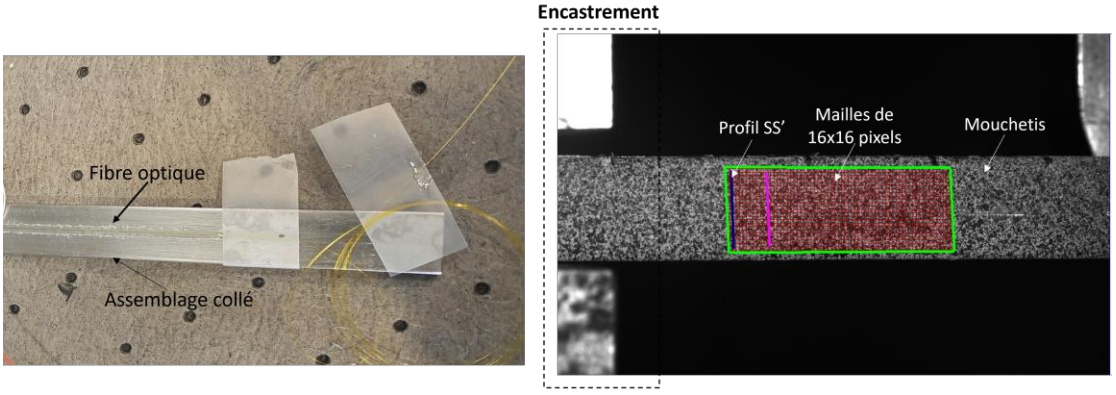


FIGURE 4. (a) Fibre optique collée sur la face supérieure de l'assemblage collé et (b) mouchetis appliqué sur le bord de l'éprouvette pour la DIC, avec un maillage de 16 × 16 pixels.

Les essais ELS associés à l'instrumentation présentée permettent, dans un premier temps, de déterminer la ténacité en mode II, G_{IIC}, conformément à la méthode présentée dans la norme ISO 15114:2014 et qui repose sur les hypothèses de la mécanique élastique linéaire de la rupture (MELR). Plus particulièrement, la méthode CBTE (Corrected Beam Theory using Effective crack length) a été adoptée dans notre étude en raison de sa meilleure fiabilité par rapport aux autres méthodes proposées dans la norme. Dans cette méthode, la longueur de fissure est corrigée pour obtenir une longueur de fissure effective, a_e, intégrant les effets dus à l'encastrement non parfait (équation 3). La formule de ténacité selon cette méthode est donnée par l'équation 4.

Dans un deuxième temps, une méthode indirecte reposant sur le concept de l'intégrale J a été utilisée afin de déterminer à nouveau le taux de restitution d'énergie critique G_{IIC}, mais également afin d'obtenir de manière directe la forme de la loi cohésive régissant le comportement d'interface. (Pérez-Galmés et al., 2016) ont validé une formule d'intégrale J adaptée à l'essai ELS et tenant compte de l'effet des grands déplacements (équation 5). Dans cette formule, une section verticale S-S' est choisie dans l'assemblage collé, suffisamment éloignée de l'encastrement afin d'éviter son influence sur le résultat obtenu . Cette section doit également se trouver suffisamment éloignée du front de fissure pour ne pas être influencée par la zone FPZ (Fracture Process Zone).

$$a_e = \left[\frac{1}{3}\left(2b\frac{C}{N}h^3E_1 - \left(L - \Delta_{clamp}\right)^3\right)\right]^{1/3} \tag{3}$$

$$G_{IIC} = \frac{9P^2a_e^2F}{4b^2h^3E_1} \tag{4}$$

$$J_{ELS} = \frac{3[P\,cos(\theta_P)]^2}{5G_{12}b^2h} + \frac{P\,cos(\theta p)}{b}tan\left(\theta_p - \theta_g\right) - \frac{E_{11}h}{3}\left(\frac{3}{2}\frac{P(L-L_s)}{E_1bh^2}\right)^2 \tag{5}$$

Dans les équations (4) et (5), P correspond à la force appliquée, G_{12} au module de cisaillement, Θ_g à l'angle de rotation de la section S-S' obtenu à l'aide de la corrélation d'images, et Θ_p à l'angle de rotation au point d'application de la charge. Enfin, N et F correspondent à des facteurs de correction dont les calculs sont donnés dans la norme ISO 15114:2014.

III. Validation expérimentale de la méthodologie adoptée

A. Courbes Force-Déplacement

Avant réalisation des essais ELS, une procédure de calibration de l'encastrement a été réalisée. Elle permet de tracer une courbe $C^{1/3}$ en fonction de L, à partir de laquelle le module de flexion $E1$ de l'assemblage ainsi que la correction de l'encastrement Δ *clamp* peuvent être déterminées. Pour la configuration 1, $E1$ est d'environ 238,85 GPa et Δ *clamp* = 39,41 mm. En revanche, pour la configuration 2, $E1$ est de 245,17 GPa et Δ *clamp* = 38,09 mm. Les valeurs de Δ*clamp* sont très proches pour les deux configurations, ce qui indique que le serrage du bloc d'encastrement a été réalisé de manière quasiment identique pour tous les essais. Tandis que le module de flexion $E1$ des échantillons de la configuration 1 est légèrement inférieur à celui des échantillons de la configuration 2.

Suite à cette calibration, un total de 12 essais, 6 essais de configuration 1 et 6 essais de configuration 2, a été réalisé sur des assemblages collés, pour différents rapports a_p/L. La Figure 5 présente quelques courbes force-déplacement pour les deux configurations et pour des rapports a_p/L aux alentours de 70 % (± 2 %). Toutes les courbes montrent une propagation stable de la fissure et une rigidité initiale quasiment identique pour les 2 configurations. Alors que des niveaux d'efforts plus élevés (de 15%) sont obtenus pour les échantillons de la configuration 2. Une source d'explication de ce phénomène pourrait être l'existence de contraintes de compression interne dans l'adhésif 1 suite au sablage de l'adhérent inférieur 1 réalisé avant collage de l'adhérent inférieur 2.

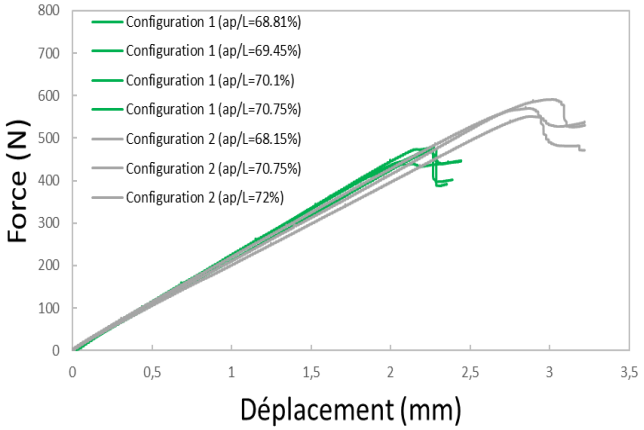


FIGURE 5. Courbes Force-Déplacement pour les assemblages collés des configurations 1 et 2, avec un rapport a_p/L de 70 % (±2%).

B. Taux de restitution d'énergie critique en mode II

Afin de calculer l'intégrale *J*, la section S-S' a été tout d'abord définie en la plaçant à une distance de à 6 mm de l'encastrement, soit à une distance comprise entre 21 et 25 mm du front de fissure initial. Cela nous permet d'être sûrs que le contour d'intégration de l'intégrale *J* englobe toute la zone de FPZ de la pré-fissure, tout en étant suffisamment éloigné des effets de l'encastrement.

Les valeurs moyennes obtenues de G_{IIC} et de l'intégrale *J*, calculées d'après les équations 4 et 5 respectivement, sont présentées, avec leur écart type standard, dans le tableau 1. Des valeurs de ténacité plus élevées ont été obtenues pour les échantillons de la configuration 2. De plus, la ténacité moyenne obtenue avec la méthode CBTE dépasse la valeur obtenue avec l'intégrale *J* de 12 % et 11 % pour les configurations 1 et 2, respectivement. Cette variation découle principalement des hypothèses de la mécanique élastique linéaire de la rupture adoptées dans la méthode CBTE. Ce résultat est cohérent avec ceux obtenus par d'autres auteurs de la littérature (Sun et al., 2024). En outre, le tableau 1 montre que les résultats obtenus pour les deux configurations sont répétables avec un écart type de moins de 18%.

TABLEAU 1. Valeurs moyennes de ténacité en mode II selon la méthode CBTE et selon la méthode de l'intégrale *J* pour les assemblages collés des configurations 1 et 2.

		G_{IIC}-CBTE (N/mm)	L'intégrale *J* (N/mm)
Configuration 1	Moyenne	**0,94** ± 0,15	**0,84** ± 0,15

Configuration 2	Moyenne	**1,07** ± 0,19	**0,96** ± 0,15

C. Détermination des modèles de zone cohésives (CZM) via l'intégrale J

A partir des données issues de la corrélation d'images, les valeurs de déplacements horizontaux des substrats (la différence de ces valeurs permet de déterminer le glissement entre les substrats), au cours de chaque essai, peuvent être obtenues (Figure 6). Ensuite, en traçant ces déplacements en fonction de l'effort appliqué, les valeurs de l'intégrale *J* (également dépendantes de l'effort appliqué) peuvent alors être tracées en fonction du glissement entre les substrats. Enfin, la dérivée de cette courbe permet d'obtenir les contraintes de cisaillement en fonction du glissement entre les adhérents, ce qui correspond à la loi cohésive CZM (Figure 7). Malgré la dispersion observée sur ces courbes, une loi cohésive moyenne de forme bilinéaire peut être proposée pour chacune des configurations étudiées.

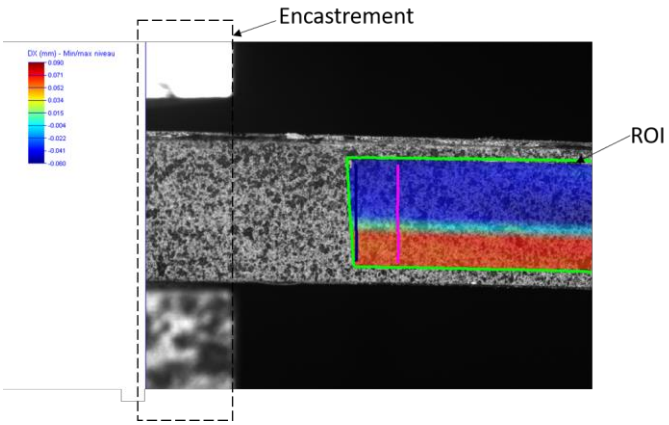


FIGURE 6. Carte des déplacements obtenue par corrélation d'images pour un échantillon de la configuration 2.

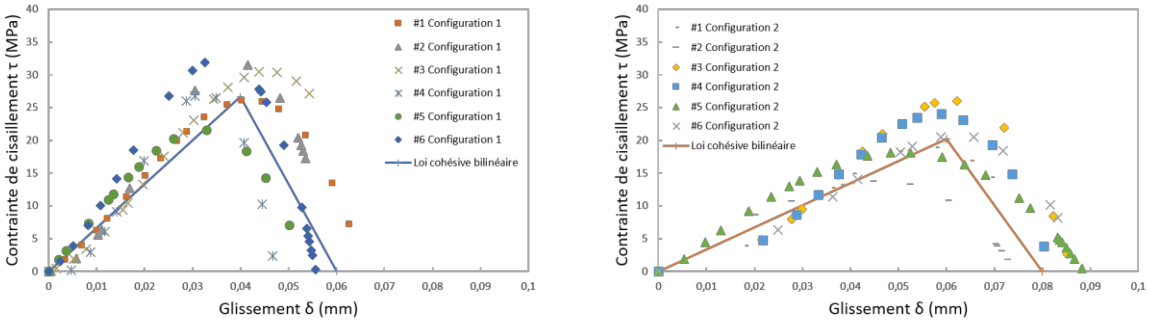


FIGURE 7. Les modèles CZM dérivés des données expérimentales pour (a) six échantillons de la configuration 1 et (b) six échantillons de la configuration 2, avec la loi cohésive moyenne correspondante pour chaque cas.

En comparant les lois cohésives obtenues pour les deux configurations étudiées, plusieurs points peuvent être soulignés : (1) la raideur initiale est plus faible pour la configuration 2, (2) la contrainte maximale atteinte est 32 % plus élevée pour la configuration 1, accompagnée d'une valeur de glissement plus faible pour cette même valeur, et (3) la valeur du glissement à la rupture est 33 % plus important pour la configuration 2 (Figure 8). Ces différences entre les deux configurations peuvent être attribuées à la présence de deux interfaces différentes. En effet, dans la configuration 1, la fissure se propage à l'interface adhésif 1/adhérent inférieur, tandis que, dans la configuration 2, elle se propage à l'interface adhésif 1/adhérent inférieur 1 qui est de nature différente de celle de l'adhérent inférieur de la configuration 1.

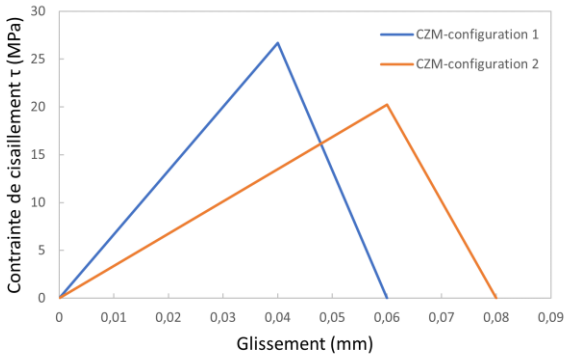


FIGURE 8. Loi cohésive bilinéaire en mode II pour les configurations 1 et 2.

Pour résumer, une différence notable est observée entre les deux configurations. Par conséquent, seule la géométrie de la configuration 2 sera retenue pour les différentes campagnes de vieillissement. On notera toutefois que la nouvelle méthodologie semble répétable et devrait permettre d'étudier l'effet du vieillissement sur les propriétés d'interface.

IV. Conclusion

Dans cette étude, une nouvelle configuration d'assemblage collé, dénommée configuration 2, a été proposée. Cette configuration permet d'être compatible, d'une part, avec les exigences de l'essai de caractérisation mécanique en mode II (essai ELS), et d'autre part, avec celles des différentes conditions de vieillissement, en particulier le vieillissement mécanique sous charge constante (fluage) adopté dans cette étude (flexion 4 points).

Des essais ELS ont été réalisés à l'état initial, avant tout vieillissement, sur deux lots d'éprouvettes (un lot de la configuration 1 et un lot de la configuration 2). L'ensemble des éprouvettes a été instrumenté avec une fibre optique permettant de suivre la propagation de fissure au cours de l'essai, ainsi qu'avec un système de corrélation d'images permettant d'obtenir les déplacements et les rotations dans différentes sections de l'assemblage collé. Le taux de restitution d'énergie critique en mode II a été calculé à l'aide d'une méthode basée sur la mécanique élastique linéaire de la rupture (méthode CBTE), ainsi qu'à l'aide de la méthode de l'intégrale *J*. Cette dernière méthode a permis ensuite de tracer, de manière directe, les lois cohésives régissant le comportement d'interface pour les deux configurations étudiées.

Les résultats ont permis de mettre en évidence des différences notables entre les deux configurations. Les courbes force-déplacement ont montré une raideur initiale similaire, mais des efforts maximaux plus élevés pour les éprouvettes de la configuration 2. De plus, des différences de 12 % et 15 % entre les valeurs de G_{IIC} obtenues par la méthode CBTE et celles issues de l'intégrale J ont été observées pour les configurations 1 et 2, respectivement. Cette variation est principalement attribuée aux hypothèses de la MELR adoptées dans la méthode CBTE.

Compte tenu des différences observées entre les deux configurations, seule la géométrie de la configuration 2 sera adoptée pour la suite des essais de vieillissement. Trois campagnes de vieillissement ont été lancées : une campagne de vieillissement hydrique pour étudier l'impact de la diffusion de l'eau sur l'assemblage collé, une campagne de vieillissement mécanique de type fluage (en flexion 4 points) pour observer l'effet d'une charge constante, et une campagne de vieillissement couplée hydromécanique pour analyser l'impact de la charge constante sur les cinétiques de diffusion de l'eau et, ainsi, l'effet combiné de ces deux conditions. L'effet de ces différents types de vieillissement sera étudié via la réalisation d'essais ELS à différentes échéances de temps (2, 4 et 6 mois) et la modification ou non des lois cohésives obtenues.

REFERENCES

Grangeat, R., Girard, M., Jacquemin, F., Lupi, C., 2022. Method of characterizing the interphase's mean water diffusion properties of a bonded assembly in immersion. The Journal of Adhesion 98, 207–226. https://doi.org/10.1080/00218464.2020.1828080

ISO 15114:2014 standard: Fibre-reinforced plastic composites — Determination of the mode II fracture resistance for unidirectionally reinforced materials using the calibrated end-loaded split (C-ELS) test and an effective crack length approach, 2014.

Pérez-Galmés, M., Renart, J., Sarrado, C., Brunner, A.J., Rodríguez-Bellido, A., 2018. Towards a consensus on mode II adhesive fracture testing: Experimental study. Theoretical and Applied Fracture Mechanics 98, 210–219. https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2018.09.014

Pérez-Galmés, M., Renart, J., Sarrado, C., Rodríguez-Bellido, A., Costa, J., 2016. A data reduction method based on the J -integral to obtain the interlaminar fracture toughness in a mode II end-loaded split (ELS) test. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 90, 670–677. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.08.020

Sourisseau, Q., Lepretre, E., Chataigner, S., Chapeleau, X., Mouton, L., Paboeuf, S., 2022. Use of high spatial resolution distributed optical fiber to monitor the crack propagation of an adhesively bonded joint during ENF and DCB tests. International Journal of Adhesion and Adhesives 115, 103124. https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2022.103124

Sun, F., Lißner, M., Petrinic, N., Blackman, B.R.K., 2024. Universal slope-based J-integral methods for characterization of the mode I, mode II and mixed mode I/II fracture behaviour of adhesively bonded interfaces. Composites Science and Technology 252, 110611. https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2024.110611