



Caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat : application à la lixiviation

Mouad Jebli

► To cite this version:

Mouad Jebli. Caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat : application à la lixiviation. Matériaux. Université de Montpellier, 2016. Français. NNT : . tel-01863284

HAL Id: tel-01863284

<https://hal.science/tel-01863284>

Submitted on 28 Aug 2018

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.

THÈSE

Pour obtenir le grade de
Docteur

Délivré par l'**Université de Montpellier**

Préparée au sein de l'école doctorale **I2S**
Et de l'unité de recherche **Laboratoire de mécanique et génie civil**

Spécialité: **Mécanique et génie civil**

Présentée par **JEBLI Mouad**

Caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat et application à la lixiviation

Soutenue le 30 Novembre 2016 devant le jury composé de

M. Mohamed EL OMARI	Professeur, UCA Marrakech	Président
M. Ahmed LOUKILI	Professeur, E. C. de Nantes	Rapporteur
M. Fabrice BERNARD	MCF-HDR, INSA de Rennes	Rapporteur
Mme Céline PELISSOU	Ingénieur de Recherche, IRSN	Examinatrice
M. Etienne MALACHANNE	Maître Assistant, EMA	Encadrant
M. Frédéric JAMIN	MCF, Univ. de Montpellier	Encadrant
M. Eric GARCIA-DIAZ	Professeur, EMA	Codirecteur de thèse
M. Moulay Saïd EL YOUSOUFI	Professeur, Univ. de Montpellier	Directeur de thèse
M. Abdenbi EL MANDOUR	Professeur, UCA Marrakech	Invité



Caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat : application à la lixiviation

Résumé :

Cette étude porte sur la caractérisation des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat à l'état sain et à l'état dégradé par un mécanisme chimique de lixiviation. Dans le premier cas, on s'intéresse à l'évolution de ces propriétés en fonction du degré d'hydratation et, dans le second, en fonction du taux de dégradation. La microstructure de l'interphase est caractérisée par une porosité supérieure à celle de la pâte de ciment. Cette interphase constitue une zone de fragilité dans le béton. Ses propriétés affectent fortement le comportement mécanique du béton à l'échelle macroscopique et donc à l'échelle de la structure. Dans ce travail, la résistance de l'interphase est analysée expérimentalement à l'échelle locale. Des essais expérimentaux ont porté sur des composites constitués de granulats liés par une pâte de ciment portland préparée avec un rapport Eau/Ciment de 0,5. Des dispositifs expérimentaux spécifiques, conçus et réalisés pour les besoins de cette étude, ont permis de solliciter les composites directement au niveau de l'interphase. A différents degrés d'hydratation, des échantillons de pâte de ciment seule et des composites sont soumis à des essais de compression, de traction et de cisaillement direct. L'étude des propriétés mécaniques de l'interphase confirme la faiblesse de cette zone en termes de résistance et de rigidité. La dégradation par lixiviation du calcium au niveau de l'interphase a nécessité un protocole expérimental dédié. Compte tenu du temps caractéristique long du phénomène de lixiviation, la mise en situation expérimentale au laboratoire est accélérée en remplaçant l'eau par une solution de nitrate d'ammonium. Afin de quantifier le développement et la cinétique de dégradation au niveau de la liaison cimentée, les fronts de lixiviation du béton sont caractérisés en utilisant la phénolphthaléine comme traceur. À différents taux de dégradation, les mêmes essais locaux de compression, traction et cisaillement sont réalisés sur la pâte de ciment et sur les composites. L'analyse de l'effet de la lixiviation à l'échelle locale montre le rôle important de l'interphase lors du processus de dégradation chimique sur les propriétés mécaniques du composite.

Mots-clés : Interphase pâte de ciment-granulat, Echelle locale, Hydratation, Lixiviation, Propriétés mécaniques, Essai de compression, Essai de traction, Essai de cisaillement, Nitrate d'Ammonium, Phénolphthaléine.

Characterization at the local scale of mechanical properties of the cement paste-aggregate interface : leaching application

Abstract :

In this work, we presents an experimental study to characterize the mechanical properties at the local scale of the cement paste-aggregate interface during hydration and during chemical degradation by leaching. It is generally accepted that the microstructure of the interface between the aggregates and the cement paste is characterized by a higher porosity than that of cement paste. This makes this zone a weak point in the concrete. The particular properties of this zone strongly influence the mechanical behavior of concrete. In this work, the mechanical properties of the cement paste-aggregate composite, are experimentally studied. The experimental tests are performed on composites at classical aggregate scale (one centimeter of section). These composite are composed by and Portland cement paste and aggregates. The cement paste is prepared with a water/cement ratio of 0.5. The shape of the prepared composites makes them convenient to characterize the cement paste-aggregate interface. At different stages of hydration, the composites are subjected to compression tests, direct tensile tests or shear tests by means of specific devices. The same tests were carried out on the cement paste in order to compare with composites results. The study of the mechanical properties at local scale revealed that the cement paste-aggregate interface is the weakest zone in the composite.

An experimental protocol was developed to study the effects of calcium leaching mechanism at the cement paste-aggregate interface on the mechanical properties of the concrete. As the process of leaching with the deionised water occurs very slowly, the experimental study in the laboratory is accelerated by replacing the water by ammonium nitrate solution. To quantify the development and kinetics of degradation at the cemented bond, the concrete leaching fronts are characterized at different levels of degradation by using phenolphthalein. Local mechanical tests (compression, tensile and shear) are performed on composite and cement paste at different stages of degradation. The experimental results show that there is a leaching effect on the alteration of the mechanical properties at the cement paste-aggregate interface.

Key words : Cement paste-aggreagte interface, Local scale, Hydration, Leaching, Mechanical properties, Compression test, Tensile test, Shear test, Ammonium Nitrate, Phenolphthalein.

Remerciements :

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au sein de l'équipe Structures Innovantes, Géomatériaux, ECOconstruction (SIGECO) du Laboratoire de Mécanique et génie civil (LMGC) en collaboration avec le Centre des Matériaux des Mines d'Alès (C2MA).

Je tiens en premier lieu à remercier, de tout mon cœur, à mon directeur de thèse Moulay Saïd EL YOUSSEFI pour avoir dirigé ce travail de thèse, aussi pour ses immenses compétences scientifiques, ses conseils « en or » et ses corrections qui ont beaucoup apporté à mon travail ainsi que son suivi patient de mes travaux du début jusqu'à la fin. Saïd a su me consacrer beaucoup de temps malgré un emploi du temps chargé. Tout ce travail n'aurait abouti sans son soutien et ses encouragements constants. J'ai énormément apprécié ses nombreuses qualités humaines parmi lesquelles notamment son enthousiasme et sa très grande gentillesse.

Je remercie également mon co-directeur Eric GARCIA-DIAZ pour son patience, pour tout le temps consacré au suivi de ces travaux, pour son conseils sur l'orientation à suivre, et pour les nombreuses discussions enrichissantes que l'on a pu avoir.

J'exprime ma profonde gratitude à mon encadrant Frédéric JAMIN, Je lui adresse toute ma reconnaissance pour ses réflexions scientifiques et ses nombreux conseils qui ont contribué au bon avancement de ce travail. J'ai notamment grandement apprécié ses remarques et ses relectures attentives de cette thèse.

Un immense merci à Etienne MALACHANNE pour avoir Co-encadré avec passion. Merci pour sa disponibilité, sa générosité, sa rigueur scientifique.

Je tiens aussi à remercier Mohamed EL OMARI, qui m'a fait l'honneur de présider mon jury, ainsi qu'à Ahmed LOUKILI et Fabrice BERNARD qui ont accepté la pénible tâche de rapporteurs. Mes plus sincères remerciements vont également à Céline PELISSOU pour avoir accepté d'être membre de mon jury et d'examiner mon travail.

Un très grand merci à l'ensemble des personnes du LMGc et C2MA et notamment à Gille CAMP (LMGC) avec lequel j'ai beaucoup appris concernant les techniques expérimentales.

Enfin, je voudrais exprimer toute ma reconnaissance à ma chère famille au Maroc et spécialement à ma mère, mon frère Mohamed, mes sœurs Fatima et Sara pour leur amour profond et leur soutien inconditionnel.

Enfin, je ne remercierai jamais suffisamment Leila pour tout ce qu'elle m'apporte

Table des matières

Introduction générale	9
1 Généralités sur les propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat	13
1.1 Généralités sur le béton	15
1.2 Béton à l'échelle mésoscopique	15
1.2.1 La pâte de ciment	15
1.2.2 Les granulats	17
1.2.3 Interphase pâte de ciment-granulat	18
1.3 Interphase pâte de ciment-granulat	18
1.3.1 Formation de l'interphase	18
1.3.2 Microstructure de l'interphase	21
1.3.3 Hydratation de l'interphase	27
1.4 Comportement mécanique du béton à différentes échelles	31
1.4.1 Comportement mécanique macroscopique du béton	31
1.4.2 Comportement mécanique mésoscopique du béton	32
1.5 Dégradation chimique par la lixiviation	36
1.5.1 Processus de lixiviation du béton	37
1.5.2 Etude de la lixiviation au laboratoire	39
1.5.3 Paramètres influençant le processus de lixiviation	41

1.5.4	Caractérisation de la dégradation	46
1.6	Propriétés mécaniques du béton dégradé	47
1.7	Conclusion du premier chapitre	50
2	Etude expérimentale des propriétés mécaniques au cours de l'hydratation à l'échelle locale	53
2.1	Introduction	55
2.2	Echantillons avec des granulats sphériques	55
2.2.1	Matériaux étudiés	55
2.2.2	Procédure de fabrication des échantillons	57
2.2.3	Essais mécaniques	61
2.2.4	Résultats	64
2.2.5	Effet de la variation du protocole de conservation des échantillons sur les propriétés mécaniques	72
2.2.6	Discussion	76
2.3	Echantillons avec des granulats parallélépipédiques	79
2.3.1	Matériaux étudiés	80
2.3.2	Procédure de fabrication des échantillons	82
2.3.3	Essais mécaniques	85
2.3.4	Mesure des déformations par corrélation d'image	88
2.3.5	Résultats	90
2.3.6	Application : Modèle de Zone Cohésive (Cohesive Zone Model (CZM))	101
2.4	Conclusion du deuxième chapitre	110
3	Etude expérimentale de la dégradation chimique par lixiviation à l'échelle locale	111
3.1	Introduction	112
3.2	Essai de dégradation du béton à l'échelle de l'interphase par lixiviation	112
3.2.1	Choix de la méthode de dégradation chimique	112
3.2.2	Protocole de l'essai de la dégradation chimique par lixiviation au nitrate d'ammonium	114
3.3	Résultats des essais de lixiviation	117
3.4	Essais mécaniques après lixiviation	123
3.4.1	Composite avec granulats sphériques	123
3.4.2	Composite avec des granulats parallélépipédiques	129

3.5	Application : Modèle de zone cohésive (CZM)	137
3.5.1	Calage des résultats des essais mécaniques de la traction sur composites dégradés	137
3.6	Conclusion du troisième chapitre	139
	Conclusion générale et perspectives	141
	Bibliographie	146

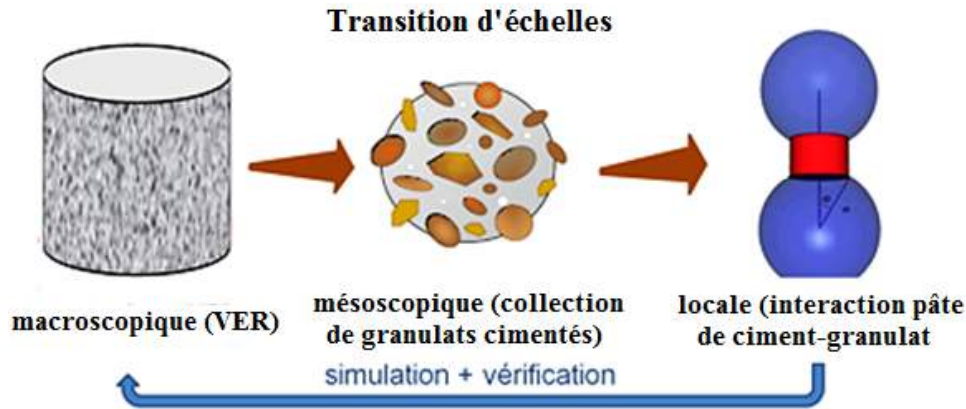
Introduction générale

La durabilité et le vieillissement du béton sont des problématiques qui intéressent une communauté scientifique très large du génie civil, couvrant un spectre allant des sciences des matériaux jusqu'au calcul de structures. L'élaboration, la mise en œuvre, la prédiction du comportement et de la rupture sous sollicitations diverses, ainsi que l'évaluation de la durée de vie en service, sont autant de questions qui interrogent les chercheurs, les ingénieurs et les industriels du secteur. Très souvent, le béton est utilisé dans des structures exposées à des sollicitations mécaniques et environnementales extrêmes, pouvant présenter un impératif de sûreté. On peut citer à titre d'exemples les enceintes de confinement des centrales nucléaires ou encore les barrières ouvragées des sites de stockage de déchets radioactifs. Dans ce dernier cas, les ouvrages en béton accueillant les déchets doivent avoir une durée de vie très longue, ce qui nécessite pour leur conception une connaissance des mécanismes physico-chimiques qui sont à l'origine de la dégradation des propriétés mécaniques du béton. Garantir la sûreté de telles installations est, bien évidemment, au cœur des défis sociétaux imposés par les choix stratégiques en matière énergétique. La nature du matériau béton, poreux et multiphasique, avec la coexistence de plusieurs échelles toutes déterminantes, fait que son comportement vis-à-vis de sollicitations mécaniques et environnementales extrêmes doit être appréhendé par le biais d'approches multi-physiques et multi-échelles.

Le béton est un matériau hétérogène dont les propriétés macroscopiques dépendent de la microstructure et sont liées aux caractéristiques mécaniques locales. L'étude du béton peut être considérée à différentes échelles : l'échelle macroscopique, locale et mésoscopique.

- A l'échelle macroscopique, le matériau est considéré comme un milieu continu avec des caractéristiques macroscopiques. C'est l'échelle des assemblages formés d'un grand nombre de particules. Cette échelle est considérée à partir d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER),
- L'échelle locale est définie au niveau des particules et des interphases. L'hétérogénéité à cette échelle est souvent à l'origine de phénomènes complexes, non linéaires et discontinus,

- L'échelle mésoscopique est une échelle intermédiaire entre les échelles macroscopique et locale, et se situe au niveau d'assemblages locaux de particules.



Transition d'échelles dans les matériaux cimentaires

Bon nombre d'études sont fréquemment menées sur le béton à l'échelle macroscopique, mais pour bien améliorer la modélisation et la simulation du comportement mécanique et de la rupture du béton à l'échelle du VER, il est nécessaire de les caractériser à l'échelle des granulats et de maîtriser les interactions à cette échelle.

La présence des granulats modifie la microstructure de la pâte de ciment par l'introduction d'une interface aux propriétés particulières. Différentes appellations ont été utilisées pour faire référence à cette zone : auréole de transition, zone de transition interfaciale (Interfacial Transition Zone en anglais) ou encore interphase. Pour comprendre le comportement complexe du matériau béton, la caractérisation de cette zone est un point essentiel qu'il convient d'associer aux propriétés intrinsèques des deux phases (granulats et pâte de ciment) qui le composent. Si l'existence et la constitution de l'interphase sont maintenant bien admises dans la littérature, ses conséquences macroscopiques sur la relation entre la résistance de la liaison pâte de ciment-granulat et les propriétés mécaniques du béton, sont encore mal comprises.

A l'heure actuelle, les paramètres mécaniques utilisés pour décrire le comportement de l'interphase sont le plus souvent empiriques et déterminés expérimentalement. En outre, les paramètres évalués en utilisant des données expérimentales ne sont pas toujours cohérents et démontrent une grande variabilité. Le rôle de l'interphase sur la durabilité du béton, et la manière dont cette zone peut affecter cette durabilité via des agents agressifs extérieurs demeurent également peu évoqués.

Parmi les mécanismes de dégradation chimiques des ouvrages en béton en contact avec l'eau, la lixiviation apparaît comme l'un des mécanismes des plus courants à moyen et long termes. L'action agressive de l'eau est à l'origine de nombreuses pathologies. Le mécanisme de dégradation chimique du béton consiste en une décalcification progressive du béton qui provoque une augmentation de la porosité et favorise le processus de transport de matière entraînant

une accélération de la dissolution des hydrates (notamment la portlandite). Ceci provoque indéniablement des dommages de plusieurs natures aux ouvrages en béton dont le plus important concerne la dégradation des propriétés mécaniques. Les structures en béton, en contact régulier avec l'eau, sont soumises à des agressions chimiques qui conduisent souvent à une dégradation des propriétés mécaniques. Cette dégradation mécanique provoque des microfissures qui peuvent, à leur tour, être des facteurs favorisant les agressions chimiques, pouvant se poursuivre ainsi jusqu'à la ruine totale de la structure.

D'un point de vue général, une forte porosité et une concentration élevée de la portlandite à l'interphase sont de nature à faciliter la pénétration des agents agressifs externes et favoriser la lixiviation du calcium. Il est alors légitime de s'interroger sur l'influence qu'elles peuvent avoir sur la cinétique de dégradation du béton. Plus précisément, on peut se demander si les interphases engendrent une dégradation hétérogène du béton (surtout si elles sont connectées), c'est-à-dire si elles ont une cinétique de dégradation différente de celle de la matrice cimentaire. Ces considérations montrent une nécessité d'investigations expérimentales à l'échelle locale afin de mettre en évidence l'effet de la dégradation de l'interphase sur les propriétés mécaniques du béton.

Ce travail de thèse vise une contribution à la caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat de bétons au cours de l'hydratation, d'une part, et soumis au processus de lixiviation après stabilisation, d'autre part. Cette contribution se décline en trois points :

- caractériser les propriétés mécaniques de l'interphase par des essais mécaniques originaux, sur des échantillons constitués de granulats et de pâte de ciment avec des configurations géométriques différentes ;
- étudier l'effet de la lixiviation de l'interphase sur les propriétés mécaniques ;
- simuler les résultats des essais expérimentaux afin d'identifier les paramètres de cette zone par une approche inverse moyennant un modèle de zone cohésive. Cette identification numérique permet de préparer un travail plus vaste portant sur la mise au point d'outils de calcul utilisant le modèle de zone cohésive et permettant la prédiction de la dégradation d'origine chimique des propriétés mécaniques du béton.

Ce manuscrit comporte trois chapitres :

Le chapitre 1 est consacré, pour une grande part, à des généralités sur la microstructure et les propriétés physico-chimiques et mécaniques de l'interphase. Dans la suite, on présente en détail le phénomène de lixiviation des matériaux cimentaires et on met en évidence les facteurs influents sur ce phénomène.

Le chapitre 2 est consacré à la présentation des matériaux utilisés et à la description des protocoles expérimentaux de fabrication des échantillons et de réalisation des essais mécaniques à l'échelle de l'interphase, ainsi qu'à la présentation des résultats obtenus sur des échantillons sains (non lixiviés). Ce chapitre comporte deux volets selon la forme du granulat :

- Dans le premier volet, les échantillons sont constitués de deux granulats sphériques (calcite ou quartz) de 8 mm de diamètre, liés par une pâte de ciment. On présente l'étude des résistances mécaniques du composite, à différents stades d'hydratation, par des essais de compression et des essais de traction, en mettant en évidence la différence liée à la nature des granulats dans la caractérisation des propriétés mécaniques à cette échelle.
- Dans le deuxième volet, les échantillons sont constitués de granulats parallélépipédiques ($10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$) et de pâte de ciment. On utilise des essais mécaniques (traction et cisaillement directs) pour la caractérisation des propriétés mécaniques de l'interphase. Ces essais sont réalisés à différents temps d'hydratation. Une simulation numérique des essais de traction, utilisant un modèle de zones cohésives, est présentée afin d'identifier les paramètres mécaniques à l'interphase.

Le chapitre 3 est consacré à l'étude de la cinétique de lixiviation pour les deux types d'échantillon (granulats sphériques et parallélépipédiques) à l'échelle de l'interphase. Des composites dégradés, à différentes durées de lixiviation, sont soumis à des essais de compression, de traction et de cisaillement direct, pour étudier l'influence de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques. On s'intéresse en particulier à la résistance, au module d'Young et au module de cisaillement. Par ailleurs, les mêmes essais réalisés sur la pâte de ciment permettent de mettre en évidence le caractère dominant de la dégradation de l'interphase dans la lixiviation du béton.

Une conclusion permettra de faire le bilan des résultats obtenus et proposer, à travers des perspectives, des études dans la suite naturelle de ce travail.

CHAPITRE 1

Généralités sur les propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat

Sommaire

1.1 Généralités sur le béton	15
1.2 Béton à l'échelle mésoscopique	15
1.2.1 La pâte de ciment	15
1.2.2 Les granulats	17
1.2.3 Interphase pâte de ciment-granulat	18
1.3 Interphase pâte de ciment-granulat	18
1.3.1 Formation de l'interphase	18
1.3.2 Microstructure de l'interphase	21
1.3.3 Hydratation de l'interphase	27
1.4 Comportement mécanique du béton à différentes échelles	31
1.4.1 Comportement mécanique macroscopique du béton	31
1.4.2 Comportement mécanique mésoscopique du béton	32
1.5 Dégradation chimique par la lixiviation	36
1.5.1 Processus de lixiviation du béton	37
1.5.2 Etude de la lixiviation au laboratoire	39
1.5.3 Paramètres influençant le processus de lixiviation	41

14 GÉNÉRALITÉS SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DE L'INTERPHASE PÂTE DE CIMENT-GRANULAT

1.5.4	Caractérisation de la dégradation	46
1.6	Propriétés mécaniques du béton dégradé	47
1.7	Conclusion du premier chapitre	50

Ce chapitre présente une synthèse bibliographique et généralités sur le béton. Pour une part de ce chapitre, on passe en revue des notions de base de l'interphase : la description minéralogique, le mécanisme de formation et les gradients de propriétés de la zone d'interphase de la liaison « pâte de ciment-granulat ». Ensuite, on présente l'influence des propriétés physiques et minéralogiques des granulats sur cette zone. Enfin, on présente l'importance de l'interphase vis-à-vis du comportement mécanique et la durabilité du béton. Pour l'autre part de ce chapitre, on présente une étude bibliographique sur la phénoménologie de la lixiviation des matériaux cimentaires et ses facteurs influents, ainsi que sur les différentes méthodes d'essai de dégradation chimique. Cette étude permet de bien comprendre la cinétique de lixiviation du matériau cimentaire et son influence sur les propriétés physiques et mécaniques du matériau.

1.1 Généralités sur le béton

1.2 Béton à l'échelle mésoscopique

Le béton à l'échelle mésoscopique est un matériau poreux très hétérogène, que l'on peut assimiler à des systèmes triphasiques, constitués de gravillons entourés par une interphase, le tout noyé dans une pâte de ciment considérée comme homogène (figure 1.1).

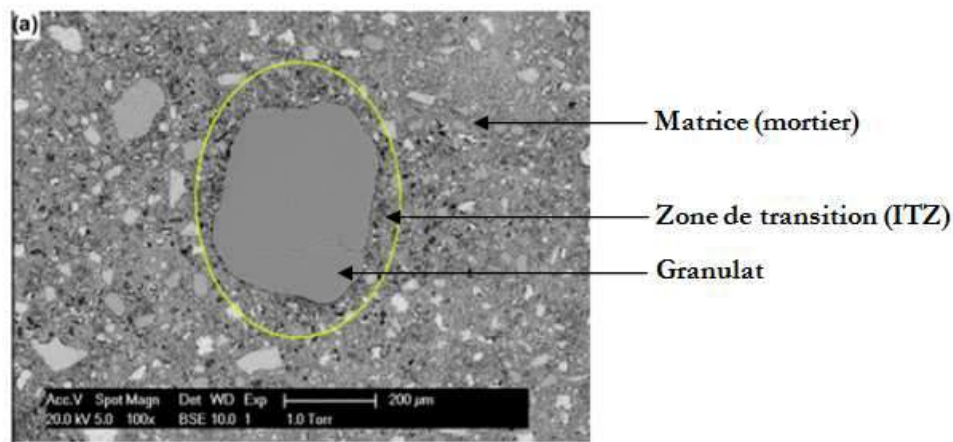


FIGURE 1.1: Exemple de microstructure d'un mortier [1]

1.2.1 La pâte de ciment

La pâte de ciment est le constituant à l'origine de la cohésion du béton, elle se caractérise par sa capacité à s'hydrater avec de l'eau pour former une matrice solide liant les granulats entre eux. La pâte de ciment est constituée de ciment anhydre, d'eau et d'éventuels additifs. Le ciment anhydre est composé essentiellement de clinker, qui assure la fonction de liant, et

d'autres constituants secondaires en proportions moindres. L'hydratation du ciment regroupe l'ensemble des réactions chimiques qui se produisent lors du mélange du ciment avec l'eau. Les principaux produits de l'hydratation sont les silicates de calcium hydratés (C-S-H) et la portlandite (CH). Ces hydrates sont à l'origine des propriétés mécaniques de la pâte. Au fur et à mesure de l'hydratation, la porosité capillaire diminue et les caractéristiques mécaniques de la pâte s'améliorent comme, par exemple, la résistance à la compression (figure 1.2).

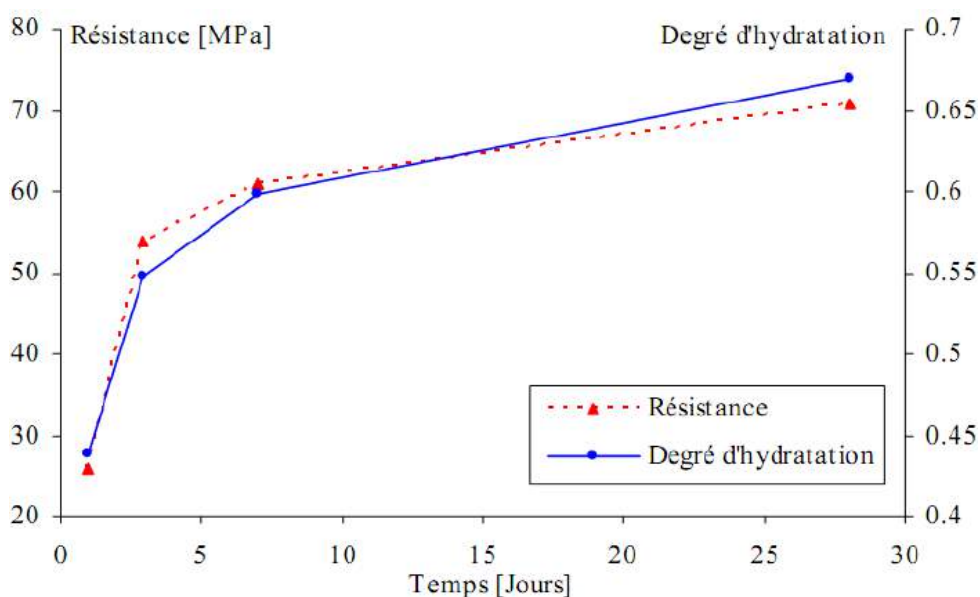


FIGURE 1.2: Evolution de la résistance à la compression et du degré d'hydratation en fonction du temps de durcissement [2]

Cette amélioration des propriétés mécaniques est très importante dans les 28 premiers jours. Au-delà de 60 jours, Camps [3] a constaté que la résistance à la compression du béton est quasiment constante. La cinétique de développement de la résistance à la compression du béton est influencée par la nature du ciment (figure 1.3).

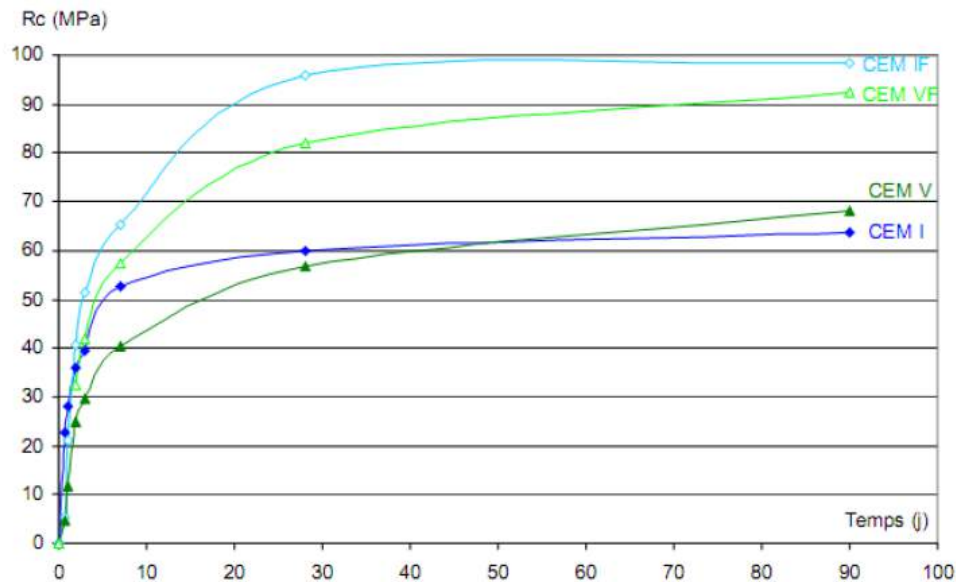


FIGURE 1.3: Evolution de la résistance à la compression du béton en fonction du temps de durcissement pour les ciments I, V, VF et IF [3]

1.2.2 Les granulats

Les granulats utilisés pour la fabrication du béton sont généralement d'origine naturelle. Ils sont obtenus en exploitant des gisements de sables et de graviers d'origine alluvionnaire terrestre ou marine, en concassant des roches massives (calcaires ou éruptives) ou encore par le recyclage de produits tels que les matériaux de démolition. Leur nature, leur forme et leurs caractéristiques varient en fonction des gisements et des techniques de production. Plusieurs classes granulaires sont utilisées dans un même béton :

- sables : grains de dimensions comprises entre 0,06 mm et 4 mm,
- gravillons : grains de dimensions comprises entre 4 mm et 25 mm,
- cailloux : grains de dimensions supérieures à 25 mm.

Les granulats proviennent essentiellement de roches sédimentaires siliceuses ou calcaires, de roches métamorphiques telles que les quartz et quartzites, ou de roches éruptives telles que les basaltes, les granites ou les porphyres. Indépendamment de leur nature, les granulats peuvent être alluvionnaires (dits granulats roulés) ou de carrière (dits granulats concassés). Dans les bétons courants, les granulats utilisés doivent avoir une bonne résistance mécanique et leur courbe granulométrique doit être optimisée pour permettre d'obtenir des mélanges de grande compacité. La nature minérale des granulats est un critère fondamental pour son emploi, chaque roche possédant des caractéristiques spécifiques en terme de résistance mécanique, de tenue au gel et des propriétés physico-chimiques.

La résistance mécanique des granulats influence celle du béton [4]. S'agissant du Béton Ordinaire (BO), la rupture s'effectue par décohésion de la pâte (surfaces de rupture intergra-

nulaires) qui est le point faible de l'assemblage. Pour le Béton à Haute Performance (BHP), les surfaces de rupture sont transgranulaires, ce qui implique probablement que la résistance du béton est limitée par celle du granulat.

1.2.3 Interphase pâte de ciment-granulat

Lors de l'hydratation du ciment, une liaison s'établit entre la pâte de ciment et les granulats qu'elle enrobe. Autour des granulats, il se forme une zone de pâte hydratée particulière, appelée auréole de transition, ou encore zone de transition interfaciale, notée ITZ (Interfacial Transition Zone) ou interphase, observable à la figure 1.1. De nombreux auteurs ont montré que les propriétés de la zone d'interphase sont différentes de celles du cœur de la pâte. Cette zone présente un rapport Eau/Ciment (E/C) plus élevé que le reste de la pâte, résultant de l'effet de paroi et du micro-ressuage, ce qui rend sa porosité plus élevée et sa microstructure hétérogène (une zone à gradient) [5].

1.3 Interphase pâte de ciment-granulat

Durant le malaxage, le compactage et la mise en place du béton, les granulats interagissent avec la pâte de ciment. Par conséquent, la microstructure de la pâte est modifiée au voisinage des granulats [6]. Cette zone intermédiaire est souvent appelée zone d'interphase ou Interfacial Transition Zone en anglais. Deux principaux phénomènes sont à l'origine de la formation de l'interphase :

- L'effet de paroi des granulats vis-à-vis des grains de ciment : arrangement perturbé des grains de ciment au contact du granulat se traduisant par la formation d'une porosité supplémentaire.
- L'accumulation d'eau autour des granulats : remplissage des vides créés par l'effet de paroi et micro-ressuage lors de la mise en place du béton.

Ces deux phénomènes ont pour conséquence une augmentation locale du rapport E/C au voisinage du granulat impliquant après durcissement un gradient de porosité. Ils existent d'autres phénomènes principaux favorisant la formation de la zone d'interphase comme l'effet de la « croissance unilatérale » ou le transport de la portlandite pendant le processus d'hydratation. La section suivante présente les mécanismes de formation de la zone d'interphase.

1.3.1 Formation de l'interphase

1.3.1.1 Effet de paroi

Le granulat constitue un obstacle vis à vis de l'agencement des grains plus fins de ciment qui vont s'organiser selon un assemblage moins dense qu'au cœur de la pâte loin de l'obstacle.

L'effet de paroi a été utilisé par Farran [7] pour mettre en évidence l'existence autour des granulats d'une interphase lors du contact pâte de ciment-granulat. Ceci conduit à un rapport E/C plus élevé par rapport au coeur de la pâte, ce qui induit une zone plus poreuse (figure 1.4).

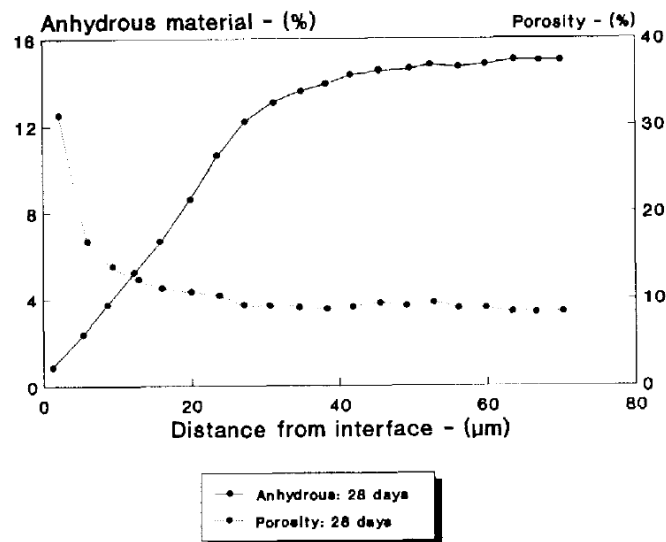


FIGURE 1.4: Gradient de microstructure (matériau anhydre et porosité) dans la zone d'interphase d'un béton à base de ciment portland ordinaire [8]

1.3.1.2 Effet du micro-ressuage

Ce phénomène se présente pendant ou après la mise en place du béton à cause de la différence de masse volumique entre chacun des composants du béton. L'eau du micro-ressuage est piégée à la partie inférieure des particules sous l'effet de la pesanteur (figure 1.5). Ce phénomène provoque un gradient du rapport E/C local dans l'interphase, conduisant à une porosité irrégulière à l'interphase. Cette porosité est plus notable dans la zone inférieure des granulats, voir la création de vides lors de l'évaporation des lentilles d'eau [9, 10].

L'effet du micro-ressuage est plus important dans le cas de béton que dans les composites à cause du processus de malaxage [11, 4].

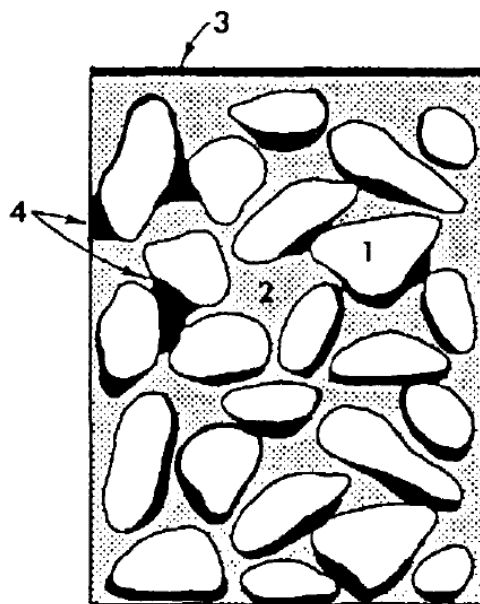


FIGURE 1.5: *Ressuage localisé dans le béton [8] : 1) Granulat, 2) Pâte de ciment, 3) Eau de ressuage et 4) Micro-ressuage.*

1.3.1.3 Croissance unilatérale

Au cours de l'hydratation, un autre phénomène participe à la formation de l'interphase : la croissance unilatérale. Auprès des granulats, les hydrates se développent dans une seule direction, vers la matrice de ciment. Ce phénomène se traduit par une augmentation de la porosité dans la zone adjacente au granulat. Par contre, dans la matrice de ciment, l'espace des pores peut être rempli par les produits d'hydratation grâce à leur migration selon les directions de l'espace libre.

L'effet de la croissance unilatérale est moins important que l'effet de paroi, mais il est plus important dans le cas des composites que dans le béton réel. Ce phénomène s'explique par le fait que la surface plane de granulat peut être considérée comme une paroi de longueur infinie. Ce phénomène peut conduire à une zone plus poreuse dans les 5 premiers microns adjacents aux granulats [12].

Le transport des hydrates contribue aussi à la croissance unilatérale. Plusieurs chercheurs [6, 11, 13] ont montré qu'il y a un transport des hydrates notamment de la portlandite pendant le processus d'hydratation. A l'interphase, les cristaux croissent sans restriction en raison de la disponibilité d'un espace libre. Les ions calcium et hydroxyde diffusant plus loin du grain de ciment anhydre, cela entraîne un excès relatif de portlandite dans la zone de l'interphase.

1.3.2 Microstructure de l'interphase

La microstructure de l'interphase a fait l'objet de plusieurs études. En conséquence, on ne trouve pas une composition minéralogique unique de l'interphase, avec l'existence de plusieurs modèles qui décrivent la minéralogie de cette zone : le modèle de Barnes [14], le modèle de Zimberman [15] et le modèle de Monteiro [16]. Cette différence entre les modèles peut être expliquée par le fait que la microstructure de l'interphase est influencée par le type de ciment, la nature des granulats et le rapport E/C.

Les études sur la microstructure de la liaison de ciment-agrégats nécessitent généralement l'utilisation du Microscope optique ou Electronique à Balayage (MEB) pour examiner les produits d'hydratation du ciment à l'interphase. Certains chercheurs ont montré des différences entre l'hydratation de la pâte au voisinage des granulats de celle qui a lieu au cœur de la matrice, dû au rapport E/C élevé dans cette zone. Par ailleurs, la microstructure de l'interphase est différente de celle de la pâte de ciment. La nature des hydrates dans cette zone peut être influencée par la surface et la nature chimique des granulats. Suzuki et Mizukami [17] ont montré que les hydrates se développent sur la surface des granulats, mais les quantités d'hydrates varient avec les différents types d'agréats. Plus tard, Hadley [18] et Barnes et al. [14, 19] ont montré l'existence d'une zone de la pâte dégradée entre la pâte de ciment et le verre ou le quartz.

Iwasaki et Tomiyama [20, 21, 22] ont étudié le film d'adhésion entre la pâte de ciment et les différents agrégats, et ont suggéré la séquence suivante de formation de l'interphase :

1. La précipitation des aiguilles d'ettringite sur la surface des granulats,
2. La précipitation des cristaux du portlandite,
3. La diminution de l'épaisseur et densification de l'interphase avec le durcissement.

Il est généralement admis que l'interphase n'est pas une zone homogène, et constituée de deux couches : une zone de contact appelée "film duplex" suivie par une zone intermédiaire.

1.3.2.1 Film duplex

Une première couche au voisinage des granulats est subdivisée en deux sous couches minces de cristaux de portlandite orientées perpendiculairement à la surface du granulat et de C-S-H de même épaisseur d'environ 0,5 micromètre d'épaisseur (figure 1.6). Barnes [14] a appelé cette couche "film duplex". Il a étudié la morphologie de la zone de contact développée entre la pâte de ciment Portland et une lame de verre "agréats". Il a démontré qu'un film duplex d'environ 1 micromètre d'épaisseur totale est déposé rapidement sur la surface du verre. Il s'agit d'un film continu de portlandite (Ca(OH)_2) recouvert par un réseau parallèle de Silicate de Calcium Hydraté (C-S-H) en forme de tiges perpendiculaires à la surface des granulats. Au début d'hydratation, ce film duplex est poreux. Au fur et à mesure de l'augmentation du temps d'hydratation, le film se transforme en une couche dense [23].

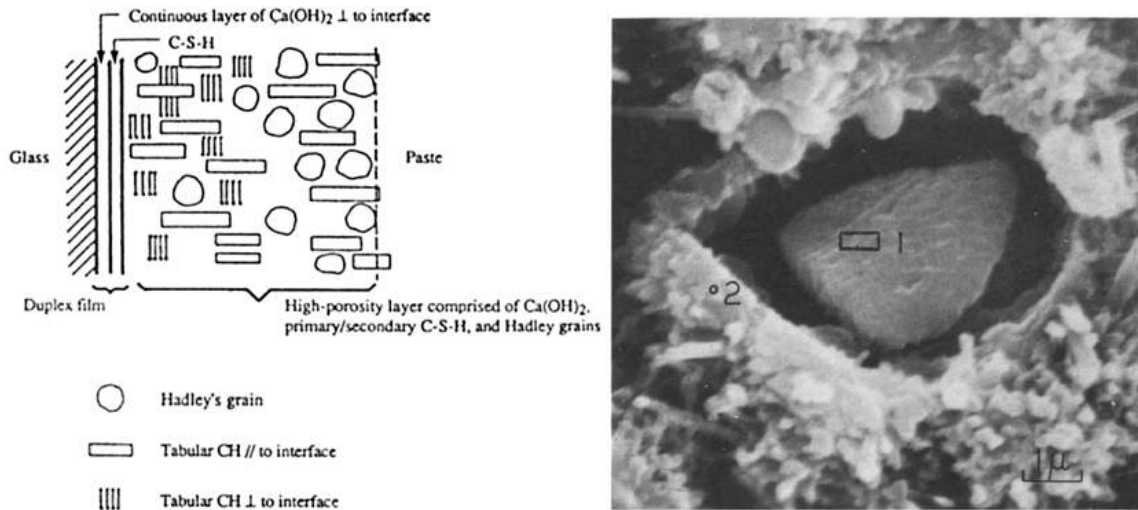


FIGURE 1.6: Modèle de Barnes et illustration d'un grain d'Hadley [14]

En outre le modèle présenté par Barnes, la microstructure de l'interphase a également été caractérisée par Zimbelman [15]. La première couche d'environ 2-3 μm peut être considérée comme l'équivalence du film duplex. Elle est constituée principalement de portlandite qui est orientée perpendiculairement à la surface des granulats et d'ettringite superposée sur la première couche de la portlandite (figure 1.7). Cette couche est formée durant les premières heures d'hydratation. Au-delà de 12 heures, la portlandite forme une couche dense continue. Monteiro [16] et Bentur [24] ont confirmé ces résultats par la suite. Par contre, le film duplex est influencé par les propriétés chimiques des granulats.

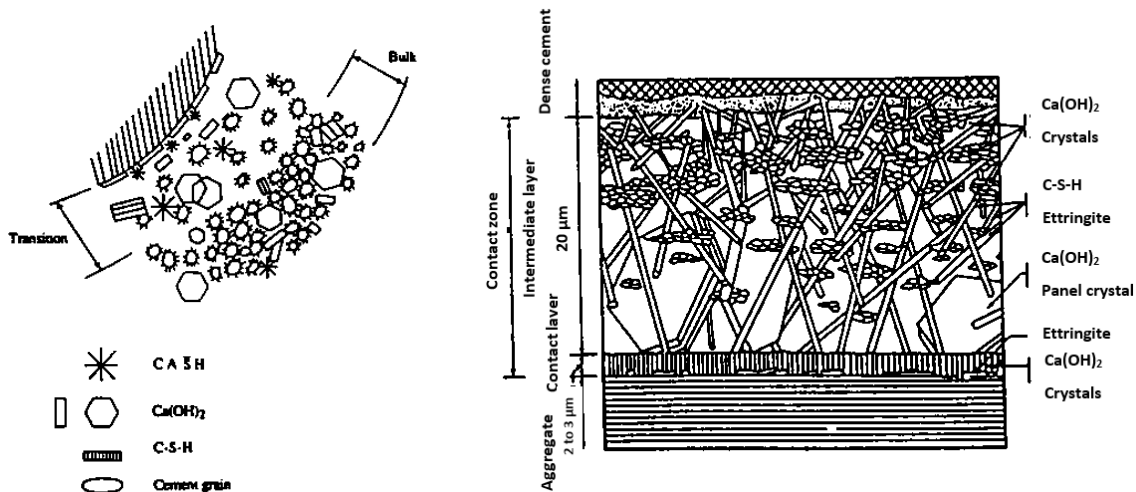


FIGURE 1.7: Modèle de Monteiro [16] et Modèle de Zimbelmann [15]

La nature des granulats influe fortement sur la qualité de l'interphase notamment du film duplex [25]. Les granulats calcaires sont réactifs avec la pâte de ciment [26], ils présentent une

interphase plus résistante et de porosité plus faible en raison des réactions chimiques qui se produisent au cours du temps d'hydratation, le processus chimique de surface entre la pâte et le granulat consiste à carbonater partiellement les phases de monosulfoaluminate de calcium hydraté (Afm) de la pâte de ciment pour former le monocarbolaluminate par réaction avec la calcite densifiant ainsi l'interphase. Cette réaction augmente la résistance du béton réalisé avec les granulats réactifs [25]. A l'inverse, des observations par microscopie électronique à balayage ont montré que l'adhérence entre la matrice et les granulats siliceux est faible [26] (figure 1.8).

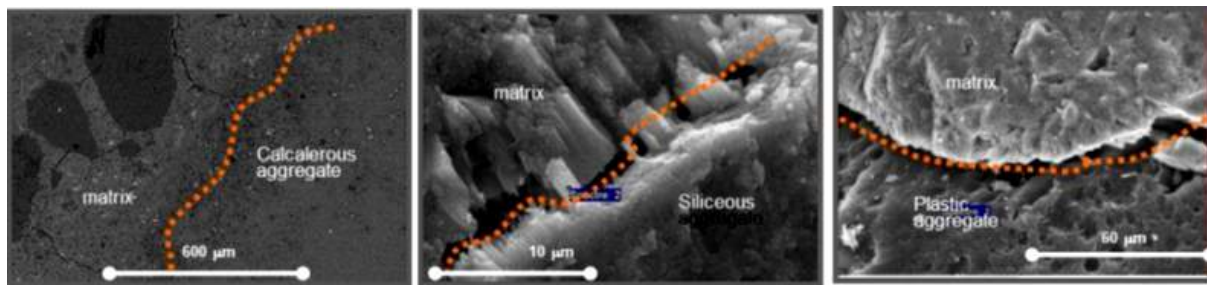


FIGURE 1.8: Influence de la nature des granulats sur l'adhérence entre les agrégats et la matrice. (a) Bonne adhérence pour les agrégats de calcaire. (b) Une faible adhérence pour les agrégats siliceux. (c) Aucune adhérence pour les agrégats plastiques [26]

Une réaction pouzzolanique entre le ciment et les roches siliceuses a été suggérée par Alexander et al. [27] et Schwiete et al. [28]. En effet, ils ont montré que le C-S-H peut se former à partir des réactions entre le quartz et la portlandite. L'examen d'un béton de 30 ans au microscope électronique à balayage a montré l'existence des fibres C-S-H sur la surface des grains de quartz [28]. Une suggestion semblable a été faite par Chatterji et Jeffery [29], à savoir, que les agrégats siliceux peuvent fournir une partie des produits nécessaires à la formation de C-S-H. Néanmoins, ils ont conclu qu'aucune liaison chimique véritable ne se produit entre le ciment et les agrégats siliceux.

Deux types de réaction chimique ont été proposés pour des agrégats de calcaire : la première réaction est la transformation de calcite de la surface des granulats en portlandite [7, 30]. Ces derniers auteurs ont proposé une hypothèse à savoir que cette transformation est due à l'attaque des alcalins, existant dans la pâte de ciment, de la roche calcaire. Cette attaque est justifiée par l'observation de la corrosion de la surface des granulats calcaires [7, 29]. L'autre type de réaction chimique possible entre la pâte de ciment et les agrégats calcaires est celle des aluminates de calcium présents dans le ciment pour former le carboaluminate [31, 28].

Selon d'autres auteurs, la nature des granulats ne change pas la minéralogie de la couche de contact. La comparaison de l'interphase de deux types de granulat (calcaire et siliceux) n'ont pas montré de différences fondamentales au niveau de minéralogie de cette zone. Cependant, de nouveaux minéraux apparaissent suite à des réactions entre des minéraux du granulat et de la pâte de ciment [32, 33].

1.3.2.2 Zone intermédiaire

Le film duplex est recouvert par une deuxième couche d'environ $50\text{ }\mu\text{m}$ d'épaisseur appelée zone intermédiaire. Elle est constituée de la portlandite, des C-S-H et de grains de Hadley (figure 1.6). La microstructure de la zone interfaciale, qui a été modélisée par Barnes, a été présentée en détail par la suite par Diamond [23]. Selon le modèle de Zimmerman [15], la couche intermédiaire a une épaisseur de $20\text{ }\mu\text{m}$. Elle se compose des cristaux de C-S-H et d'ettringite sous forme d'aiguilles et de portlandite sous forme de cristaux hexagonaux perpendiculaires à la surface des granulats. Monteiro [16] a confirmé l'existence de gros cristaux de portlandite et d'ettringite, mais aussi de grains de ciment anhydres au niveau de l'interphase.

Les minéraux qui existent dans certains types de ciment ou sous forme d'ajouts minéraux influencent la microstructure de la zone intermédiaire. Aïtcin [34] a constaté une réduction de la porosité et de l'épaisseur de l'interphase des Bétons à Hautes Performances (BHP). L'épaisseur de l'interphase est limitée à $12\text{ }\mu\text{m}$ pour les BHP alors qu'elle est supérieure à $50\text{ }\mu\text{m}$ pour les BO. L'ajout de la fumée de silice, particules ultrafines, réduit l'épaisseur de l'interphase en réduisant significativement la porosité de la zone intermédiaire et par la consommation de la portlandite de cette zone par les réactions pouzzolaniques. Aïtcin [34] a constaté une difficulté de distinguer l'interphase dans les BHP avec fumée de silice avec la pâte du cœur (figure 1.9).

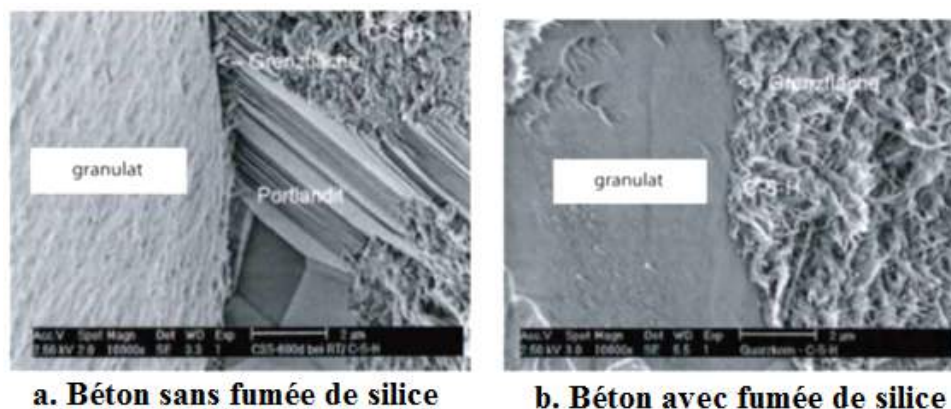


FIGURE 1.9: Microstructure de la zone d'interface granulat-matrice [34]

Plusieurs travaux ont été consacrés à l'étude de l'effet du rapport Eau / Ciment sur la microstructure de l'interphase. Ils ont montré que le rapport E/C affecte la zone intermédiaire. Elsharief [35] a utilisé le microscope électronique à balayage pour caractériser la microstructure de cette zone. Ces résultats ont montré que le rapport E/C joue un rôle important pour contrôler la microstructure de l'interphase et son épaisseur. Ainsi, la diminution du rapport E/C de 0,55 à 0,40 entraîne une interphase avec des caractéristiques proches de celles de la pâte du cœur (figure 1.10). Par contre, Scrivener [36] a considéré que l'effet du rapport Eau /Ciment est minime sur la microstructure de l'interphase.

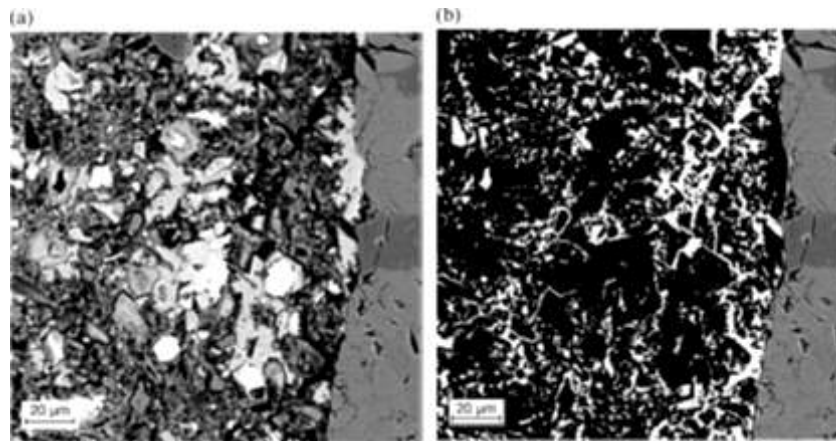


FIGURE 1.10: (a) Pâte de ciment autour d'un agrégat à 7 jours d'hydratation avec $E/C=0,55$; (b) les pores autour de l'agrégat représenté en (a) [35]

Cortas et al. [37] ont montré que la liaison pâte de ciment-granulat avec des granulats humides est plus poreuse, à cause du rapport E/C local très élevé à l'interphase (figure 1.11). La formation d'interphase dans ce cas est accentuée autour des granulats, ceci conduit à une liaison de mauvaise qualité. Dans le cas des granulats secs, l'interphase est moins développée dans le béton, avec moins de zones poreuses aux abords des granulats. Ces différences de porosité et de microstructure expliquent les différences observées en terme de propriétés mécaniques.



FIGURE 1.11: Images au MEB du béton de granulats humides [37]

L'effet du niveau de saturation des granulats sur la porosité de l'interphase a été confirmé aussi par Elsharief et al. [35], en utilisant des granulats légers artificiels poreux. Il a constaté que l'interphase des granulats légers à l'état sec est moins poreuse que celle de granulats à l'état humide.

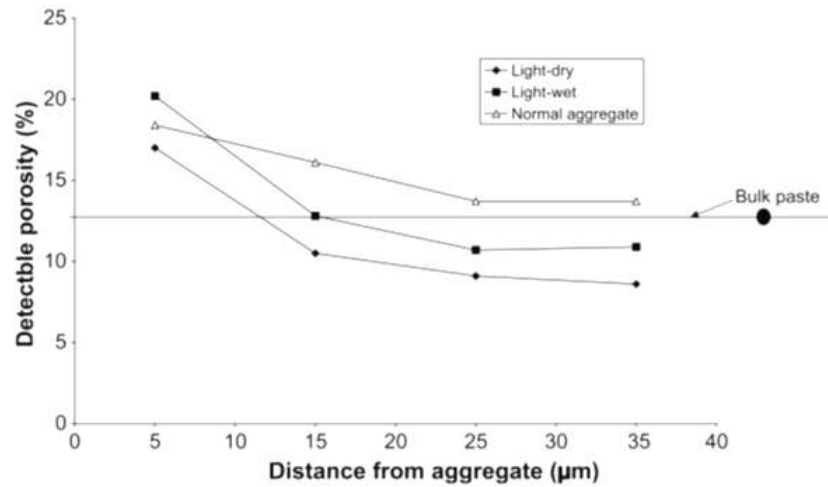


FIGURE 1.12: Porosité dans la zone d'interface des mortiers avec $E/C = 0,55$ à 7 jours [35]

Lo et Cui [38] ont constaté que la présence d'une surface poreuse minimise l'effet de paroi. En effet, l'épaisseur de l'interphase dans ce cas est d'environ 5 à 10 μm (figure 1.13). L'interphase est caractérisée par un réseau plus poreux composé d'aiguilles d'ettringite, suivi par une couche de C-S-H dense avec moins d'ettringite. L'effet de la porosité des granulats sur la microstructure de l'interphase notamment sur la porosité de cette zone ne fait pas l'objet à ce jour d'un consensus.

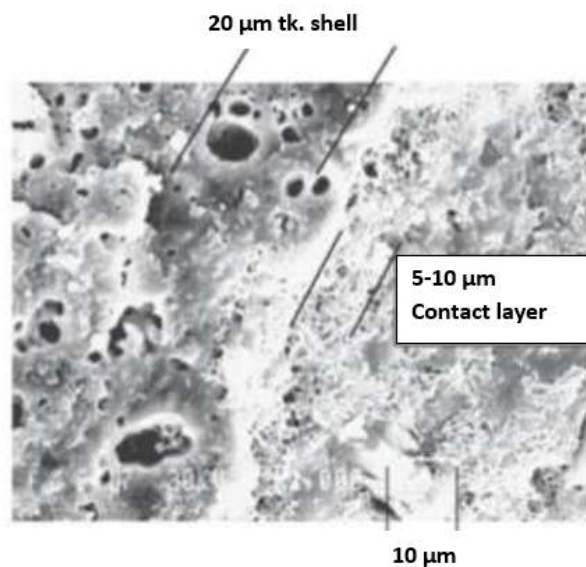


FIGURE 1.13: Zone d'interphase entre un granulat d'argile expansée et la pâte de ciment dans un béton léger [38]

1.3.3 Hydratation de l'interphase

1.3.3.1 Gradient de ciment d'anhydre et d'hydratation

Un gradient du rapport Eau / Ciment (E/C) se développe autour des agrégats dans le béton frais. En conséquence cela implique des conditions d'hydratation différentes entre l'interphase et le cœur de pâte. Le rapport E/C élevé dans l'interphase est dû à l'effet de paroi et au micro-ressuage. De ce fait, un gradient de grains de ciment anhydres se forme. Ollivier [39] a étudié, par diffraction des rayons X, la concentration de C_3S à proximité des granulats (figure 1.14). Il a constaté que la quantité des grains de ciment anhydre est plus faible à proximité des granulats qu'à l'intérieur de la matrice de la pâte de ciment. Scrivener et al. [11] [40] ont confirmé ces résultats en utilisant la Microscopie Electronique à Balayage (figure 1.15).

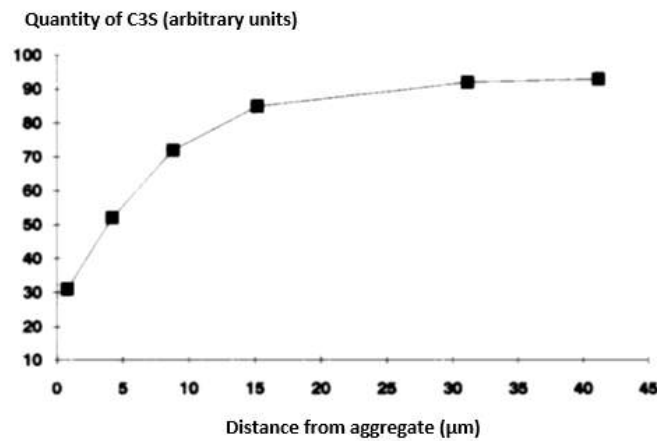


FIGURE 1.14: Evolution de la concentration en C_3S d'une pâte de ciment ordinaire coulée sur une surface plane d'un granulat ($E/C = 0,5$ après 10 jours) [39]

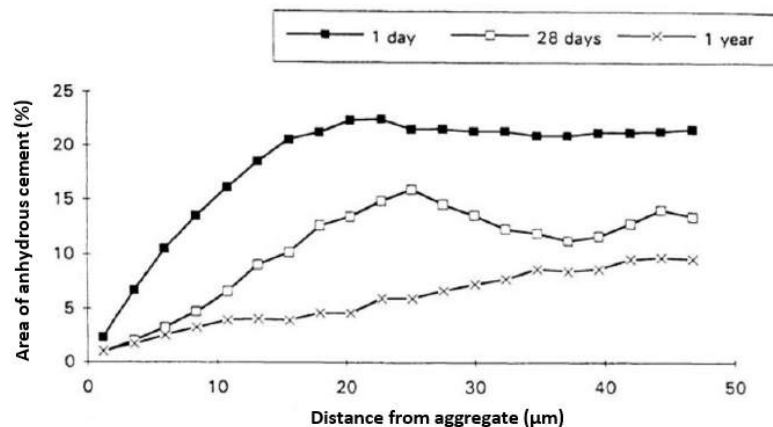


FIGURE 1.15: Evolution du ciment anhydre et degré d'hydratation calculé du béton âgé de 1 jour, 28 jours et 1 an [11]

D'autres auteurs [41, 42, 43] ont confirmé cette étude par l'évaluation du rapport CaO/SiO_2 , qui est un paramètre permettant d'examiner la concentration des hydrates surtout le transport de portlandite dans la zone d'interphase.

1.3.3.2 Gradient de la portlandite dans l'interphase

Le gradient de ciment anhydre créé va se traduire par un transport de la portlandite (hydrate le plus soluble de la pâte de ciment) des zones riches en ciment (cœur de pâte) vers les zones pauvres en ciment (surface du granulat). Pour mettre en évidence ce transport, Yuan et Older Yuan [44] et Larbi [43] ont étudié l'évolution du rapport CaO/SiO_2 en fonction de la distance par rapport à la surface des granulats. Ils ont constaté un rapport de CaO/SiO_2 très élevé à proximité des granulats (figures 1.16 a et 1.16 b).

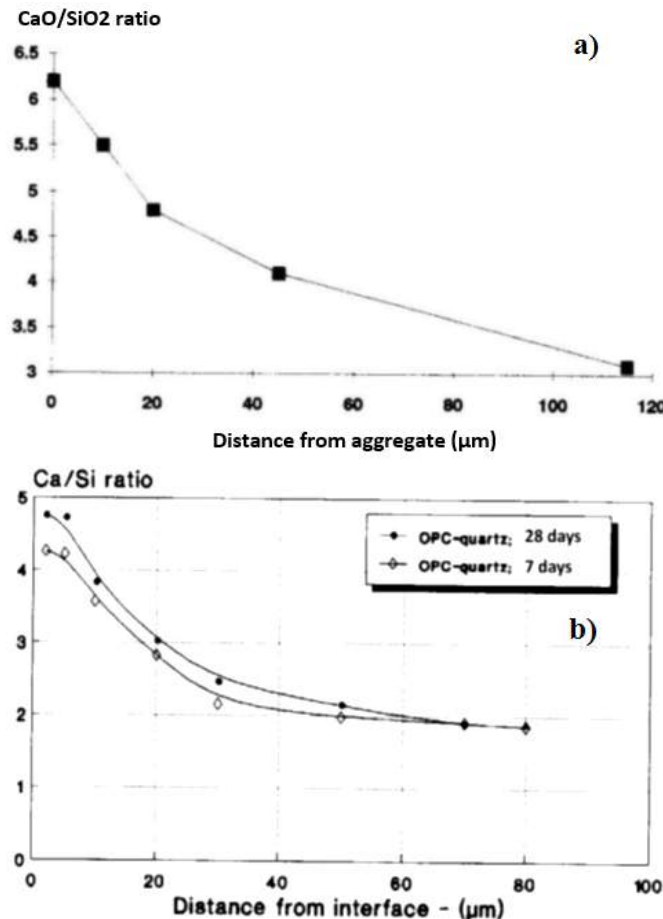


FIGURE 1.16: Gradient du rapport CaO/SiO_2 en fonction de la distance de l'interface marbre-pâte de a) C_3S à 28 jours [44] et b) C_3S à 7 et 28 jours [43]

Ce transport de portlandite conduit à une augmentation de la concentration de cet hydrate à proximité des granulats, et crée un gradient dans la zone d'interphase. La quantité maximale

de cet hydrate se trouve dans la première zone de 5 μm , à proximité de la surface des granuls. Au-delà de 15 μm à partir de l'interface, la quantité de portlandite reste stable et représente environ 5% du volume total de la pâte [45, 40] (figure 1.17).

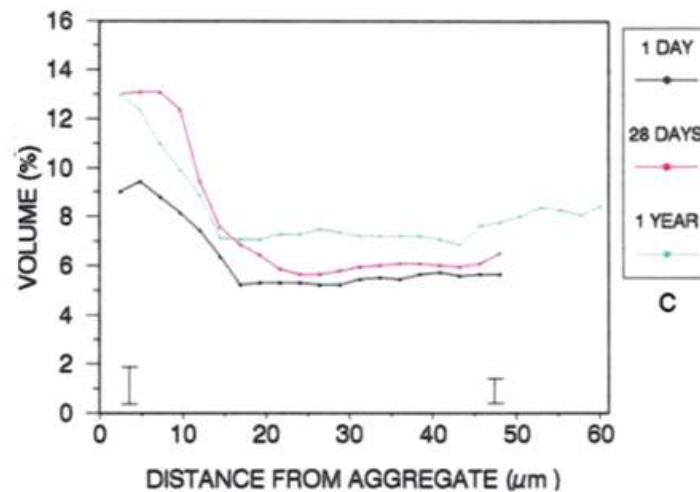


FIGURE 1.17: Gradient de la portlandite dans les 60 μm au voisinage du granulat pendant le processus d'hydratation [45]

Plusieurs auteurs ont constaté que la portlandite se forme autour des granuls de manière discontinue et non uniforme [46, 47]. En effet, l'épaisseur de cette couche peut atteindre jusqu'à 10 μm . Diamond et Huang [48, 49] et Scrivener [50] ont confirmé l'existence d'une couche de 5 μm de large de la portlandite (figure 1.18) qui se dépose irrégulièrement à proximité de l'interface et qui recouvre une surface importante des granuls. Ils ont considéré cette couche quasiment non poreuse.

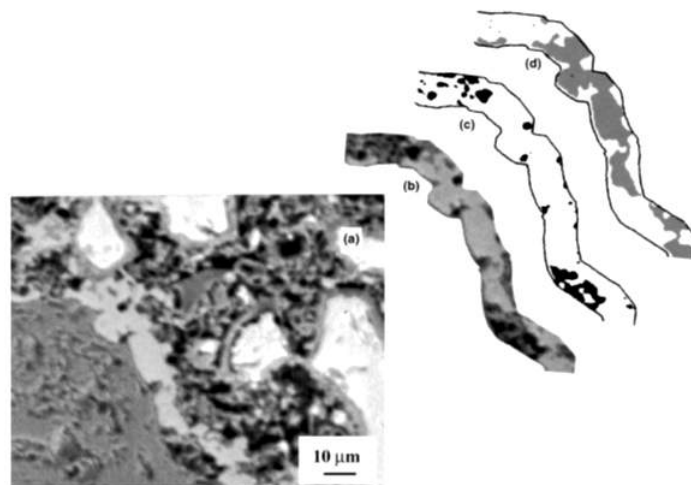


FIGURE 1.18: a) Interphase grain de sable de dolomite-pâte de ciment à 3 jours ; b) Première zone de 10 μm adjacente à l'interface ; c) Pores ; d) Portlandite [48]

1.3.3.3 Porosité de l'interphase

L'évolution du gradient de porosité dans la zone d'interphase est la conséquence de la combinaison de plusieurs phénomènes comme l'effet de paroi, le micro-ressuage et le transport des hydrates au cours de l'hydratation. La porosité de la zone d'interphase est souvent mesurée par analyse d'images. Scrivener et Pratt [51] sont les premiers à avoir développée l'analyse d'images de Microscopie Electronique à Balayage pour analyser la porosité de l'interphase. C'est une technique très efficace permettant de quantifier la répartition des constituants dans cette zone. Cependant, cette technique est limitée car elle ne permet pas de quantifier les pores de diamètre inférieur à $0,2 \mu\text{m}$ et ne caractérise donc que de la méso-porosité [52, 53, 54, 55, 48, 56, 57, 58, 59, 60].

Scrivener [56] a démontré que ce gradient de porosité diminue avec l'évolution du temps d'hydratation (figure 1.19). Par conséquent, l'épaisseur de la zone d'interphase évolue aussi au cours du temps. Ce gradient permet de mesurer l'épaisseur de la zone d'interphase.

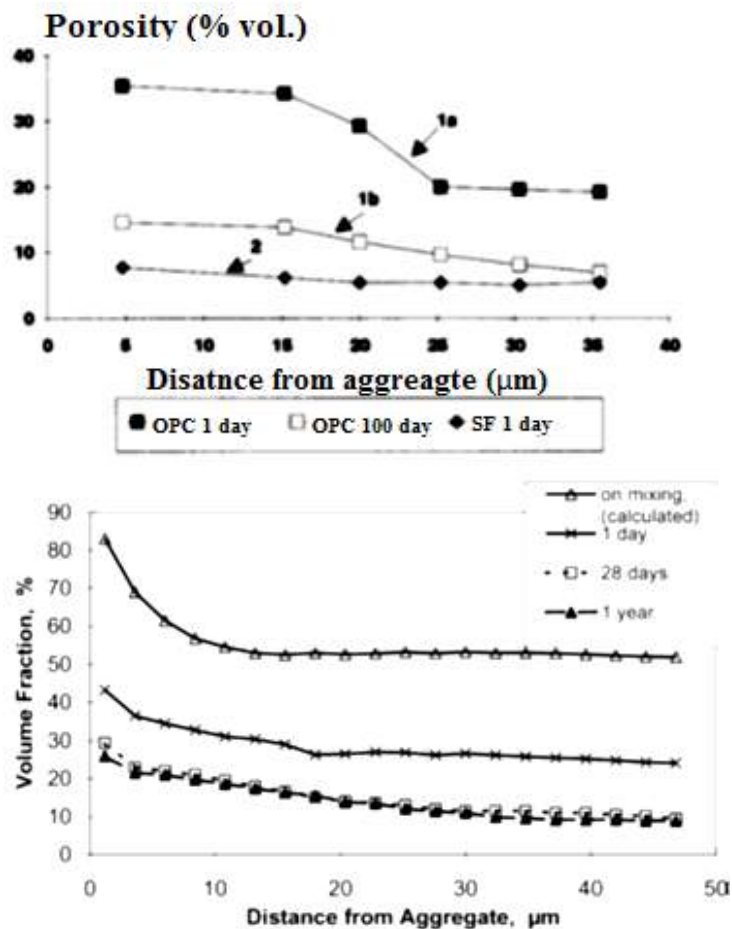


FIGURE 1.19: Evolution du gradient de la porosité dans la zone d'interphase d'un béton [56]

Pour accéder aux pores de taille inférieure à $0,2 \mu\text{m}$, Snyder [61] a utilisé la porosimétrie au

mercure. Cette technique complète celle d'analyse d'images. La pénétration du mercure dans les pores à des pressions croissantes permet d'accéder aux pores de taille comprise entre 3 nm et 400 μm (figure 1.20).

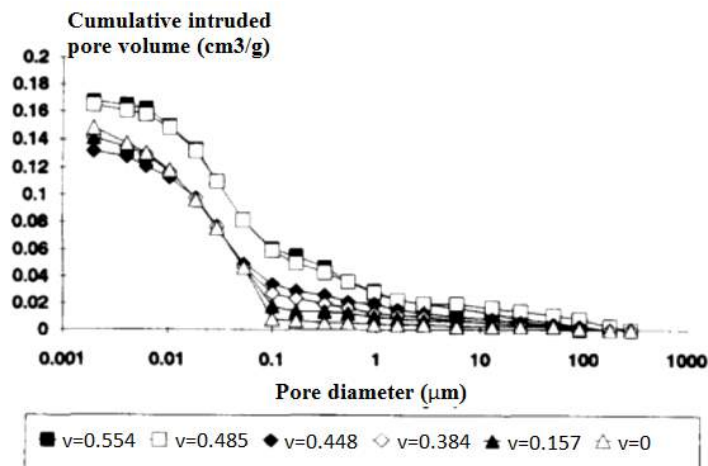


FIGURE 1.20: Evolution du volume de mercure dans les pores en fonction de la fraction volumique du sable [6]

1.4 Comportement mécanique du béton à différentes échelles

1.4.1 Comportement mécanique macroscopique du béton

Le comportement du béton macroscopique sous chargement uniaxial monotone (compression ou traction) peut être décomposé en trois phases distinctes [62, 63] présentées sur la figure 1.21 :

1. Une phase élastique : relation linéaire contrainte – déformation (jusqu'à 30% du seuil de rupture en compression et 80% du seuil en traction), les fissures initialement présentes ne se propagent pas, apparition des microfissures aux interfaces mortier-granulats. La pente de la courbe contrainte/déformation donne le module élastique d'Young E (si le comportement est isotrope).
2. Une phase d'amorce et de développement des microfissures : phase non linéaire avant pic, propagation des microfissures qui existaient déjà, dégradation progressive et modification des propriétés mécaniques du béton (perte de raideur). On constate une incurvation de la courbe contrainte/déformation jusqu'à l'atteinte d'un seuil de rupture.
3. Une phase de propagation de la fracture : les microfissures se propagent dans le béton et permettent une consolidation et l'augmentation des contacts au sein du matériau et la coalescence de micro-défauts en macro-fissures perpendiculaires à la direction de la

contrainte principale [64, 65]. La phase post-pic se traduit par un comportement adoucissant et s'achève par la ruine du matériau.

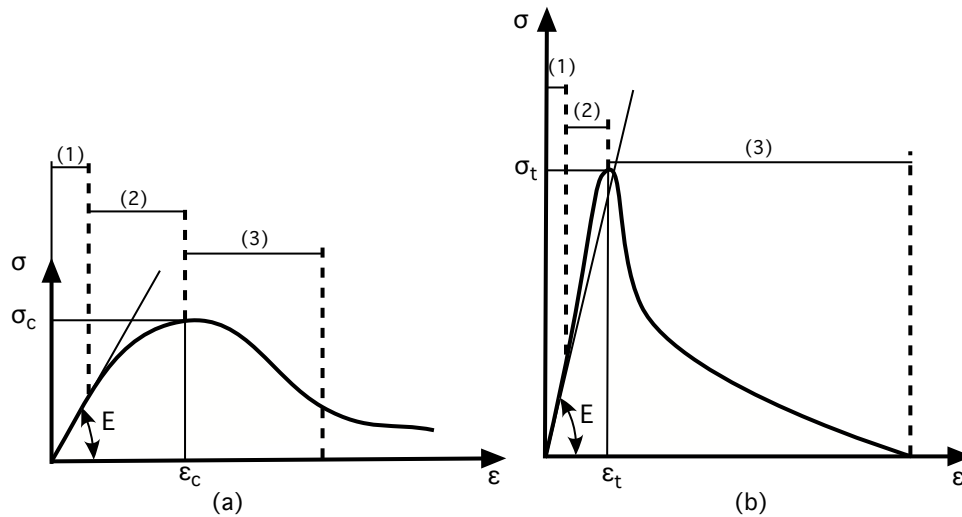


FIGURE 1.21: Comportement du béton en compression (a) et en traction (b) d'après [62, 63].
(1) Phase élastique, (2) Phase d'amorce et de développement des microfissures, (3) Phase de propagation de la fissure.

1.4.2 Comportement mécanique mésoscopique du béton

Dans les matériaux multiphasiques hétérogènes comme le béton, la propagation d'une fissure dépend de la ténacité locale des composants (capacité à résister à la propagation d'une fissure), de la géométrie et des propriétés des phases et des interphases. Une fissure, se propageant dans la matrice solide et atteignant une interface avec un granulat, peut soit pénétrer le granulat, soit le contourner le long de l'interphase, selon la nature de cette dernière et les propriétés de la matrice et du granulat (Figure 1.22). Dans les bétons, les granulats sont moins déformables que la matrice cimentaire, il en résulte une concentration de contraintes le plus souvent dans la zone d'interphase et une microfissuration qui pourrait s'y développer préférentiellement.

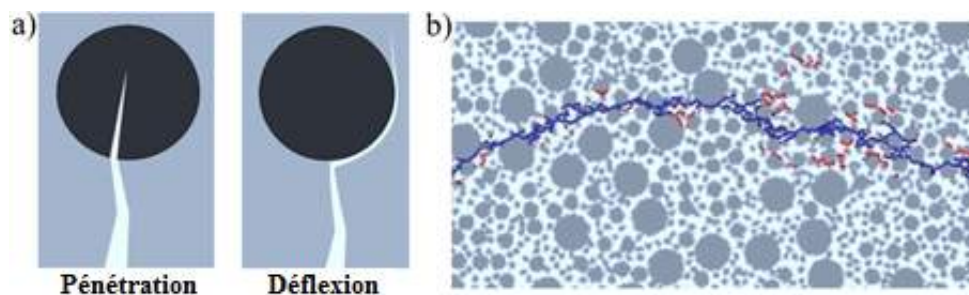


FIGURE 1.22: Propagation d'une fissure dans un matériau à inclusion granulaire par pénétration dans la particule ou par déflexion le long de l'interface simulation de fissuration [66]

Une étude complète du comportement mécanique du béton nécessiterait la prise en compte de la zone de transition et le matériau béton devrait être décrit à l'échelle mésoscopique comme un composite constitué de trois phases supposées homogènes : granulats-interphase-pâte.

1.4.2.1 Caractérisation des propriétés mécaniques de l'interphase

La compréhension précise des propriétés et du comportement mécaniques de l'interphase est l'une des questions importantes de ces dernières années, car les fissures se développent dans la zone la plus fragile et les propriétés de l'interphase sont considérées comme les plus faibles dans le béton. Cependant, les paramètres utilisés pour caractériser l'interface sont empiriques et déterminés expérimentalement [67, 68]. La détermination expérimentale des caractéristiques mécaniques de la zone d'interphase peut se faire selon deux approches :

1. une approche globale reposant sur des essais de traction directe, flexion, cisaillement de composites où l'interphase est considérée comme un milieu homogène,
2. une approche locale reposant sur la micro/nano indentation sous MEB.

Approche globale : La résistance de la liaison a été examinée par Alexander et al. [27] et Shah et Slate [69]. Ils ont montré que la résistance à la traction de la liaison de pâte de ciment-granulats est inférieure à celle de la résistance de la pâte de ciment pure. La liaison varie considérablement selon le type de roche et la rugosité de surface de granulats.

Certaines études ont été consacrées à la détermination des propriétés mécaniques de l'interphase entre les granulats et la matrice cimentaire par des essais de traction et de cisaillement. Hsu et Slat [70] ont caractérisé l'interphase par des essais de traction sur des composites granulats-mortier. Ils ont constaté que la résistance à la traction de l'interface varie de 33% à 67% de la résistance à la traction du mortier. Ils ont montré aussi que la résistance diminue avec l'augmentation du rapport eau / ciment. Les auteurs n'ont pas réussi à identifier une localisation de la rupture à l'interphase [70]. Kosaka et al. [71] ont démontré par des essais de cisaillement sur des composites (mortier-granulats) que l'angle de frottement est situé entre 30° et 40°. Récemment, Xiang et al. [72] ont confirmé que la résistance à la traction de l'interphase mortier-granulats représente environ la moitié de la résistance à la traction du mortier (figure 1.23). Par contre, la résistance au cisaillement de l'interphase était proche de la résistance au cisaillement du mortier.

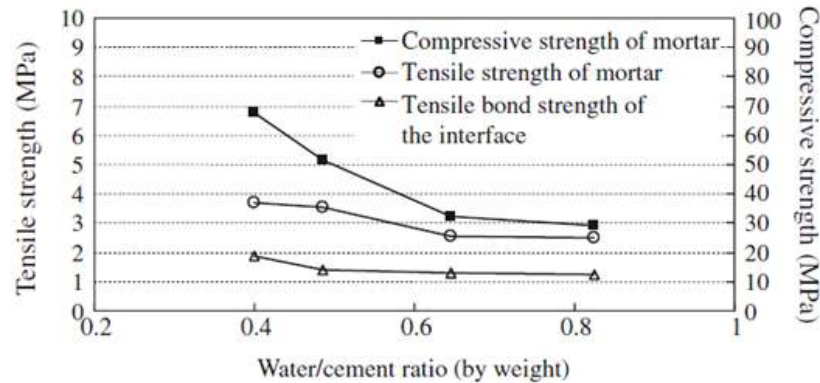


FIGURE 1.23: Résistance à la traction de l'interface à différents rapports E/C [72]

Approche locale : Lyubimova et Pinus [31] ont mesuré la microdureté, paramètre indiquant la compacité de la pâte de ciment, dans l'interphase pâte de ciment-granulat pour différents types de granulat et ciment (figure 1.24). Leurs résultats ont montré une variation de la microdureté de la surface des granulats jusqu'au cœur de la pâte. Le film duplex (les 2 à 3 premiers micromètres) est caractérisé par une dureté élevée alors qu'une chute spectaculaire de la dureté est observée dans la zone de transition. Le cœur de pâte, lui, est caractérisé par une dureté quasi-constante. La faible valeur de la microdureté dans la zone de transition a été expliquée par la porosité élevée et la faible quantité de la pâte de ciment.

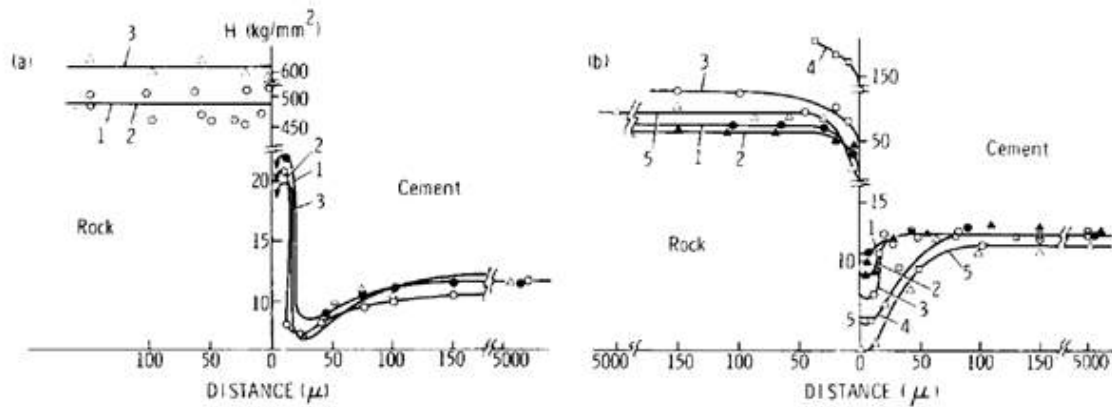


FIGURE 1.24: Variation de la dureté avec la distance de l'interface pour les différentes roches et différents ciments [31]

1.4.2.2 Effets des propriétés mécaniques de l'interphase sur les propriétés du béton

Les mécanismes de formation de la zone d'interphase et les microstructures induites font l'objet aujourd'hui d'un consensus dans la littérature. Cependant, ses conséquences sur les propriétés mécaniques et physiques macroscopiques du béton demeurent toujours un sujet contro-

versé. L'impact de l'interphase sur les propriétés mécaniques à la compression du béton a fait l'objet de plusieurs études durant ces dernières années. Certains auteurs ont trouvé que l'interphase pâte de ciment-granulat peut impacter ou modifier fortement le comportement mécanique du béton [73, 47, 74], par la mise en évidence d'une relation entre la résistance à la compression, la traction ou la flexion du béton avec celle du composite. Pour illustrer l'effet de l'interphase sur les propriétés mécaniques du béton, Alexander et al. [27] ont démontré l'existence d'une relation linéaire entre la résistance à la compression et à la traction de la pâte de ciment et la résistance de la liaison pâte de ciment-granulat. Ainsi, la résistance de la pâte est approximativement le double de la résistance de la liaison. Patten [75] a évoqué plus directement que l'interphase entre la pâte de ciment et le granulat influence les propriétés mécaniques à la compression et à la traction du béton. Il a utilisé du silicone pour recouvrir les granulats afin d'éliminer les réactions chimiques, sans affecter la nature morphologique de la liaison. Il a constaté que les bétons préparés à partir de granulats traités résistaient moins à la compression et à la traction que celles des bétons avec des granulats non traités. Oztekin [76] a démontré dans ses travaux une relation linéaire de la résistance du béton respectivement en compression ou en flexion avec la résistance en flexion de la liaison mortier-granulat. Il a constaté que de la résistance de la liaison mortier-granulat est d'environ la moitié que celle du mortier. Kawakami [77], en utilisant plusieurs types des granulats, a montré que la résistance en compression des bétons est proportionnelle à la résistance en flexion du composite mortier-granulat correspondant (Figure 1.25). Les résultats expérimentaux présentés mettent en évidence que la résistance à la compression du béton dépend de celle de l'interphase matrice cimentaire-granulat.

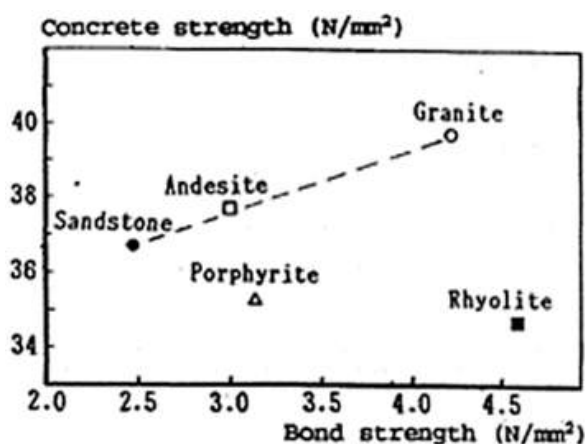


FIGURE 1.25: Relation entre la résistance du composite « roche-mortier » avec celle du béton [77]

Dernièrement, Husem [78] a confirmé que la résistance du béton est liée aux résistances de la liaison pâte de ciment-granulat, de la pâte de ciment et de la roche par une fonction linéaire. En effet, il a démontré que la liaison pâte de ciment-granulat contribue beaucoup (67%) à la résistance en compression du béton.

Toutefois, d'autres auteurs comme Fagerlund [79], de Larrard [80] et Rangaraju [81], ont affirmé que cette zone, même si elle existait, n'avait aucun effet sur les propriétés mécaniques

à la compression du béton.

Rangaraju [81] a préparé deux séries de béton de rapport E/C égal à 0,3 et 0,5. Chaque série contient 3 types de bétons de même quantité de ciment, granulats et sable. Ce qui les différencie, c'est notamment les classes granulaires du sable. Les propriétés du béton de sable fin doivent être inférieures à celle du béton de sable grossier, si l'interphase influence les propriétés mécaniques, notamment à cause de l'important volume de l'interphase et l'espacement inférieur entre les grains dans le cas du béton de sable fin. Il a conclu que la zone de transition n'a pas un effet significatif sur la résistance en compression du béton (figure 1.26).

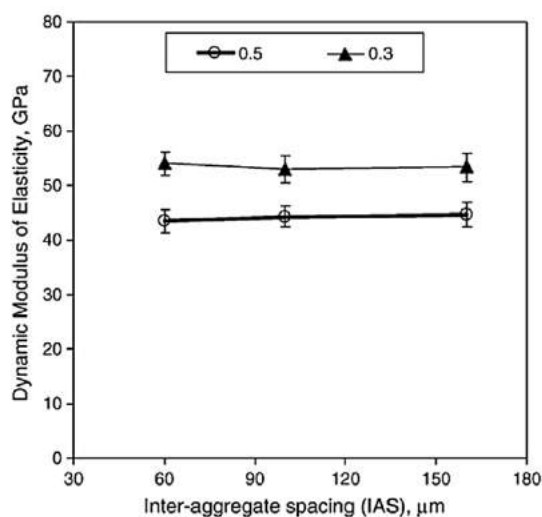


FIGURE 1.26: Résistance en compression à 28 jours en fonction de l'espacement entre les grains [81]

Cependant, peu d'études ont traité le rôle de la liaison de pâte de ciment-granulat dans la durabilité du béton. La plupart des études effectuées concernent l'effet de l'interphase sur la porosité et la perméabilité du béton. Mindess et al. [82], Wakely et Roy [83] et Malek et Roy [84] ont indiqué que l'interphase n'affecte pas beaucoup la perméabilité du béton et probablement n'affecte pas sa durabilité. Valenta [85] et Tognon et Cangiano [86] ont montré que la zone de l'interphase contribue significativement à la perméabilité et la durabilité du béton à partir des études de la structure des pores et des essais de gel-dégel. Ils ont conclu qu'une bonne liaison est un facteur essentiel pour la durabilité du béton et ils ont appelé à des études plus approfondies sur l'effet de l'interphase sur la durabilité du béton.

1.5 Dégradation chimique par la lixiviation

Le béton est un matériau hétérogène et poreux en équilibre chimique réagissant avec son environnement, et qui a un caractère basique (pH compris entre 12,5 et 13,5) [87]. Toutefois, le pH du milieu extérieur est souvent bien inférieur à celui du béton. De ce fait, l'eau (pH=7)

est considérée comme étant agressive vis à vis du matériau cimentaire. Le système chimique que représente le béton se trouve en déséquilibre avec le milieu extérieur. La différence de concentration entre la solution interstitielle et le milieu extérieur provoque des phénomènes de diffusion. Au cours du temps, ces phénomènes conduisent à la création de porosité dans la zone dégradée donc une perte de capacité portante et de qualité des ouvrages. Ainsi, l'augmentation de la porosité accélère la pénétration des agents agressifs. L'ensemble de ces phénomènes est généralement regroupé sous le terme de "lixiviation". La lixiviation du béton par l'eau peut endommager gravement les structures, même si la cinétique de lixiviation est très lente, mais peut provoquer un risque à long terme. Plusieurs ouvrages (canalisations, barrages, ouvrages de stockage de déchets radioactifs...), en contact direct avec l'eau, ont subi des dégradations chimiques et dégradations mécaniques.

1.5.1 Processus de lixiviation du béton

La lixiviation simple est un processus de dégradation du béton par l'eau (pure ou faiblement minéralisée). Quand un matériau cimentaire est en contact avec l'eau, cela provoque des gradients de concentration entre la solution extérieure et la solution interstitielle du béton. Ces gradients provoquent la diffusion des ions (les alcalins dans un premier temps Na^+ et K^+ , puis Ca^{2+} ; OH^- ,...). Les transferts ioniques vers l'environnement extérieur modifient l'équilibre chimique du milieu, et plus particulièrement celui des hydrates. Par conséquent, les perturbations de l'équilibre dans le matériau entraînent le phénomène de dissolution des produits hydratés pour rétablir l'équilibre tant que la dissolution et / ou la précipitation des hydrates sont possibles. La portlandite (CH) est le premier minéral dissout dans le processus de lixiviation. Quand elle est complètement lixiviée, l'équilibre du système est contrôlé par les C-S-H qui sont aussi soumis à une décalcification progressive au cours du temps [88, 89]. Les produits restants après la dissolution entière des C-S-H sont des gels de silice. Cette dégradation se développe à partir de la surface par diffusion des produits dissouts vers l'extérieur. On aura donc deux phénomènes consécutifs lors de la dégradation d'une part, des réactions chimiques de dissolution - précipitation, provoquées par les variations de concentrations, et d'autre part, le transport de matière par diffusion. Par conséquent, la porosité dans les zones dégradées augmente et les performances mécaniques diminuent.

L'équilibre entre les phases solides de calcium (Portlandite CH et C-S-H) et la concentration en calcium dans la solution de pore sont maintenant bien connues et traduit la relation entre le calcium en phase solide et en solution interstitielle (figure 1.27) [90, 91]. Le diagramme de la figure 1.27 illustre l'équilibre de rapport Ca/Si des produits hydratés en fonction de la concentration de calcium dans la phase liquide. Cette relation est présentée par une courbe linéaire par morceau qui caractérise les différentes zones correspondant à la dissolution de différents produits hydratés.

- La première zone où la concentration de calcium en solution est élevée (22 mmol/l) caractérise l'équilibre de la portlandite. La diminution de la concentration en Ca^{2+} provoque une diminution rapide du rapport Ca/Si de 2,5 à 1,5 qui correspond à la dissolution de la

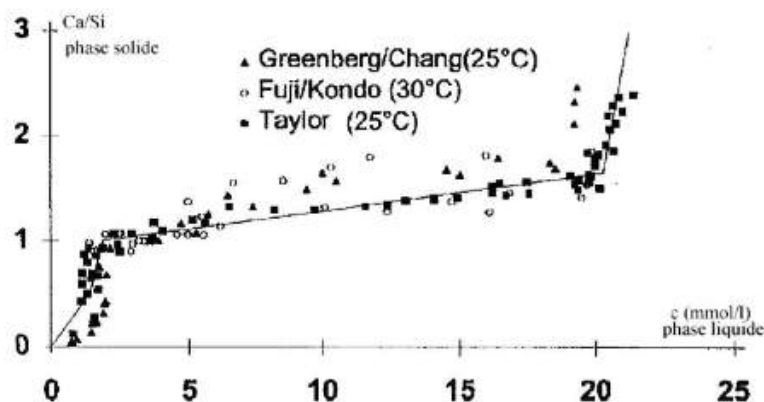


FIGURE 1.27: Diagramme d'équilibre entre le rapport Ca/Si dans la phase solide et la concentration en calcium en solution interstitielle

portlandite, qui est stable dans la pâte de ciment seulement lorsque la concentration en calcium est élevée (22 mol/m^3) c'est-à-dire pour un pH environ égal à 12,5.

- La deuxième zone correspond à la dissolution progressive de C-S-H pour une concentration proche en Ca^{2+} de 2 à 1 mmol/l, ce qui correspond à une diminution de pH de la solution interne de 11 à 9.
- La dernière zone pour un rapport Ca/Si varie de 1 à 0,3. Dans cette zone la structure moléculaire est proche de la tobermorite ($\text{Ca}_5\text{Si}_6\text{O}_{16}(\text{OH})_2 4\text{H}_2\text{O}$) [92].

Les travaux d'Adenot [93], Mainguy et Coussy [94] et Coussy et Ulm [95] ont permis d'établir une relation linéaire entre la quantité des principaux constituants lixiviés et l'épaisseur dégradée en fonction de la racine carrée du temps (figure 1.28).

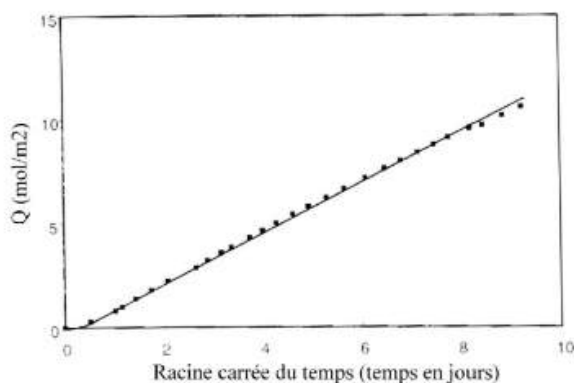


FIGURE 1.28: Quantité en calcium lixivié en fonction de la racine carrée du temps [93]

Des études de dégradation chimique déjà réalisées sur pâte de ciment et sur mortiers, [96, 93, 97, 98, 99, 91] ont démontré la présence des fronts de dissolution-précipitation dans la zone de lixiviation (figure 1.29).

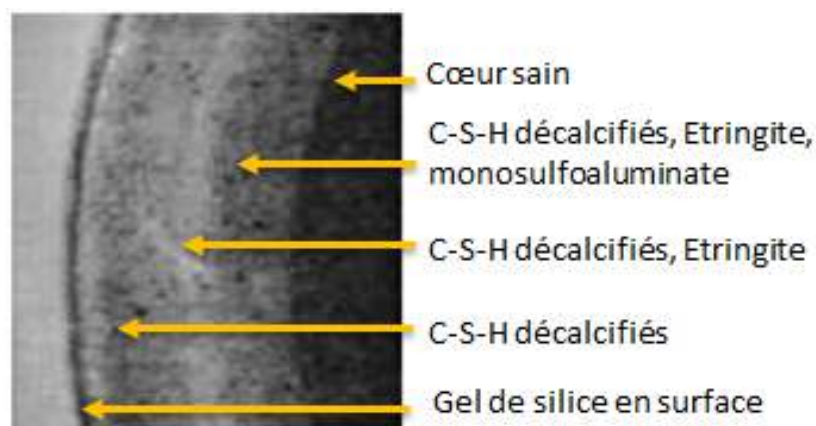


FIGURE 1.29: *Dégradation par lixiviation d'une pâte de ciment [93]*

Le premier front correspond à la dissolution complète de la portlandite, il constitue la limite entre la zone saine et dégradée. Le deuxième front correspond à la décalcification progressive des C-S-H et la dissolution des autres hydrates. Le troisième front correspond à la décalcification totale des C-S-H, il reste uniquement du gel de silice.

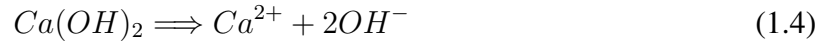
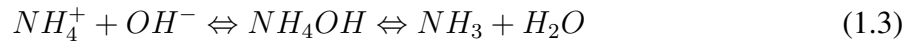
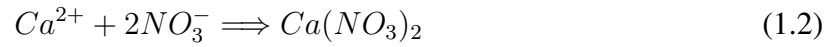
1.5.2 Etude de la lixiviation au laboratoire

La dégradation chimique par lixiviation d'une éprouvette de pâte de ciment par l'eau est un processus de dégradation très lent d'après Adenot [93]. Il a été montré que pour une éprouvette ayant un rapport Eau/Ciment de 0,4, une dégradation sur une profondeur de 4 cm nécessiterait une durée de lixiviation de l'ordre de 300 ans. Il est alors nécessaire, pour des expérimentations en laboratoire, de recourir à des techniques permettant d'accélérer ce phénomène sans en altérer les principaux traits. Le principe pour accélérer la dégradation du matériau cimentaire, consiste à accélérer soit le processus de dissolution, soit le processus de diffusion. Parmi les méthodes existantes, on peut citer l'application d'un champ électrique [99, 100], l'augmentation de la température [101, 87] ou l'immersion des échantillons dans une solution de nitrate d'ammonium (NH_4NO_3). Cette dernière méthode consiste en une augmentation du gradient de concentration entre la solution interstitielle et l'environnement, et aussi la présence d'ions étrangers dans la solution agressive accélère la solubilité des hydrates. Cette méthode a été choisie par plusieurs auteurs [89, 91, 102, 103, 104, 105] car elle provoque une dégradation similaire à ce que l'on constate dans le cas de l'eau, mais avec un temps caractéristique bien plus court. Dans notre étude, on s'intéresse uniquement à la dégradation chimique par le nitrate d'ammonium.

L'utilisation de la solution au nitrate d'ammonium NH_4NO_3 pour le béton est connue depuis le début du 20ème siècle. Morh [106] a été parmi les premiers à utiliser cette solution pour étudier son effet sur le béton et sur la chaux. Lea [107] a étudié aussi la réaction des ions Ca^{2+} issus de la dissolution de la portlandite et le C-S-H avec la solution de NH_4NO_3 . Ces travaux ont démontré la pertinence de l'utilisation de ce type de solution comme accélérateur de la

lixiviation du béton, comme par exemple : Lea [108], Bajza et al. [96], Carde [89], Tognazzi [91], Le Bellégo et al. [102], Heukamp [103], Kamali [101] ou encore H. Nguyen [109].

Le principe de la dégradation par la solution concentrée de NH_4NO_3 est premièrement la diffusion de l'ammonium à travers les pores du matériau. Le nitrate d'ammonium en milieu basique se dissocie en ammonium NH_4^+ et nitrate NO_3^- (équation (1.1)), qui réagissent avec les ions Ca^{2+} issus de la dissolution de la portlandite et le C-S-H (équation (1.4)). La consommation des ions Ca^{2+} par la réaction avec NO_3^- (équation (1.2)) modifie l'équilibre chimique entre la phase solide et la phase liquide du matériau et accélère non seulement le processus de dissolution de la portlandite mais aussi le processus de diffusion de calcium vers l'environnement. Ainsi, la réaction des ions OH^- avec NH_4^+ (équation (1.3)) provoque une diminution de pH du béton.



L'équilibre dissolution-précipitation de la portlandite dans ce cas est assuré pour une concentration en calcium importante d'environ 2730 mol/m^3 [91, 103], par rapport à 22 mol/m^3 dans le cas où il y aurait eu une lixiviation avec l'eau.

Carde [89] a démontré expérimentalement qu'il y a une grande similitude entre l'essai de dégradation par l'eau pure et celle par la solution de NH_4NO_3 (figure 1.30). De surcroît, il a aussi démontré que la solution NH_4NO_3 de $6,25 \text{ mol/l}$ a réduit d'un facteur 100 le temps nécessaire pour obtenir la même épaisseur dégradée de la pâte de ciment durcie par une eau pure.

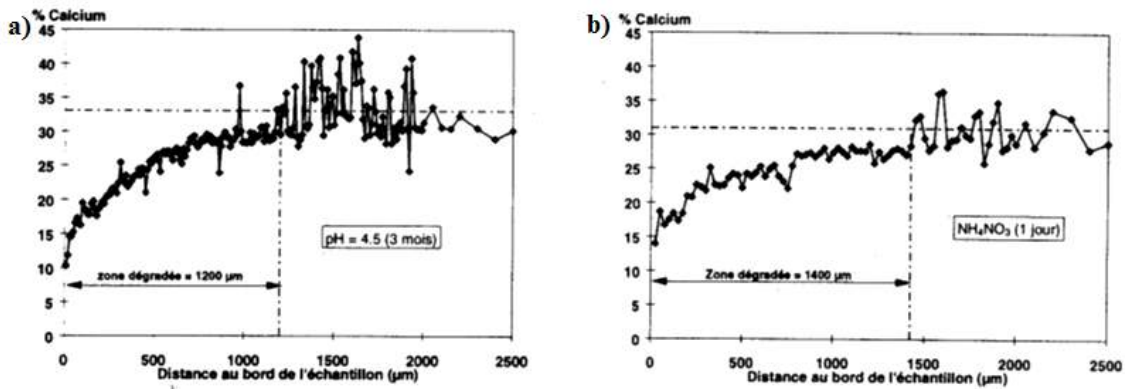


FIGURE 1.30: Profils de teneur en calcium au MEB d'une pâte de ciment CEM I à $E/C = 0,5$ dégradée a) avec l'eau b) avec le nitrate d'ammonium [89]

1.5.3 Paramètres influençant le processus de lixiviation

1.5.3.1 Présence des granulats

Les conditions locales d'hydratation au voisinage de l'interface pâte-granat sont modifiées dès le début des réactions à cause de la présence d'un excès d'eau dû, soit à l'effet de paroi, soit au ressuage, qui conduit à une augmentation locale du volume des pores dans lequel les hydrates peuvent se développer. Cette zone accélère les transports de matière, par le fait de sa porosité plus élevée. De plus, la présence des granulats influence la vitesse de diffusion, les granulats ralentissent le transport de la matière suite à l'augmentation de la tortuosité. Lobet [110] a démontré que le coefficient de diffusion effectif du béton diminue avec la teneur en granulat jusqu'à ce que celle-ci atteigne environ 50%. Au-delà, le coefficient de diffusion effectif semble être indépendant de cette teneur. Nguyen [109] a effectué des essais de lixiviation accélérés sur pâte de ciment, mortier et béton pour mettre en évidence l'effet de granulat sur la cinétique de lixiviation. La comparaison des résultats sur pâte de ciment et sur béton démontre que la présence du granulat constitue un obstacle sur le cheminement du transport de matière dans la pâte de ciment, ce qui ralentit le processus de diffusion des ions du calcium dans les pores vers l'environnement et peut introduire une tortuosité supplémentaire. Ainsi, en comparant les résultats de la dégradation de la pâte de ciment et le mortier, il a montré qu'il n'y a pas de différence de la cinétique de dégradation entre la pâte de ciment et de mortier. Il a proposé un modèle qualitatif en même temps des deux phénomènes physiques : un effet de tortuosité qui ralentit le processus de diffusion et un effet d'auréole de transition qui l'accélère surtout si les interphases sont connectées [109]. Pour caractériser l'effet de lixiviation de l'interphase sur les propriétés mécaniques des matériaux à base de ciment, une série d'expérimentations a été réalisée par Carde et al. [111] sur la pâte de ciment et le mortier, avec ou sans fumée de silice. L'ajout de la fumée de silice permet la consommation de la portlandite par la réaction pouzzolanique pour former des C-S-H, induisant la réduction de l'interphase [112]. Concernant les échantillons contenant de la fumée de silice, il a été démontré qu'il n'y a quasiment aucune différence en terme de résistance entre la pâte de ciment et le mortier. Ceci est notamment justifié par des propriétés de l'interphase qui se rapprochent de celles de la pâte. S'agissant des échantillons sans fumée de silice, il y a une perte de résistance plus importante du mortier par rapport à celle de la pâte. En effet, ceci est dû à la concentration élevée de la portlandite au niveau de l'interphase. En conséquence, la lixiviation préférentielle de cet hydrate engendre une perte de cohésion entre la pâte de ciment et les granulats. De surcroît, cela implique une diminution considérable des propriétés mécaniques.

Lors d'une étude expérimentale récente, Buzzi [113] a soumis des composites roche-béton à la lixiviation accélérée en utilisant du nitrate d'ammonium pendant une période de 100 jours à l'issue de laquelle des essais de cisaillement ont été réalisés. Il a été montré qu'une dégradation d'une profondeur d'environ 2 mm produit un changement radical du comportement suite à la perte locale de propriétés mécaniques.

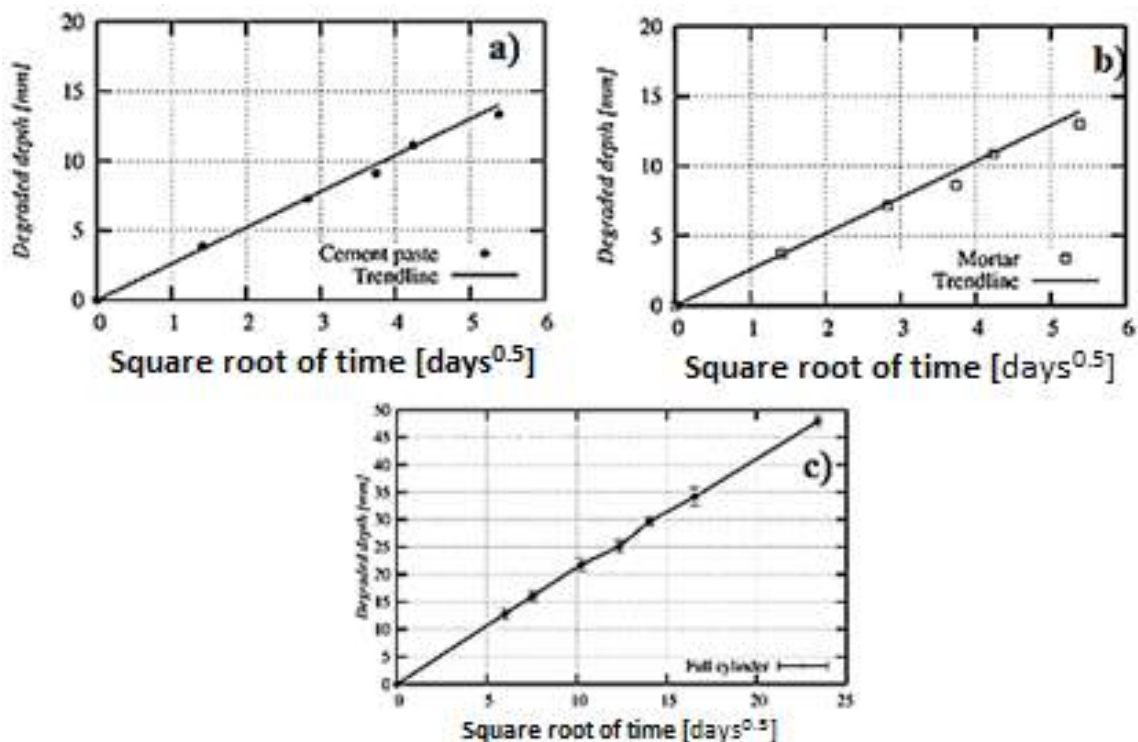


FIGURE 1.31: Evolution de l'épaisseur de dégradation en fonction de la racine carrée du temps a) d'une pâte de ciment b) d'un mortier c) d'un béton [109]

1.5.3.2 Fissures

Pour prédire correctement la durabilité des structures en béton, il faut aussi être capable de prendre en compte l'influence de la fissuration sur la dégradation chimique. En effet, une fissuration préexistante du béton est pratiquement inévitable. Elle peut être due, par exemple, au retrait, au transport ou/et à la manutention. En présence des fissures, Danese [114] a effectué des essais de dégradation au nitrate d'ammonium sur des éprouvettes en pâte de ciment fissurées. Il a observé que l'épaisseur dégradée de la zone non fissurée est plus grande que celle du fond de la fissure (figure 1.32). Ce résultat s'explique par la formation dans la zone de fissure d'un gradient de concentration plus faible (concentration en calcium plus élevée) qui réduit la vitesse de dégradation. Il a montré aussi que la dégradation atteint le fond de la fissure très rapidement dès le début de l'attaque.

Tognazzi [91] a étudié l'influence de la fissuration et de la dégradation chimique sur les propriétés de diffusion dans un mortier. Des essais de diffusion avec de l'eau tritiée (c'est une forme d'eau dans laquelle les atomes d'hydrogène ont été remplacés par du tritium) ont été menés sur des tranches de mortier préalablement fissurées à différents niveaux de chargement et/ou dégradées chimiquement par rapport à des mortiers témoins non dégradés. Les résultats montrent une augmentation du coefficient de diffusion effectif avec l'augmentation des niveaux de chargement (tableau 1.1) conduisant à une augmentation de la cinétique de la dégradation.

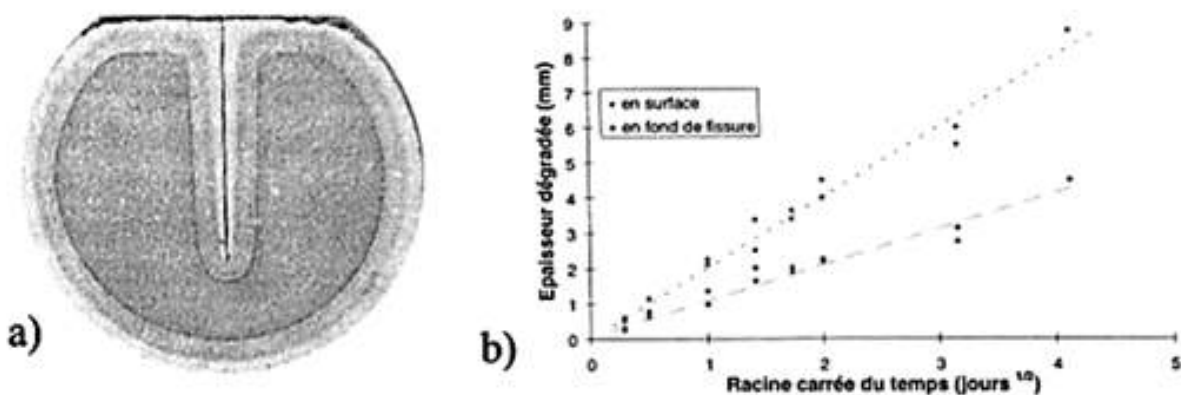


FIGURE 1.32: a) Profil de dégradation dans la section droite d'une éprouvette fissurée b) Evolution des épaisseurs dégradées en fond de fissure et en zone non fissurée [114]

Niveau de chargement	Coefficient de diffusion effectif en $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} (\times 10^{-12})$
Témoin	1,7
Témoin	1,7
Compression niveau 1 (au pic)	2,2
Compression niveau 1 (au pic)	2,0
Traction niveau 1 (au pic)	1,8
Traction niveau 1 (au pic)	1,4
Compression niveau 2 (post-pic)	3,3
Compression niveau 2 (post-pic)	3,3
Traction niveau 2 (post-pic)	2,4
Traction niveau 2 (post-pic)	2,6

TABLE 1.1: Evolution de la diffusion de l'eau tritiée à différents niveaux de chargement [91]

Torrenti et al. [115, 87] et Solberg (cité par [116]) ont étudié l'influence de l'ouverture de la fissure sur l'état de dégradation (figure 1.33). Ils ont démontré que, en présence de la fissure, une dégradation supplémentaire se développe sur les lèvres des fissures (figure 1.33). De plus, l'épaisseur dégradée croît avec l'ouverture de la fissure. Par conséquent, l'ouverture des fissures est un paramètre important qui gouverne la cinétique de dégradation sur les lèvres de la fissure.

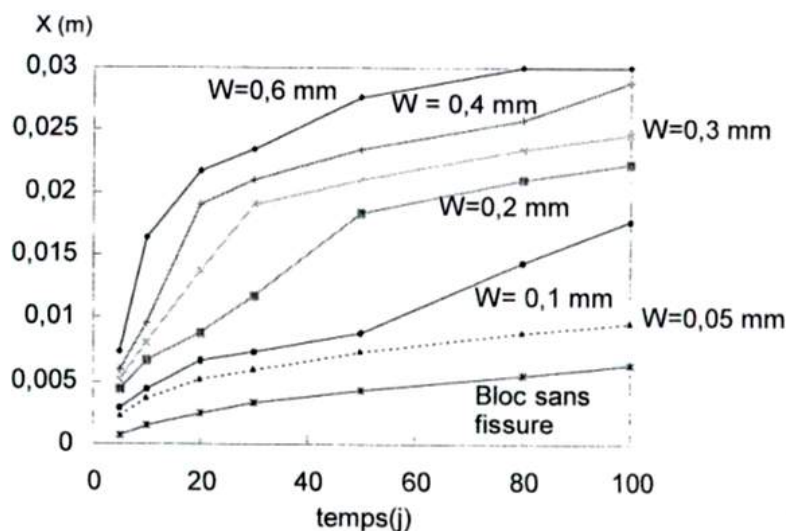


FIGURE 1.33: Influence de l'ouverture de la fissure W sur la cinétique de lixiviation [87]



FIGURE 1.34: Profil de dégradation dans la section droite d'une éprouvette fissurée (cité par [116])

1.5.3.3 Minéralogie du ciment

Les résultats existant dans la littérature sur la lixiviation des pâtes de ciment ont montré que la cinétique dépend du matériau utilisée (le type de ciment, la composition de mélange et le rapport E/C) et de l'environnement (le type de la solution agressive, la concentration de la solution, la température, le pH...). Cependant, en raison de la variabilité des matériaux testés et les protocoles de lixiviation utilisés, il est difficile de comparer les données et de quantifier l'effet de chaque paramètre.

Kamali et al. [105], pour mettre en évidence l'effet de la minéralogie du ciment sur la cinétique de dégradation, ont étudié la dégradation chimique par lixiviation sur quatre types de ciment : CEM I, CEMII/A, CEMIII/A et CEM V/A (figure 1.35). Ils ont montré que, pour le même rapport E/C, la profondeur lixiviée est plus faible pour le ciment avec des ajouts minéraux. Cet effet est plus important pour les pâtes de ciment CEM V / A et CEM III / A contenant une teneur élevée en additions minérales. Deux effets combinés peuvent expliquer ces résultats dus aux ajouts de laitier, des cendres volantes et de la fumée de silice :

- Les additions minérales diminuent la diffusivité ionique de matériaux à base de ciment. Ces systèmes contiennent moins de porosité capillaire que la pâte de ciment portland [117]. Thomas et al. [118], Hannawi et al. [119] et Kamali [120] ont prouvé que le coefficient de diffusion de chlorure dans la pâte de ciment CEM I est 7,5 fois supérieur à celle du CEM II / A (tableau 1.2).
- Les additions minérales diminuent la quantité de la portlandite dans la pâte de ciment, suite à la réduction du clinker et la consommation de la portlandite par la réaction pouzzolanique. La lixiviation de la portlandite augmente la porosité de la zone dégradée qui augmente par la suite la diffusivité ionique dans cette zone, ce qui contribuera à augmenter la cinétique de lixiviation.

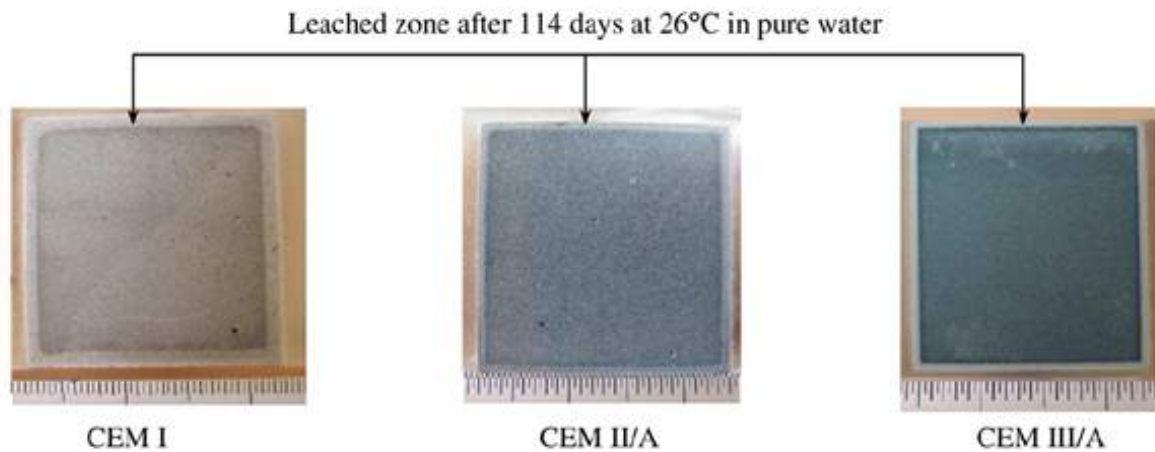


FIGURE 1.35: Photos des échantillons de pâte de ciment avec $E/C = 0,4$ lixiviés pendant 114 jours dans l'eau pure [105]

w/c	Coefficient de diffusion effectif des ions de chlorure m^2/s
CEM I	$2,4 \cdot 10^{-12}$
CEM II/A	$3,2 \cdot 10^{-13}$
CEM V/A	$2,6 \cdot 10^{-13}$

TABLE 1.2: Coefficient de diffusion effectif des ions de chlorure dans la pâte de ciment CEM I, CEM II/A, CEM V/A avec un rapport $E/C = 0,5$ [120]

1.5.3.4 Rapport E/C

Plusieurs auteurs ont étudié l'effet du rapport E/C sur les propriétés physiques du ciment Portland durci. T. C. Powers et T. L. Brownyard 1946 [121]] ont montré que la porosité augmente avec l'augmentation du rapport E/C (figure 1.36). En effet, la porosité de la pâte de ciment

joue un rôle important dans le processus d'échange dans les matériaux cimentaires. Kamali et al. [105] ont montré que la cinétique de lixiviation augmente avec l'augmentation du rapport E/C, ce qui a pour conséquence d'augmenter la porosité et la diffusion ionique. [122, 123]. L'augmentation de la diffusion ionique est plus importante pour les pâtes avec un rapport E/C au-dessous de 0,4 (tableau 1.3).

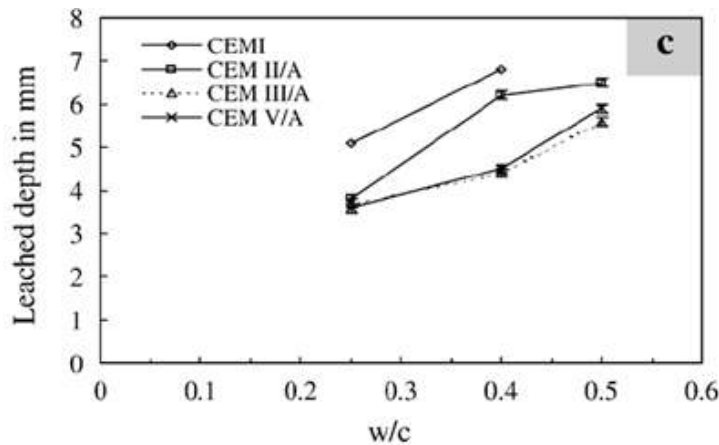


FIGURE 1.36: Profondeur dégradée des échantillons dans la solution de nitrate d'ammonium en fonction du rapport E/C [105]

w/c	Coefficient de diffusion effectif de tritium m^2/s	Référence
0,45	$9,8 \cdot 10^{-12}$	[122]
0,4	$5,0 \cdot 10^{-12}$	[123]
0,25	$5,4 \cdot 10^{-13}$	[123]
0,25	$6,3 \cdot 10^{-13}$	[122]

TABLE 1.3: Coefficient de diffusion effectif de tritium en fonction du rapport E/C

1.5.4 Caractérisation de la dégradation

La dégradation chimique du béton par lixiviation est le résultat d'une attaque par l'eau qui conduit à la dissolution des hydrates de la pâte de ciment. La portlandite (CH) est le premier minéral dissout dans le processus de lixiviation, suivi par la décalcification progressive du silicate de calcium hydraté (C-S-H) au cours du temps. Cette dégradation, qui se développe à partir de la surface par diffusion des produits dissouts vers l'extérieur, mène à une augmentation importante de la porosité du béton. Différentes techniques de caractérisation des matériaux ont été utilisées avec succès sur pâtes de ciment ou mortiers lixiviés par le nitrate d'ammonium [89, 91, 116, 101] :

Le microscope optique : permet d'observer les différents fronts dans la zone dégradée. Pour avoir de bons résultats, l'échantillon est découpé à l'aide d'une scie et la surface à observer doit être bien polie.

Le Microscope Electronique à Balayage (MEB) : permet d'identifier les hydrates présents dans chaque zone et d'observer leur structure. L'augmentation de la porosité des échantillons lixiviés, profils de concentration de principaux éléments (calcium, silicium, aluminium ...) dans la zone observable. Les échantillons doivent être imprégnés dans une résine incolore. Une fois l'échantillon imprégné de résine, la surface d'observation doit être polie.

La microsonde électronique : permet d'identifier les éléments chimiques présents dans les matériaux. Cette technique a été utilisée par Le Bellégo [116].

Microtomographie : l'acquisition des données de microtomographie consiste à envoyer un faisceau de rayons X sur l'échantillon, qui vont être plus ou moins absorbés selon les différents constituants du matériau étudié. Un scintillateur, placé après l'échantillon permet de convertir les rayons X non absorbés en lumière visible, pouvant être enregistrés au moyen d'un détecteur. La zone dégradée est plus poreuse, l'évolution du front de lixiviation est nettement discernable par différence de contraste, la pâte de ciment lixiviée étant moins dense et donc plus perméable aux rayons X (plus sombre) que la pâte saine [104].

Ces techniques mentionnées ci-dessus nécessitent une préparation précise de l'échantillon pour avoir des bons résultats, et sont coûteuses en temps de préparation, en temps d'essais et en matériel.

Les indicateurs colorés : permettent de distinguer l'environnement acide et basique. Le béton est un milieu basique ayant un pH qui varie de 12,5 à 13 [87, 124] mais la lixiviation du béton conduit à une diminution du pH de la solution interstitielle dans la zone dégradée. L'utilisation d'indicateurs colorés nous permet de distinguer la zone dégradée et la zone saine. La zone dégradée reste incolore et la zone saine prend une couleur rose ou bleu selon le type de l'indicateurs colorés : la phénolphthaléine (rose) ou la thymolphthaléine (bleu).

1.6 Propriétés mécaniques du béton dégradé

Les matériaux à matrice cimentaire sont largement utilisés dans la construction ou l'élaboration des barrières de confinement des structures de stockage des déchets nucléaires. La démonstration de durabilité de ces structures requiert une bonne connaissance de l'évolution des propriétés mécaniques lorsqu'ils sont soumis à une dégradation chimique par l'eau sur des

durées très longues. La dégradation chimique et l'altération mécanique du béton sont deux processus qui se produisent en même temps.

On distingue deux catégories d'étude expérimentale du couplage chimio-mécanique du matériau cimentaire. La première porte sur l'influence de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires. Le principe de ces études consiste à évaluer le comportement mécanique des échantillons qui ont subi au préalable une dégradation chimique. La seconde, rare dans la littérature, porte sur les influences simultanées des actions chimiques et des actions mécaniques sur des longues périodes.

Carde et al. [89] a réussi à séparer l'effet de la lixiviation au nitrate d'ammonium de l'hydroxyde de calcium (CH) et sur les C-S-H sur les propriétés mécaniques du pâte de ciment et mortier. Il a utilisé deux types d'échantillon de pâte de ciment à base de CEM I avec un rapport E/C de 0,45 et de pâte de ciment de CEM I contenant 30 % de fumée de silice pour consommer la portlandite. Il a montré que la lixiviation de l'hydroxyde de calcium (CH) est le paramètre essentiel qui provoque la diminution de la résistance et l'augmentation de la porosité. Il a expliqué que les échantillons totalement dégradés sans fumée de silice perdent 80 % de la résistance en compression. En revanche, les échantillons avec de la fumée de silice ne perdent que 40 % (figure 1.37). Les résultats indiquent aussi que la résistance à la compression des matériaux chute brutalement d'environ 70 % après la dissolution de la portlandite et que la dissolution progressive des C-S-H après la dissolution de la portlandite est responsable de la perte de 6 % de la résistance de compression.

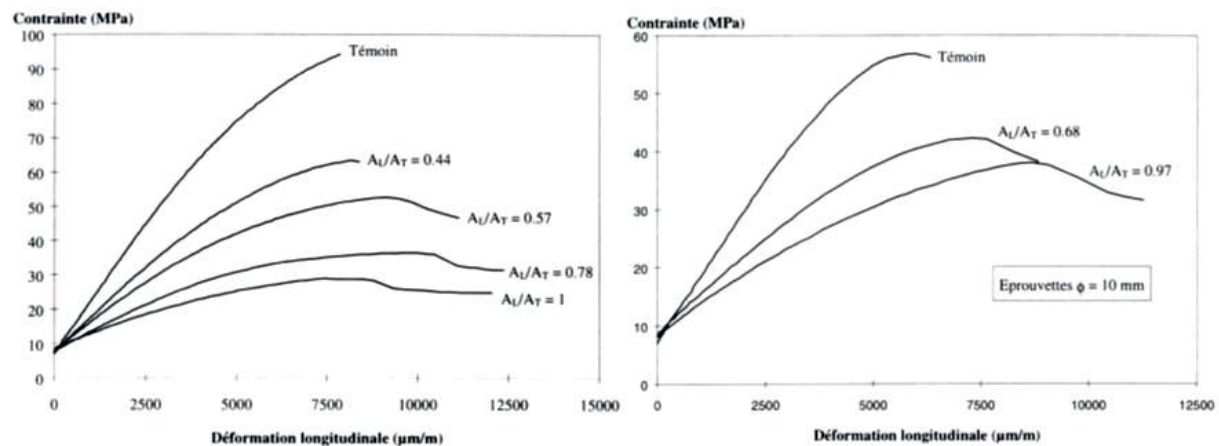


FIGURE 1.37: Courbes contraintes moyennes - déformation en compression à différents stades de la dégradation a) pâte de ciment CEM I E/C = 0,45 b) pâte de ciment CEM I + fumée de silice E/C = 0,45, FS/C = 0,3 [89]

Gérard [99] a confirmé l'influence de la dissolution de la portlandite sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires. Il a étudié la perte de microdureté d'un matériau lixivié en fonction de la perte de calcium de la phase solide. Il a établi la relation entre le module d'Young et la concentration de calcium en solution grâce à l'évolution des mesures de microdureté (figure 1.38). Les résultats montrent que la dissolution de la portlandite provoque une diminution

importante de la résistance et du module d'Young, suivie par une diminution légère due à la décalcification progressive des C-S-H.

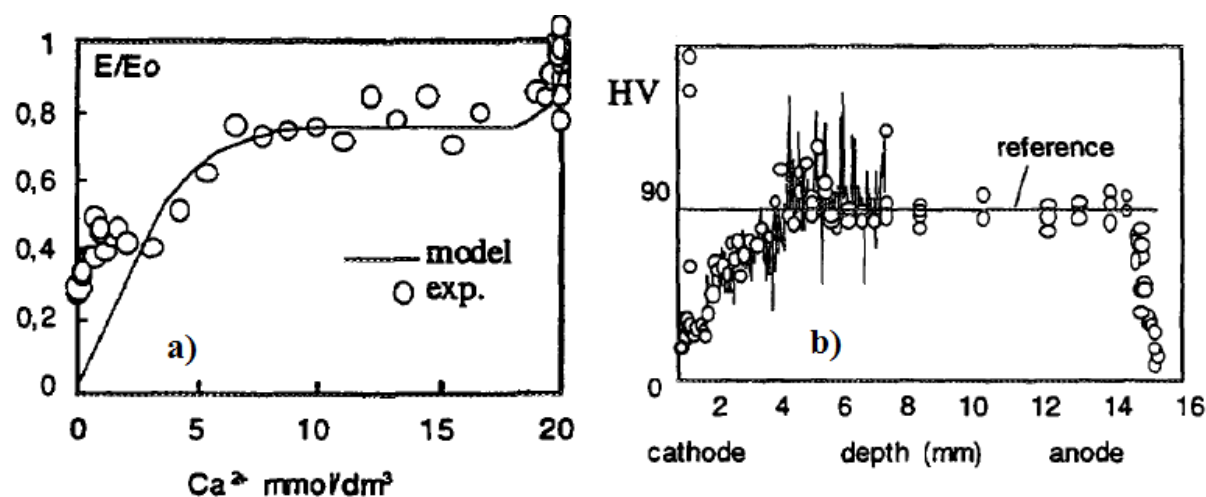


FIGURE 1.38: a) Evolution du module d'Young en fonction de la concentration de calcium liquide
b) Evolution relative de la microdureté avec la profondeur [99]

Le Bellégo [116] a effectué des essais de compression, de traction et de flexion sur des éprouvettes de mortier partiellement dégradées par le nitrate d'ammonium. Il a mis en évidence que l'augmentation du taux de dégradation chimique conduit à une diminution du module d'élasticité, de la contrainte à la rupture pour les essais de compression et de traction (figure 1.39), une diminution de la rigidité, de la force maximale et de l'énergie de rupture pour les essais de flexion. Pour des taux de dégradation de 46, 59 et 74%, la perte de module sécant est respectivement de 23, 36 et 53%.

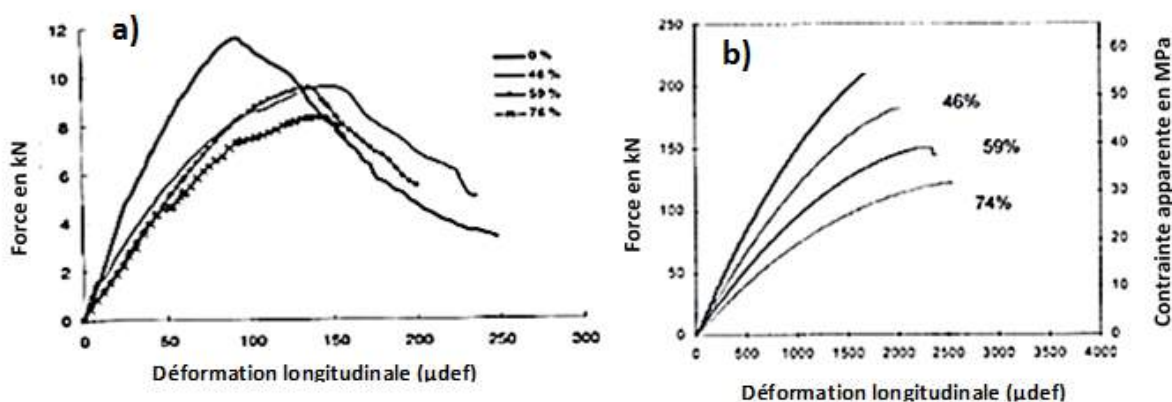


FIGURE 1.39: a) Essai de traction en fonction du taux de dégradation b) essai de compression en fonction du taux de dégradation [116]

Récemment Nguyen [109] a effectué des essais de compression et sous chargement cyclique sur des éprouvettes partiellement dégradées par le nitrate d'ammonium. Il a démontré que l'augmentation du taux de dégradation chimique conduit non seulement à une diminution du module d'élasticité et de la résistance mais provoque aussi une augmentation des déformations irréversibles et changement du comportement du béton qui devient de plus en plus ductile lorsqu'il est plus en plus dégradé (figure 1.40).

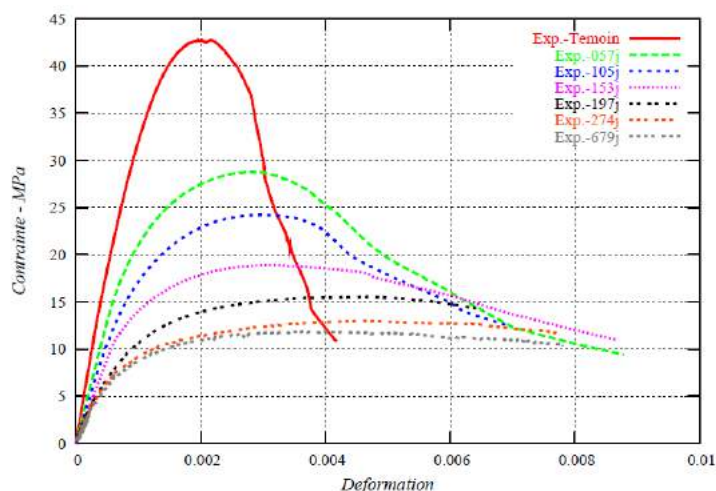


FIGURE 1.40: Courbes contrainte - déformation de l'essai de compression à différentes échéances de dégradation [109]

1.7 Conclusion du premier chapitre

Dans ce chapitre, une synthèse bibliographique est effectuée sur l'état des connaissances concernant l'interphase entourant les granulats, concernant sa microstructure, sa porosité, l'influence de la nature des granulats et des ajouts minéraux. Les mécanismes de formation de la zone d'interphase ont été bien étudiés dans la littérature. Ils combinent des aspects physiques (l'effet de paroi, l'effet du micro-ressuage, la croissance unilatérale) et chimiques (le transport d'hydrates). Les études ont démontré que cette zone est fortement poreuse et son épaisseur dépend de plusieurs paramètres : le type de ciment, la nature des granulats, la porosité des granulats,... Dans un béton ordinaire, l'épaisseur de l'interphase est de 20 à 100 μm . Les études sur la liaison « pâte de ciment - grnatul » ont montré que cette liaison peut impacter ou modifier fortement le comportement mécanique du béton. La zone d'interphase est donc une zone qu'il convient de caractériser afin d'en comprendre le rôle en vu d'améliorer la résistance du béton. Malgré l'importance manifeste de cette zone, il manque dans la littérature des résultats sur la caractérisation de ses propriétés mécaniques (module d'Young, potentiel de déformation et énergie de rupture). Dans ce travail, on propose une caractérisation des propriétés mécaniques de cette zone par des essais originaux conduits à l'échelle de l'interphase pâte de ciment-grnatul.

Par ailleurs, on a analysé les travaux réalisés sur le phénomène de lixiviation des matériaux cimentaires ainsi que les différentes méthodes d'essai de dégradation chimique. Ceci a permis de bien comprendre la cinétique de lixiviation des matériaux cimentaires et son influence sur les propriétés physiques et mécaniques de ces matériaux. La dégradation chimique du béton par lixiviation est le résultat d'une attaque par l'eau qui conduit à la dissolution des hydrates de la pâte de ciment, notamment des espèces contenant du calcium (Ca^{2+}). La portlandite (CH) est le premier minéral dissout dans le processus de lixiviation, suivi par la décalcification progressive du silicate de calcium hydraté (C-S-H) au cours du temps. Cette dégradation, qui se développe à partir de la surface par diffusion des produits dissouts vers l'extérieur, mène à une augmentation importante de la porosité du béton. Progressivement, les propriétés physico-chimiques et mécaniques du béton s'en trouvent modifiées et une perte de rigidité ainsi que de résistance du béton est constatée. De surcroît, la plupart des études expérimentales concernant l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires sont réalisées à l'échelle macroscopique. Cependant, l'effet de la lixiviation sur l'interphase reste peu abordé dans la littérature. La porosité très élevée et une forte concentration de la portlandite au niveau de l'interphase peut faciliter la lixiviation du calcium. Dans notre travail, on propose de caractériser l'effet de la dégradation chimique de l'interphase sur les propriétés mécaniques à cette échelle.

CHAPITRE 2

Etude expérimentale des propriétés mécaniques au cours de l'hydratation à l'échelle locale

Sommaire

2.1	Introduction	55
2.2	Echantillons avec des granulats sphériques	55
2.2.1	Matériaux étudiés	55
2.2.2	Procédure de fabrication des échantillons	57
2.2.3	Essais mécaniques	61
2.2.4	Résultats	64
2.2.5	Effet de la variation du protocole de conservation des échantillons sur les propriétés mécaniques	72
2.2.6	Discussion	76
2.3	Echantillons avec des granulats parallélépipédiques	79
2.3.1	Matériaux étudiés	80
2.3.2	Procédure de fabrication des échantillons	82
2.3.3	Essais mécaniques	85

2.3.4	Mesure des déformations par corrélation d'image	88
2.3.5	Résultats	90
2.3.6	Application : Modèle de Zone Cohésive (Cohesive Zone Model (CZM))	101
2.4	Conclusion du deuxième chapitre	110

2.1 Introduction

Ce chapitre présente l'ensemble des matériaux utilisés, et le protocole expérimental mis en œuvre. Cela commence par le choix du type et de la forme des granulats, la fabrication des échantillons, la vérification de leur reproductibilité et leur conditionnement. Ensuite, on présente les dispositifs expérimentaux originaux conçus et réalisés pour la conduite des essais mécaniques de compression simple, traction et cisaillement direct. Pour cette étude, deux types d'échantillon ont été préparés à l'échelle de l'interphase pâte de ciment-granat. Ces échantillons sont soumis à des essais mécaniques en vue de caractériser leurs propriétés mécaniques au cours de l'hydratation, afin de mieux apprécier le comportement mécanique à l'échelle locale et en particulier le rôle de l'interphase sur ce comportement.

Par ailleurs, on a montré que les besoins en termes de données expérimentales sur les propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granat sont très importants. L'objectif de la campagne expérimentale est donc de mettre en œuvre des essais originaux pour l'identification de paramètres permettant de caractériser une loi de comportement de cette interphase à différents stades de l'hydratation. Une part très importante de ce travail a été de proposer un protocole expérimental original de fabrication des échantillons à l'échelle de l'interphase pâte de ciment-granat. Ensuite, des dispositifs expérimentaux, adaptés à la taille et à la forme des échantillons, ont été élaborés afin de réaliser des essais mécaniques selon les modes de sollicitation de l'interphase : la compression, la traction et le cisaillement.

Ce chapitre est subdivisé en deux parties :

- La première présente le protocole expérimental de fabrication et les résultats des essais mécaniques sur des échantillons avec les granulats sphériques. Cette géométrie a été choisie pour se rapprocher des granulats dans un béton réel.
- La deuxième partie présente une autre géométrie des granulats choisie : il s'agit des échantillons avec des granulats parallélépipédiques. La forme parallélépipédique permet la réalisation des essais mécaniques (traction et cisaillement direct) pour caractériser les propriétés mécaniques de l'interphase.

Dans chacune de ces deux parties, on présente le protocole expérimental de fabrication des échantillons et de réalisation des essais mécaniques, ainsi que les résultats des essais.

2.2 Echantillons avec des granulats sphériques

2.2.1 Matériaux étudiés

Du point de vue du matériau, nous souhaitons travailler avec des matériaux couramment utilisés pour la fabrication du béton standard (ciment portland, rapport E/C et granulats). Nous décrivons dans ce paragraphe les matériaux utilisés pour cette étude. Ainsi, les objectifs de cette étude sont de caractériser le béton à l'échelle de l'interphase entre les granulats et la pâte de ciment. C'est la raison pour laquelle les matériaux choisis permettent l'apparition de l'interphase.

Les matériaux nouveaux, très compacts comme les BTHP (béton à très haute performances), BPR (béton à poudre réactive) réduisent la taille (voir l'absence) de l'interphase et présentent des cinétiques de dégradation lentes du fait de la forte compacité de la matrice [125]. Le choix des granulats est très important, et nous avons choisi deux types de granulat (calcite et quartz) pour mettre en évidence l'effet de la nature des granulats sur les propriétés mécaniques.

2.2.1.1 Ciment utilisé

Dans le cadre de cette thèse, le ciment choisi est un ciment ordinaire de type Portland CEM II 32.5 CE CP2 NF, venant de l'usine de production de Ciment Lafarge à Beaucaire. Ce ciment est utilisé dans toutes les formulations de pâte de ciment étudiées. Ce type de ciment a été sélectionné afin d'avoir une interphase plus épaisse que dans le cas d'un ciment CEM I [34]. Les principales caractéristiques du ciment sont présentées dans le Tableau 2.1.

Composition chimique	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
Pourcentage en massif	59,2	20,4	4,9	1,9	2,8
Composition minéralogique	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF	
Pourcentage en massif	50,3	20,6	9,8	5,8	

TABLE 2.1: Composants principaux chimique et minéralogique du ciment

2.2.1.2 Granulats

Des granulats de calcite (CaCO₃) et quartz (SiO₂) non poreux ont été sélectionnés pour le programme expérimental. Le critère de la sélection de ces granulats est la réaction des granulats calcite (calcaire) avec la pâte de ciment, conduisant à une bonne adhérence de la liaison pâte de ciment-granulat [26]. A contrario, les granulats de type quartz et les granulats siliceux sont considérés comme étant neutres par rapport à la pâte de ciment. L'augmentation de la résistance du béton à l'échelle macroscopique avec des granulats réactifs a été observée par Malier [25]. Par ailleurs, les granulats utilisés pour la fabrication du béton peuvent être alluvionnaires (dits granulats roulés) ou de carrière (dits granulats concassés). Par conséquent, l'objectif de cette étude est de choisir une forme de granulats la plus proche de la réalité, en facilitant la fabrication des échantillons. La forme sphérique des grains semble être un choix raisonnable. Ce type de granulats a été choisi comme système modèle, puisque des éléments sphériques sont souvent utilisés dans la modélisation et les simulations numériques du comportement du béton, par la méthode des éléments discrets, éléments finis également, ou encore méthodes d'homogénéisation analytiques qui considèrent des inclusions sphériques [66].

2.2.1.3 Forme et géométrie des échantillons

Les échantillons sont constitués de deux grains sphériques (en quartz ou en calcite), de même diamètre (environ 8.3 mm) et liés par une pâte de ciment portland (Figure 2.1). L'épaisseur de la pâte entre deux grains a été choisie pour se rapprocher de l'Epaisseur Maximale de la Pâte (EMP) dans le béton standard : on cherche localement à avoir un ratio volume des granulats /volume de pâte de ciment réaliste vis à vis de la répartition des contraintes notamment pour la compression. De Larrard [126] propose un modèle d'empilement compressible permettant de représenter le béton d'une façon réaliste, en introduisant l'EMP qui définit une distance qui existe entre les gros granulats adjacents dans un mélange granulaire. Cette distance représente l'écart le plus élevé existant entre deux particules adjacentes. En conséquence, cette distance dépend de la fraction volumique de granulats d'un échantillon de béton g et de g^* , la compacité virtuelle qui représente la compacité maximale théorique que le mélange granulaire peut atteindre. La compacité virtuelle est définie par une relation empirique qui dépend du d_{min} et du d_{max} [126]. L'EMP est définie par l'expression suivante :

$$EMP = d_{max} \left(\sqrt[3]{\frac{g^*}{g}} - 1 \right) \quad (2.1)$$

A l'échelle macroscopique, l'EMP est de l'ordre de quelques millimètres, on choisit ici un EMP d'environ 2 mm.

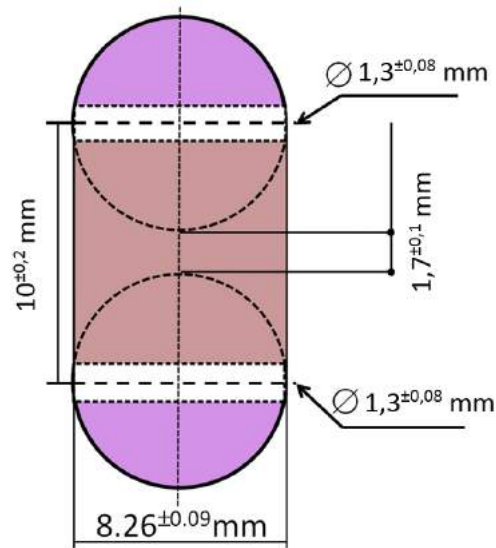


FIGURE 2.1: Dimensions de l'échantillon

2.2.2 Procédure de fabrication des échantillons

Une étape très importante de ce travail a été de mettre au point le protocole original de préparation des échantillons. L'échantillon souhaité est composé de deux grains sphériques liés

par la pâte de ciment, qui est initialement presque liquide et qui s'hydrate progressivement, accompagné par son durcissement. Afin de réaliser des échantillons de bonne qualité et en grande quantité, le protocole de la préparation exige plusieurs conditions importantes :

- la possibilité de contrôler le volume de la pâte de ciment et/ou la séparation entre les grains,
- une bonne répétabilité des échantillons, de mêmes dimensions,
- une préparation des échantillons et des moules simples (plusieurs échantillons à faire),
- l'extraction de l'échantillon sans risque d'endommagement,
- une minimisation du retrait du séchage et de l'influence du retrait chimique lors de l'hydratation (conditionnement),
- la possibilité de fixer les échantillons lors des essais mécaniques sans affecter la liaison ciment-granat.

Quatre procédés de production des échantillons, présentés sur la Figure 2.2, ont été proposés et testés :

1. Deux matrices en métal avec contrôle de la séparation entre elles. Les grains supérieurs sont fixés au support en utilisant une colle thermique, l'espace entre les grains est rempli avec la pâte de ciment. Ceci permet de préparer plusieurs échantillons en même temps, mais leur répétabilité n'est pas suffisamment bonne et les liens réalisés sont souvent asymétriques.
2. Le moule en métal en deux pièces assure une séparation fixe entre les grains, mais il est difficile de le remplir avec la pâte de ciment et également d'extraire l'échantillon intact après la période de conditionnement.
3. Le moule en quatre pièces impose une réalisation plus laborieuse des échantillons, ce qui empêche de multiplier leur nombre.
4. Le moule en PVC permet une extraction facile et rapide des échantillons. La répétabilité est assez bonne, à condition d'avoir une bonne précision sur la masse de ciment mise en œuvre et sur le contrôle de la distance de séparation entre les grains.

Finalement, la méthode retenue est la méthode en utilisant un moule en PVC (figure 2.2 (4)) : c'est la méthode la plus précise, la mieux répétable et la plus facile à réaliser.

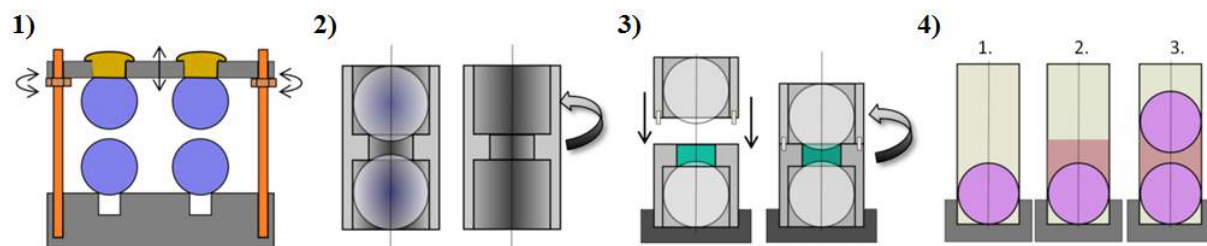


FIGURE 2.2: Quatre propositions de dispositifs pour la préparation des échantillons : 1) deux matrices en métal avec la séparation entre elles réglée, 2) moule en métal en deux pièces, 3) moule en quatre pièces, 4) moule en PVC

Avant la préparation des échantillons, les grains sont d'abord nettoyés avec l'éthanol (96%) puis séchés, afin d'assurer une surface propre et éviter l'effet d'impuretés éventuelles sur le lien cimenté. Les grains sphériques sont percés d'un trou dans l'axe de la sphère (diamètre 1,3 mm), utilisé pour les essais de traction. Les grains en quartz et en calcite ont ensuite été mesurés et calibrés avant la préparation des échantillons. Les grains présentant des défauts ou des déformations ont été rejetés.

La pâte de ciment est préparée à base de ciment portland (CEM II 32,5) et d'eau distillée. La quantité de ciment anhydre est pesée, puis la quantité d'eau nécessaire est ajoutée pour obtenir un rapport Eau/Ciment = 0,5. La pâte de ciment est ensuite bien malaxée. La distance entre les deux granulats est fixée à 1,7 mm à l'aide de l'accessoire montré à la figure 2.3a qui assure la répétabilité de la distance entre les grains et le parallélisme des trous. L'échantillon obtenu a un diamètre de 8 mm et une hauteur totale d'environ 18 mm. Cette géométrie spécifique des échantillons nous permet de considérer l'échantillon comme triphasique : granulat – interphase – pâte de ciment (figure 2.3b). Les échantillons cylindriques avec les granulats sphériques sont

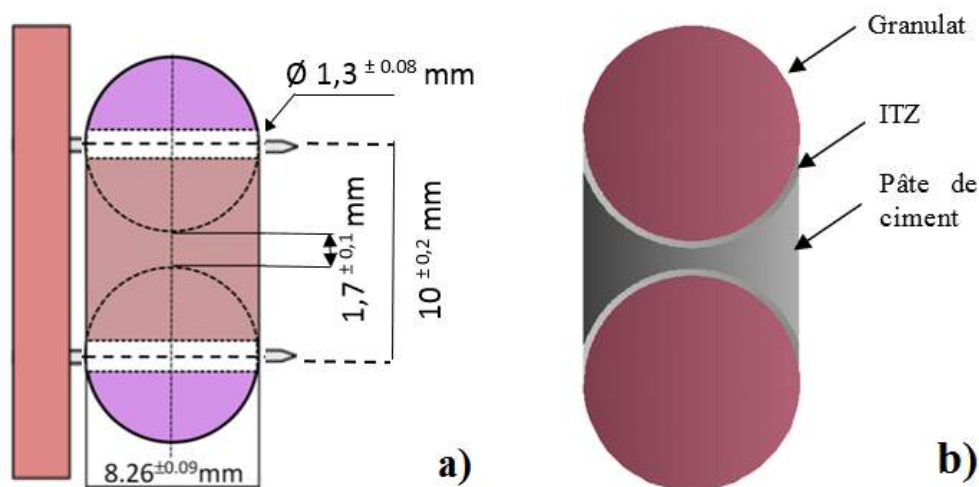


FIGURE 2.3: Illustration : a) accessoire pour fixer la distance entre les grains b) les trois phases de l'échantillon de béton

préparés avec des moules en PVC préparés au laboratoire en utilisant des accessoires spécifiques conçus pour cet usage. La distance entre les grains ainsi que la masse et le volume de la pâte de ciment sont pris identiques pour l'ensemble des essais préparés. Les caractéristiques des matériaux sont présentées au Tableau 2.2.

Après la préparation préliminaire, on procède à la réalisation des échantillons selon le protocole décrit ci-dessous et illustré sur la figure 2.4 :

Calcite	
Formule	CaCO_3
Densité	$2,6 \text{ g/cm}^3$
Quartz	
Formule	SiO_2
Densité	$2,65 \text{ g/cm}^3$
Pâte de ciment	
Formule	CEM II 32,5 N CE CP2 NF
E/C	0,5

TABLE 2.2: Caractéristiques des matériaux

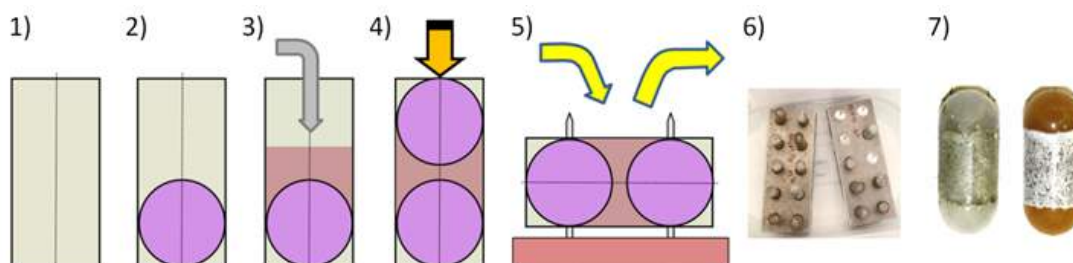


FIGURE 2.4: Principales étapes du protocole de préparation des échantillons

1. la préparation des moules (ruban adhésif en PVC) avec un diamètre intérieur égal au diamètre des sphères. L'utilisation d'un ruban adhésif permet une extraction facile de l'échantillon sans risque de l'endommager, en particulier lors des premiers jours d'hydratation ;
2. le positionnement du premier grain à l'extrémité du moule ;
3. la mise en place dans le moule de la quantité nécessaire de pâte de ciment (à l'aide d'une spatule en acier) en veillant à bien la répartir afin d'obtenir l'espacement attendu entre les grains et d'éviter des poches d'air piégées dans la pâte ;
4. le positionnement du second grain au-dessus de la pâte de ciment, et ajustement de l'ensemble de façon à assurer le bon contact à l'interface pâte de ciment-granulats et l'espacement entre les deux grains ;
5. la mise en place de l'échantillon à l'horizontale sur le dispositif de calibration. Ce dispositif comprend deux tiges parallèles en acier, logées dans les trous préalablement réalisés dans les grains, qui ont pour fonction de contrôler le positionnement des grains et leur espacement. Un tel positionnement des grains, avec les trous parallèles, permet de garantir les meilleures conditions de déroulement et d'interprétation des essais de traction ;
6. Le démoulage est réalisé 24 heures plus tard ;

7. le conditionnement des échantillons dans une boîte hermétique, avec une humidité relative élevée (voisine de 100%) et une température quasiment constante (voisine de 21°C). Les échantillons sont référencés pour avoir accès à leur historique d'hydratation. Le conditionnement des échantillons dans une telle atmosphère vise à minimiser, voire éviter, l'évaporation de l'eau de surface, et donc le retrait de séchage, ce qui altérerait les propriétés des échantillons. Les paramètres de l'air dans la boîte hermétique sont stables, avec une humidité relative supérieure à 99,5% et une température moyenne de 20,6°C. Comme on peut le voir sur la Figure 2.5, les fluctuations sont très réduites et sont la conséquence de l'ouverture de la boîte lors de la récupération des échantillons ;
8. le prélèvement des échantillons à des temps d'hydratation donnés, puis le contrôle de leur masse et leur dimension avant de mettre en œuvre les essais mécaniques.

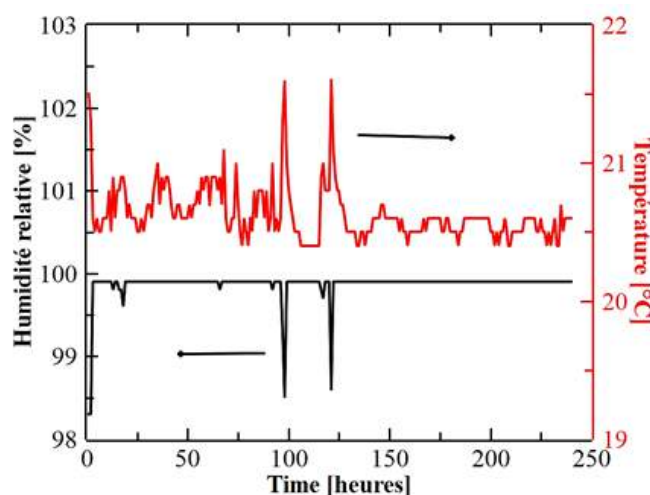


FIGURE 2.5: Variations de l'humidité relative et de la température au cours des 240h de conditionnement des échantillons

Les échantillons ont été préparés en série par 5-7, avec plusieurs étapes : préparation de la pâte, production des moules, placement des grains, remplissage des moules par la pâte. La préparation d'une série d'échantillons permet surtout de réduire le temps nécessaire pour la préparation d'un échantillon et d'obtenir plusieurs échantillons au même temps d'hydratation.

2.2.3 Essais mécaniques

Pour réaliser les essais mécaniques, des accessoires spécifiques ont été conçus et réalisés de manière à adapter les essais à l'échelle de l'interphase aux conditions de sollicitations de la machine. Les échantillons, à raison de quatre échantillons à chaque échéance de temps, ont été soumis à des essais de compression et de traction pour mesurer leurs rigidités et leurs résistances. Tous les essais ont été effectués sur une machine d'essai de type "Mechanical Testing

Système" pourvue d'un capteur de force de 5000 ± 10 N pour les essais de compression, et de 500 ± 1 N pour les essais de traction. L'évolution des échantillons lors des essais mécaniques de compression et de traction est enregistrée avec une caméra rapide Vision Research Phantom v12 (la vitesse d'acquisition utilisée étant de dix à quarante mille images par seconde). Avant chaque essai, les dimensions et la masse exactes de chaque échantillon sont mesurées. Les essais mécaniques ont été réalisés avec une vitesse de déplacement constante de 0,01 mm/s au cours du chargement.

2.2.3.1 Essai de compression

L'essai de compression uniaxiale est largement utilisé pour identifier les caractéristiques du béton telles que la résistance en compression, le module d'Young, etc. Les essais de compression présentent l'avantage d'être relativement simples. Toutefois, les résultats dépendent de la procédure de mise en œuvre et de la géométrie de l'éprouvette. Néanmoins, à l'échelle de notre étude, les essais de compression sont moins fréquents.

Des accessoires spécifiques ont été conçus et réalisés de manière à adapter les essais locaux aux conditions de sollicitations de la machine. Ces accessoires sont illustrés sur la figure 2.6 qui présente le dispositif expérimental pour les essais de compression. Pour réaliser les essais mécaniques de compression, l'échantillon est placé entre deux plateaux. La position initiale de l'échantillon est réglée par la vis avec trou pour les granulats sphériques (figure 2.6). La forme sphérique des grains minimise l'effet de fretage ; la charge axiale étant raisonnablement assimilable à une charge ponctuelle.

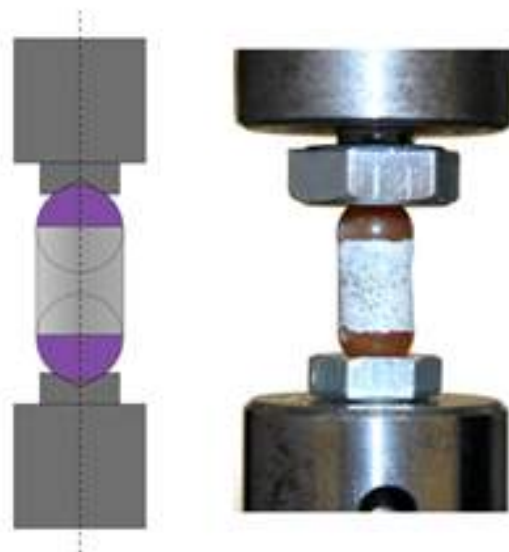


FIGURE 2.6: Schéma et photo des supports pour l'essai de compression

2.2.3.2 Essai de traction directe

A l'échelle macroscopique, les essais de traction directe sur le béton sont difficiles à réaliser et présentent des résultats souvent très dispersés [127]. Plusieurs types d'essais de traction sont utilisés pour calculer la résistance à la traction du béton, comme l'essai de fendage ou l'essai de flexion trois points. L'essai de traction directe sur le béton à l'échelle de l'interphase pâte de ciment - granulat est cependant moins étudié. Pour réaliser les essais mécaniques de traction directe, les dispositifs expérimentaux ont été dessinés et fabriqués de manière à être adaptés à la taille et à la forme des échantillons. Le principe de ces essais est assez simple, mais la préparation et la mise en place doivent être effectuées avec précaution. En effet, chaque défaut dans l'alignement des dispositifs de traction ou dans l'inclinaison de l'échantillon induit de la flexion parasite qui altère les résultats. L'échantillon est fixé à l'aide des tiges en acier HSS (diamètre 1,3mm) très rigides pour éviter toute flexion, placées dans les trous des grains et des supports fixés sur la machine. Ces accessoires sont illustrés par la figure 2.7 qui présente le dispositif expérimental pour les essais de traction pour les deux types des granulats.

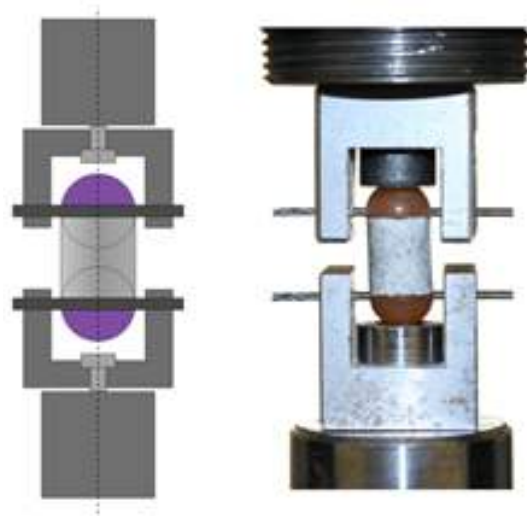


FIGURE 2.7: Schéma et photo des supports pour l'essai de traction

La réalisation des essais mécaniques de compression et de traction nécessite de suivre les étapes suivantes :

- la caractérisation de l'échantillon (la masse, les diamètres et la hauteur du composite),
- le changement/calibration du capteur de force (500N lors des essais de traction, 5000N lors des essais de compression),
- le réglage de la machine MTS (séparation initiale, vitesse, limite de la force),
- le réglage de la caméra rapide (ajustement de l'optique, de la lumière, de la vitesse d'acquisition),
- la réalisation de l'essai,
- l'enregistrement et l'exportation des données de la machine MTS.

Le Tableau 2.3 synthétise l'ensemble des essais réalisés.

Type d'essai	Granulats	Echantillons fabriqués	Echantillons utilisés
Compression	Quartz	50	46
	Calcite	46	37
Traction	Quartz	95	67
	Calcite	73	54
Total		264	204

TABLE 2.3: Détails des essais

2.2.4 Résultats

Dans cette partie, on se propose de présenter et de discuter de l'ensemble des résultats obtenus au cours des essais mécaniques, aussi bien pour les essais de compression que de traction. Avant d'introduire ces essais, un premier résultat sur les microstructures des échantillons est présenté à différents temps d'hydratation. Ensuite, on présente les résultats des essais mécaniques de traction et de compression, avec l'évolution de la force en fonction du déplacement. On en déduit l'évolution des forces maximales et des raideurs en fonction du temps d'hydratation. Les essais permettent la caractérisation du comportement mécanique et de la rupture à l'échelle de l'interphase, avec une géométrie de l'échantillon proche de la réalité.

Après l'étape de conditionnement et d'hydratation. L'échantillon est ensuite pesé, mesuré et puis fixé sur le support de la machine MTS, afin d'effectuer les essais mécaniques. Avant le lancement de l'essai, la photo de l'échantillon est prise, en utilisant l'objectif « macro ». Les observations de la surface de l'éprouvette montrent que la couleur de la pâte et la quantité des tâches noires (Probablement des hydrates), visibles sur la surface, dépendent du temps d'hydratation. La figure 2.8a présente la microstructure d'un échantillon à six temps d'hydratation (2, 4, 8, 11, 17 et 25 jours). Cette observation permet également de vérifier la qualité de l'échantillon et de rejeter si besoin les échantillons présentant des défauts visibles (vides, déformations excessives, endommagement de l'interphase, fissuration). Les paramètres mesurés tels que le diamètre des grains, la masse totale de l'échantillon et la densité des grains en quartz et en calcite serviront à estimer le volume et la densité de la pâte de ciment. Il en résulte une densité moyenne de la pâte ρ_{cim} de l'ordre de $2,22 \pm 0,44 \text{ g/cm}^3$, sans variation importante du temps d'hydratation, comme en témoigne la Figure 2.8b.

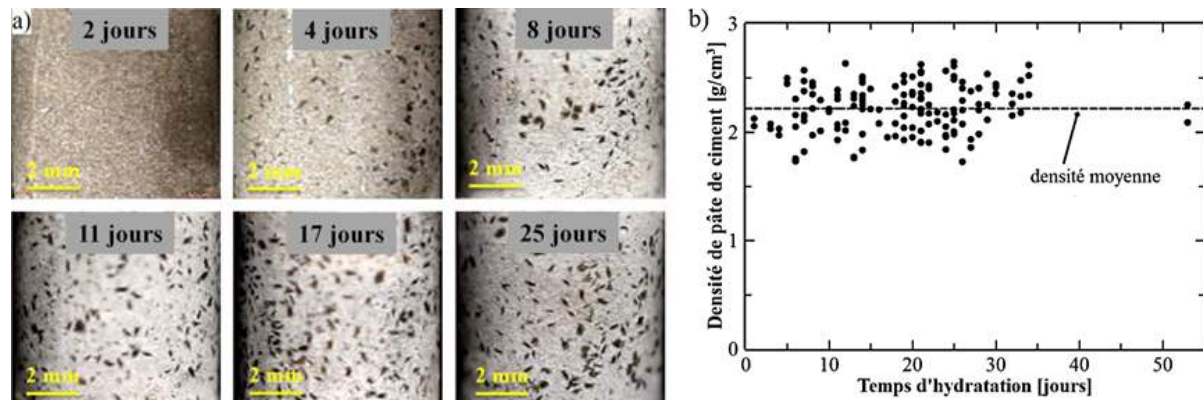


FIGURE 2.8: a) Echantillons à différents stades d'hydratation, b) densité de la pâte de ciment en fonction du temps d'hydratation

2.2.4.1 Essai de compression

L'essai consiste à comprimer le composite entre deux plateaux. En premier lieu, on a constaté que la fissuration se développe selon une génératrice verticale dans le sens du chargement (figure 2.9). L'apparition d'une seule fissure génératrice verticale est due à la répartition

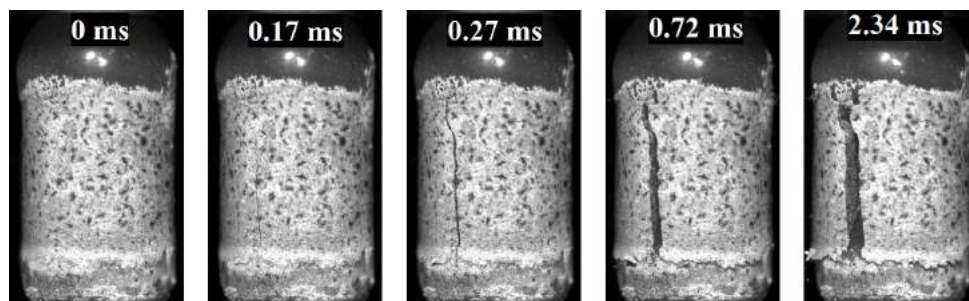


FIGURE 2.9: Modes de fissuration lors des essais de compression

des forces perpendiculairement sur la surface sphérique des granulats générant des forces de tractions vers les côtés. La forme des grains introduit un effet « structure » qui rend l'accès aux contraintes assez délicat pour les essais de compression et de traction. Durant l'essai de compression, la zone centrale supporte la totalité des efforts, alors qu'une zone latérale est moins sollicitée (figure 2.10). En effet, la surface de chargement n'est pas connue. Pour cette raison, tous les résultats sont présentés en force-déplacement pour les essais de compression et de traction.

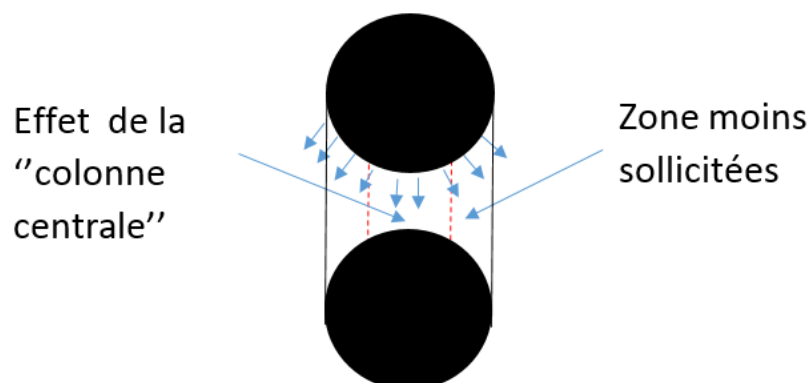


FIGURE 2.10: Illustration de la répartition des forces lors d'un essai de compression

Pour chaque essai de compression, les courbes force-déplacement ont été enregistrées, comme représentées sur la figure 2.11, à différents stades d'hydratation et pour chaque type de granulat.

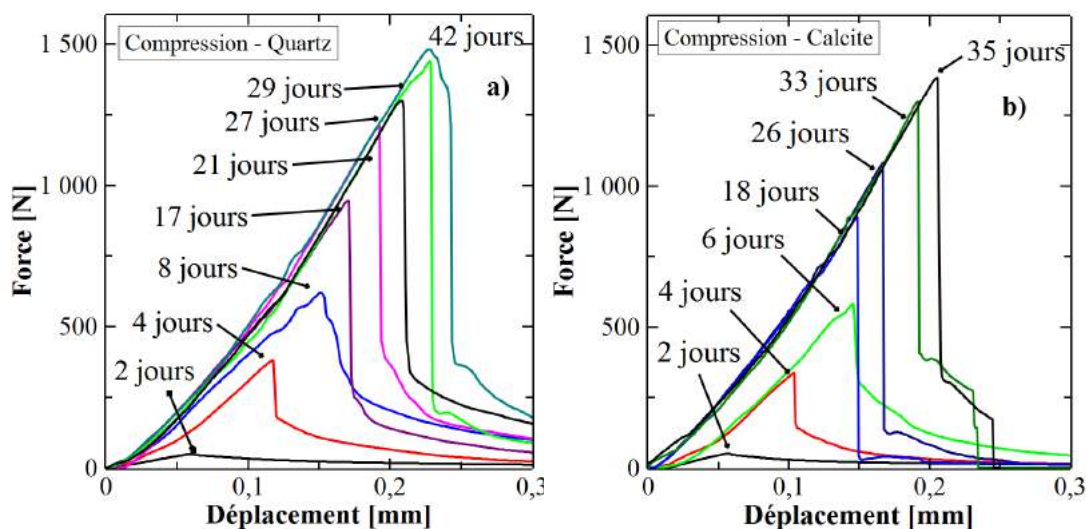


FIGURE 2.11: Courbes force - déplacement lors des essais de compression sur des échantillons avec grains en quartz (a) et en calcite (b) à différents temps d'hydratation [128].

Ces figures montrent une augmentation rapide de la force à la rupture et de la raideur des échantillons au début de l'hydratation pour les deux types de granulat. On note des valeurs de la raideur presque constantes au-delà d'une première période d'hydratation d'environ trois semaines. Les échantillons sollicités à l'essai de compression présentent un comportement de plus en plus fragile.

Les valeurs de la force à la rupture notée $f_c(j)$ en fonction du temps d'hydratation j (en jours), pour les essais de compression, sont présentées sur la figure 2.12.

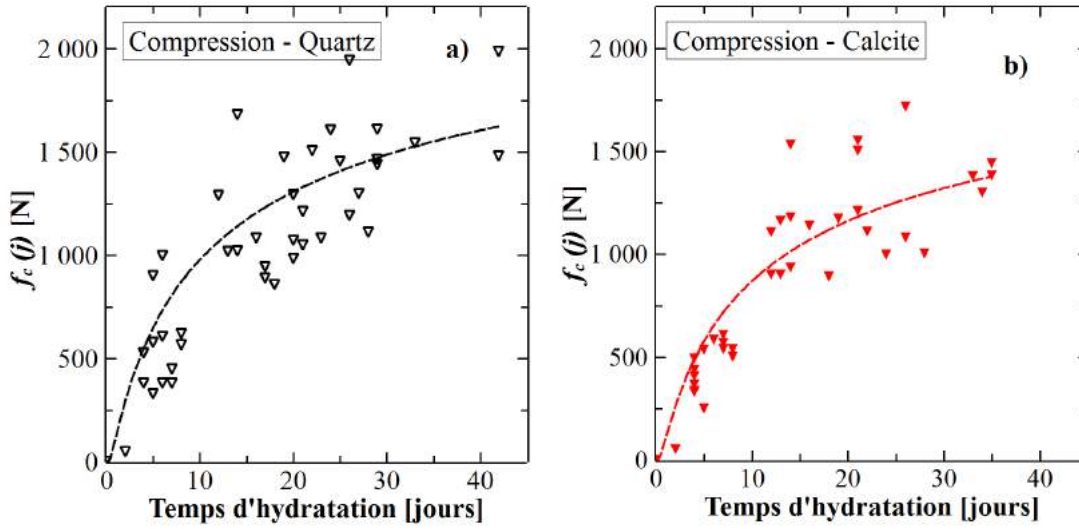


FIGURE 2.12: Evolution de la force à la rupture en fonction du temps d'hydratation lors des essais de compression avec granulats en quartz a) et en calcite b)

On constate une augmentation globale des forces à la rupture en compression au cours de l'hydratation. De façon générale, on note une évolution plus lente de ces paramètres dans la dernière phase d'hydratation avec une baisse de vitesse d'évolution après 28 jours à la fois pour les échantillons avec des granulats en quartz et en calcite. Par ailleurs, il apparaît que le type de granulat utilisé n'a pas d'influence sur la force à la rupture, à cette échelle. En effet, la résistance n'est pas plus élevée pour un assemblage à base de calcite (granulat réactif), que pour le composite à base de quartz (granulat non réactif).

L'évolution de la force à la rupture en fonction du temps d'hydratation a pu être approchée par une fonction exponentielle, en se basant sur les équations (2.2) présentées dans l'Eurocode 2 [129], pour estimer les forces à la rupture obtenues expérimentalement en compression $f_c(j)$ du béton à l'âge de j jours.

$$f_c(j) = \beta_{cc}(j) \times f_c(28) \quad (2.2)$$

où $f_c(28)$ est la force à la rupture en compression des échantillons à 28 jours, et $\beta_{cc}(j)$ est un coefficient qui dépend de l'âge du béton suivant la relation :

$$\beta_{cc}(j) = \exp \left[s \left(1 - \left(\frac{28}{j} \right)^{1/2} \right) \right] \quad (2.3)$$

où s est un coefficient qui dépend du type de ciment. Ce paramètre est déterminé par interpolation linéaire. Pour les résultats obtenus dans cette étude, $s = 1$.

La raideur $k_c(j)$ des échantillons a également été mesurée. Les résultats sont présentés sur

la figure 2.14. La raideur $k_c(j)$ des échantillons a été estimée à partir de la pente de la partie linéaire de la fonction force-déplacement (figure 2.13).

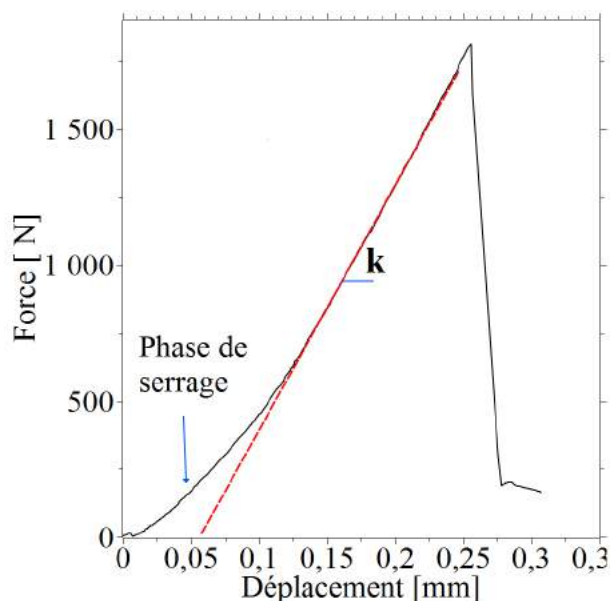


FIGURE 2.13: Méthode de détermination de la raideur

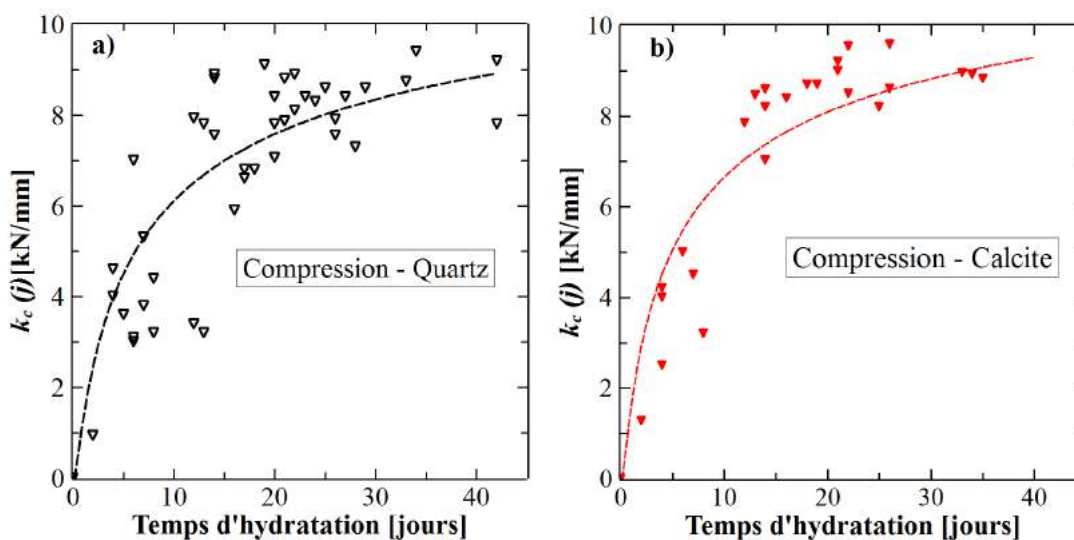


FIGURE 2.14: Evolution de la raideur en fonction du temps d'hydratation lors des essais de compression pour les granulats en quartz a) et en calcite b)

On observe des allures de courbes très similaires pour les deux types d'échantillon. L'évolution de la raideur en fonction du temps d'hydratation est approchée en utilisant une fonction de type exponentielle (eq (2.4)), telle que proposée dans l'Eurocode 2 [129] pour estimer le

module d'Young macroscopique du béton, avec les coefficients adaptés aux résultats obtenus. On a utilisé la fonction :

$$k_c(j) = (\beta_{cc}(j))^{0.3} \times k_c(28) \quad (2.4)$$

où $k_c(28)$ est la raideur à 28 jours, $\beta_{cc}(j)$ est la même expression utilisée (eq 2.3) avec $s = 1$.

Lors des essais de compression, les résultats obtenus à cette échelle ont montré que les propriétés mécaniques évoluent avec le durcissement, avec des résultats similaires pour les deux types de matériaux. Dans les deux cas, une fissuration verticale de la pâte est également observée, pour des états de surface équivalents pour les deux types de granulat. Ainsi, il ne semble pas y avoir d'influence significative de la chimie du granulat sur les propriétés mécaniques du composite. Les différences observées dans les bétons (résistance supérieure avec les granulats calcaires) peuvent être dues à des effets de texture et de rugosité. Les contours des calcaires concassés étant plus tourmentés que ceux des siliceux roulés. Les équations utilisées à l'échelle macroscopique pour estimer l'évolution des propriétés mécaniques du béton sont aussi vérifiées à cette échelle (Eurocode 2 [129]). Cela montre que l'évolution des paramètres mécaniques lors des essais de compression des échantillons examinés lors de l'hydratation ressemble fortement à l'évolution de la résistance et la rigidité des échantillons de béton macroscopiques, bien que ses dimensions et les compositions sont différentes [130].

2.2.4.2 Essai de traction directe

Les essais de traction sont plus délicats dans leur mise en œuvre et leur réalisation. De plus, la répétabilité des résultats est toujours moins bonne que pour les essais de compression. Dans la littérature, plusieurs types d'essai sont utilisés à l'échelle macroscopique : la traction directe, les essais de fendage (comme l'essai brésilien) ou les essais de flexion trois points (essais indirects). Dans le cas des essais à l'échelle locale, les résultats de la littérature sont bien plus rares et restent peu développés à ce jour.

Lors de cette étude, des essais de traction directe sont réalisés. Bien que l'essai de traction directe soit simple dans le principe, sa réalisation est plus délicate et nécessite de multiples précautions. En plus, d'autres paramètres comme l'hétérogénéité de la pâte, la présence de poches d'air, les microfissures ou encore une porosité plus élevée à l'interphase pâte de ciment-granulat influencent fortement le comportement en traction. De plus, ces paramètres sont difficiles à contrôler.

La rupture des échantillons en traction survient systématiquement au niveau de l'interphase pâte de ciment-granulat, la zone la plus fragile avec l'apparition de fissures horizontales comme en témoigne la figure 2.15.

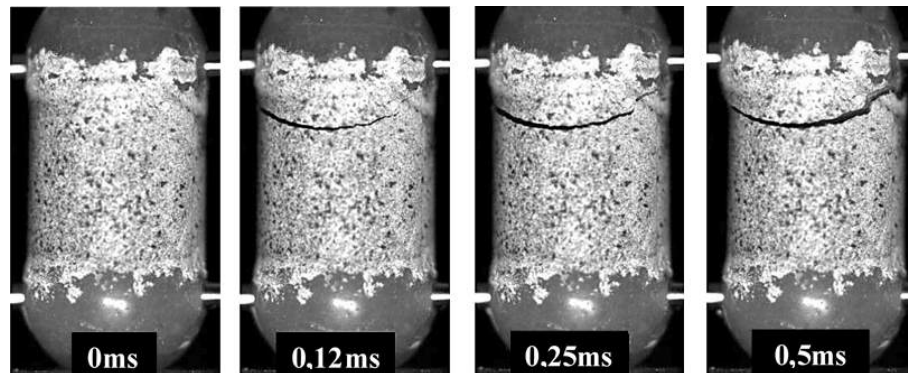


FIGURE 2.15: Modes de fissuration lors des essais de traction

La figure 2.16 présente les courbes force – déplacement lors des essais de traction des échantillons avec grains sphériques en calcite et en quartz à différents stades d'hydratation. On constate une augmentation de la force avec l'hydratation. A temps d'hydratation constant, on observe que les forces maximales sont légèrement supérieures avec les grains en quartz que celles avec les grains en calcite. L'ordre de grandeur de la force maximale en traction est largement inférieur à celui de la force maximale en compression.

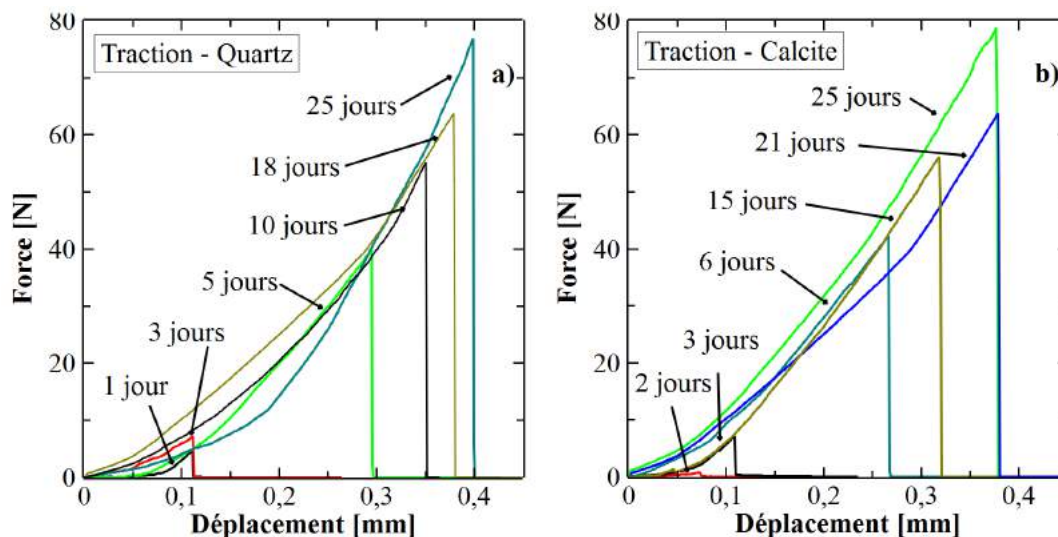


FIGURE 2.16: Evolution de la force en fonction du déplacement lors des essais de traction pour les échantillons avec les granulats en quartz a) et en calcite b) [128]

Comme précédemment, on peut comparer l'évolution de la force maximale $f_t(j)$ en fonction du temps d'hydratation, cette dernière est tracée sur la figure 2.17. Les résultats présentent une grande dispersion par rapport à l'essai de compression.

La courbe donnant l'évolution de la force à la rupture pour l'essai de traction est approchée

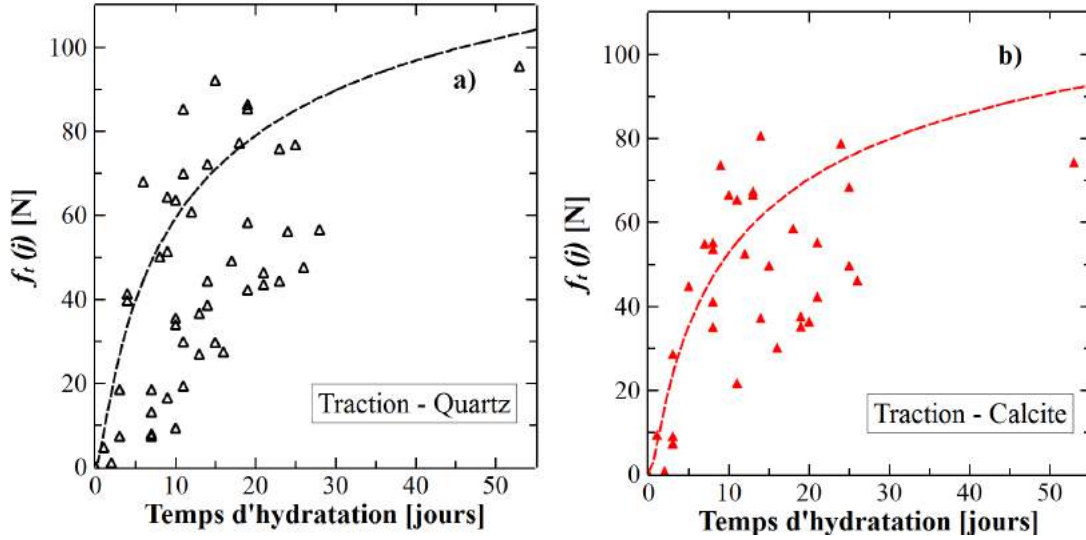


FIGURE 2.17: Evolution de la force à la rupture en fonction du temps d'hydratation lors des essais de traction pour des échantillons avec granulats en quartz a) et en calcite b)

par le même type d'équation que celle utilisée pour l'essai de compression proposée dans l'Eurocode 2 [129] (eq (2.5)). On voit que les courbes sont qualitativement comparables pour les échantillons avec grains en quartz et en calcite. La force maximale pour des essais de traction est plus faible que dans le cas des essais de compression, avec des valeurs de l'ordre de 80 N à 28 jours pour le ciment durci (1600 N à 28 jours lors des essais de compression).

$$f_t(j) = (\beta_{cc}(j))^\alpha \times f_t(28) \quad (2.5)$$

où α est un exposant dépendant de l'âge du béton. Pour les résultats obtenus dans cette étude, $s = 1$ et $\alpha = 1$. On peut noter par ailleurs que la valeur de α préconisée par l'Eurocode 2 [129] pour des valeurs de $j \leq 28$ jours est l'unité.

L'évolution de la raideur $k_t(j)$ en fonction du temps d'hydratation, lors des essais de traction, est présentée sur la figure 2.18. La fonction d'interpolation utilisée est du même type que celle utilisée pour les résultats des essais de compression. Les coefficients de l'expression (2.6) sont adaptés sur nos résultats :

$$k_t(j) = (\beta_{cc}(j))^{0.3} \times k_t(28) \quad (2.6)$$

où $k_t(28)$ est la raideur à 28 jours, $\beta_{cc}(j)$ est la même expression utilisée à l'équation (2.3) avec $s = 1$.

On constate que les courbes d'évolutions de la raideur en fonction du temps d'hydratation sont également qualitativement comparables pour les échantillons avec grains en quartz et en calcite. La raideur est aussi plus faible pour des essais de traction (la raideur maximale 0,5 kN/mm) que pour des essais de compression (8 kN/mm).

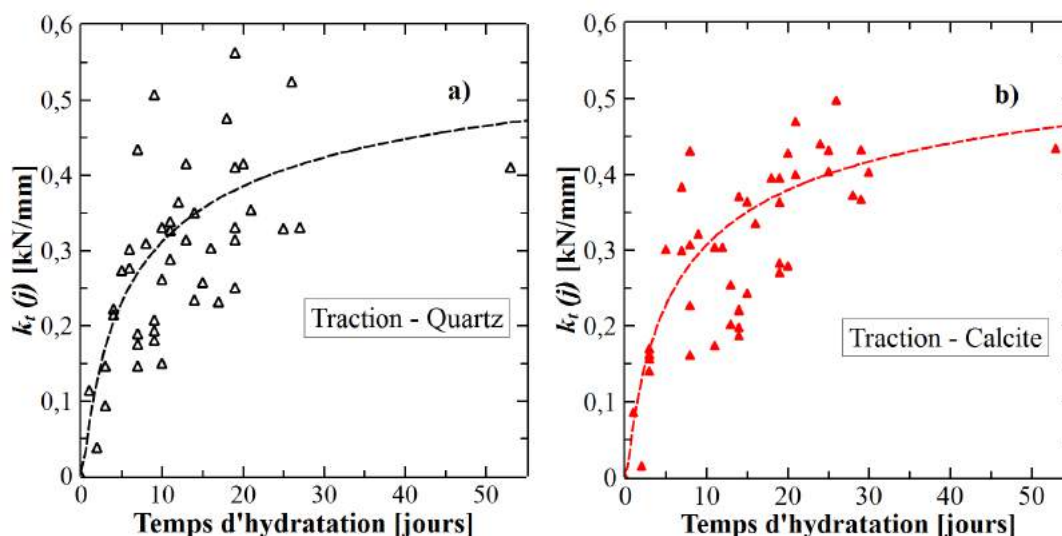


FIGURE 2.18: Evolution de la raideur en fonction du temps d'hydratation lors des essais de traction pour des échantillons avec grains en quartz a) et en calcite b).

Les résultats de l'essai de traction ont montré que les propriétés mécaniques évoluent avec le durcissement et présentent des résultats similaires pour des granulats en calcite et en quartz. Les équations utilisées à l'échelle macroscopique pour estimer l'évolution des propriétés mécaniques du béton à la traction sont également vérifiées. La rupture des échantillons en traction survient systématiquement au niveau de l'interphase ciment-granat, qui correspond à la zone la plus poreuse avec l'apparition de fissures horizontales (cf. figure 2.15). La chimie du granulat n'influence pas les propriétés mécaniques à la traction du composite. Le rapport compression/traction est plus élevé que celui observé pour les bétons à l'échelle macroscopique (de l'ordre de 10 pour les bétons ordinaires et 15 pour les BHP). Malgré un protocole expérimental très strict et un contrôle rigoureux à chaque étape, les résultats des essais de traction présentent une plus grande dispersion que dans le cas des essais de compression. La bibliographie montre également une dispersion à l'échelle macroscopique pour les essais de traction comparative-ment aux essais de compression. Plusieurs raisons objectives peuvent expliquer en partie cette dispersion : non-homogénéité de la pâte de ciment (sédimentation, effet de paroi, interphase), défauts et imperfections dans la pâte et à l'interphase, défauts d'axe lors des essais.

2.2.5 Effet de la variation du protocole de conservation des échantillons sur les propriétés mécaniques

Une proposition d'amélioration du protocole expérimental, en vue de réduire la dispersion des résultats, est présentée dans la partie suivante. Concernant le changement de la méthode du conditionnement des échantillons, des essais ont été réalisés sur des échantillons immergés dans l'eau saturée en chaux après 24h de fabrication, et conditionnés ainsi jusqu'aux essais mécaniques. Ceci a permis de minimiser l'influence du retrait chimique et du retrait de des-

siccation pour mettre en évidence l'effet de la variation de la méthode de conservation sur les propriétés mécaniques de la liaison cimentaire par l'essai de compression et l'interphase par l'essai de traction. A chaque temps d'hydratation 2 à 5 échantillons ont été testés. Le Tableau 2.4 synthétise l'ensemble des essais réalisés.

Type d'essai	Granulats	Echantillons fabriqués	Echantillons utilisés
Compression	Quartz	40	40
	Calcite	40	40
Traction	Quartz	40	40
	Calcite	40	40
Total		160	160

TABLE 2.4: Détails des essais

2.2.5.1 Essai de compression

Les courbes force – déplacement et force à la rupture et la raideur en fonction du temps d'hydratation, obtenues lors des essais de compression, sont présentées sur les figures 2.19, 2.20 et 2.21, à différents stades d'hydratation au cours des 40 premiers jours.

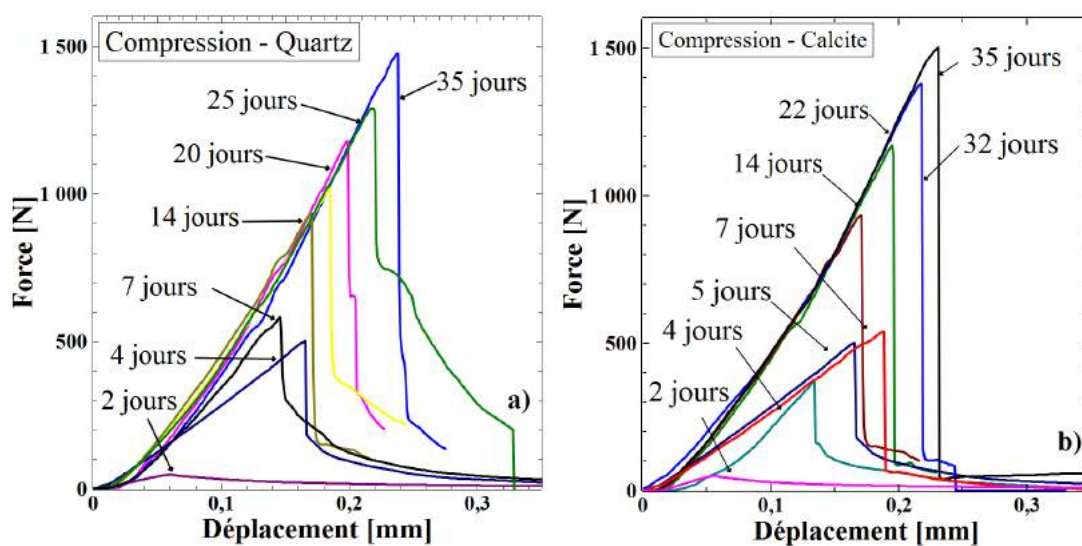


FIGURE 2.19: Courbes force - déplacement lors des essais de compression pour les granulats en quartz a) et en calcite b) [131]

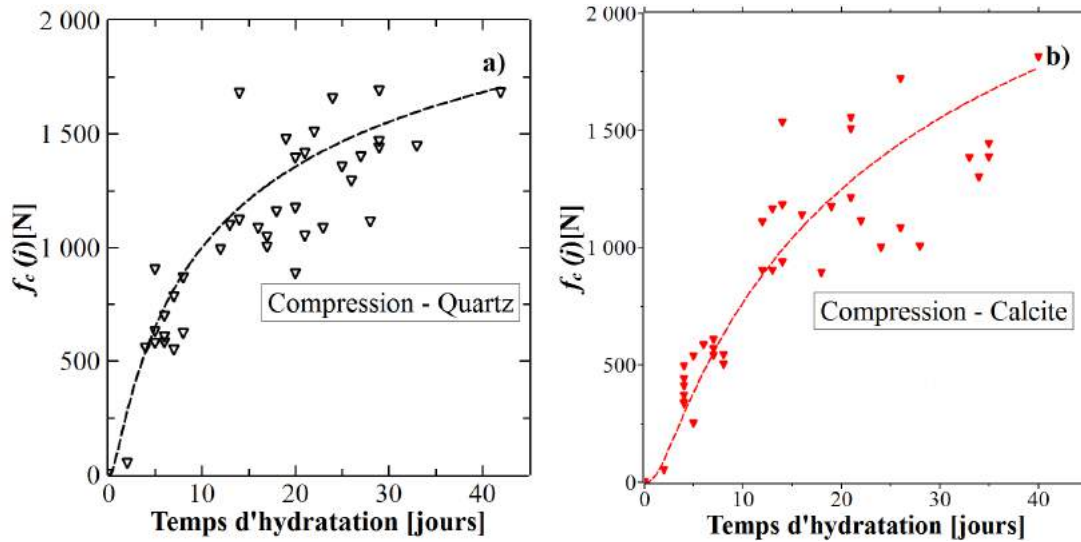


FIGURE 2.20: Evolution de la force à la rupture en fonction du temps d'hydratation lors des essais mécaniques de compression pour les granulats en quartz a) et en calcite b) [131]

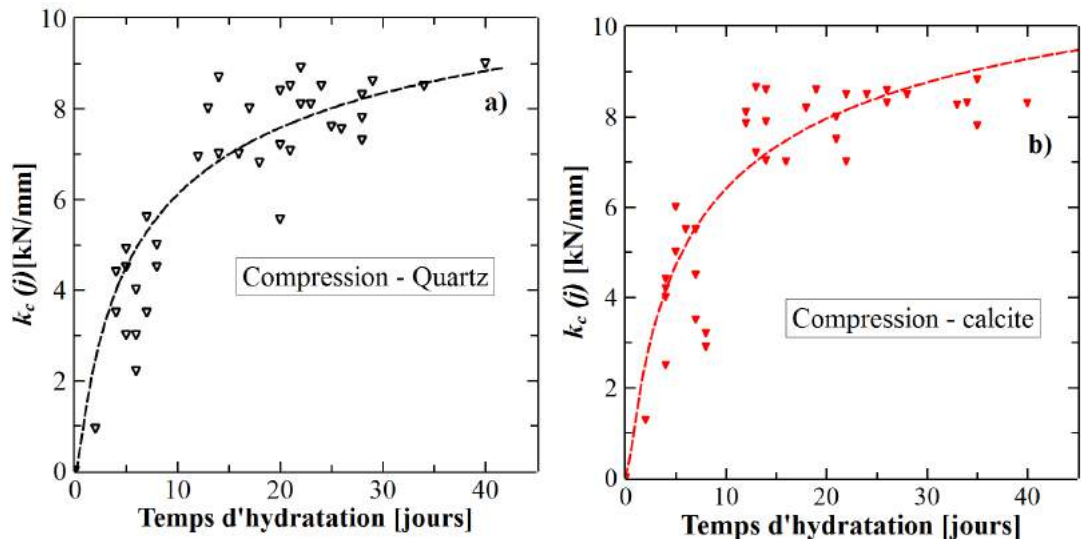


FIGURE 2.21: Evolution de la raideur en fonction du temps d'hydratation lors des essais de compression pour les granulats en quartz a) et en calcite b) [131]

D'après les résultats de l'essai de compression, on constate des résultats similaires pour les deux types de conditionnement des échantillons (humidité élevée et eau saturée en chaux) mais la dispersion des résultats est réduite dans le cas de conditionnement dans l'eau saturée en chaux. Ainsi, on peut conclure sur le fait que la méthode de conservation de l'échantillon ne semble pas influencer les propriétés mécaniques à la compression, qui caractérisent la liaison

cimentaire. Mais l'effet du retrait chimique et du retrait de dessiccation sont minimisés par la deuxième méthode de conservation, pour cette raison les résultats obtenus sont moins dispersés.

2.2.5.2 Essai de traction

Les résultats, obtenus lors des essais de traction, sont présentés sur les figures 2.22, 2.23 et 2.24, à différents stades d'hydratation au cours des 40 premiers jours.

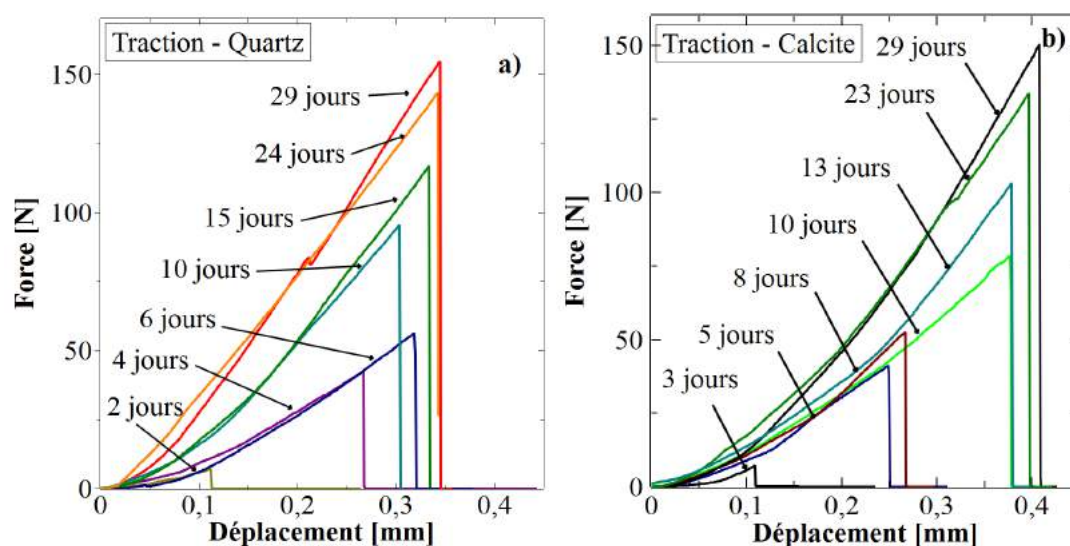


FIGURE 2.22: Courbes force - déplacement lors des essais de traction pour les granulats en quartz a) et en calcite b) [131]

Les résultats de l'essai de traction des échantillons conservés dans l'eau saturée en chaux, ont montré une augmentation très importante de la force maximale et une dispersion plus réduite des résultats par rapport à celle des échantillons conditionnés dans une humidité élevée. Cette augmentation des propriétés mécaniques à la traction signifie que l'interphase est très sensible au conditionnement des échantillons. On note également un rapport 10 entre la résistance à la compression et celle à la traction, ce qui correspond aux résultats observés sur des bétons ordinaires à l'échelle macroscopique.

Tels que présentés sur les figures 2.6 et 2.7, les essais de compression simple et de traction simple ont été réalisés avec des accessoires spécifiques. Les résultats des essais de traction méritent d'être confirmés (qualitativement) par d'autres types d'essai pour caractériser l'interphase, notamment par des essais de flexion. Des essais préliminaires de flexion ont été réalisés en utilisant des échantillons avec des grains sphériques, tels que représentés sur la figure 2.25. Les résultats préliminaires portant sur la force à la rupture et sur la raideur en fonction du temps d'hydratation présentent encore une trop grande dispersion et sont donc difficilement exploitables. Cette méthode semble prometteuse et pourrait fournir des résultats intéressants, mais la

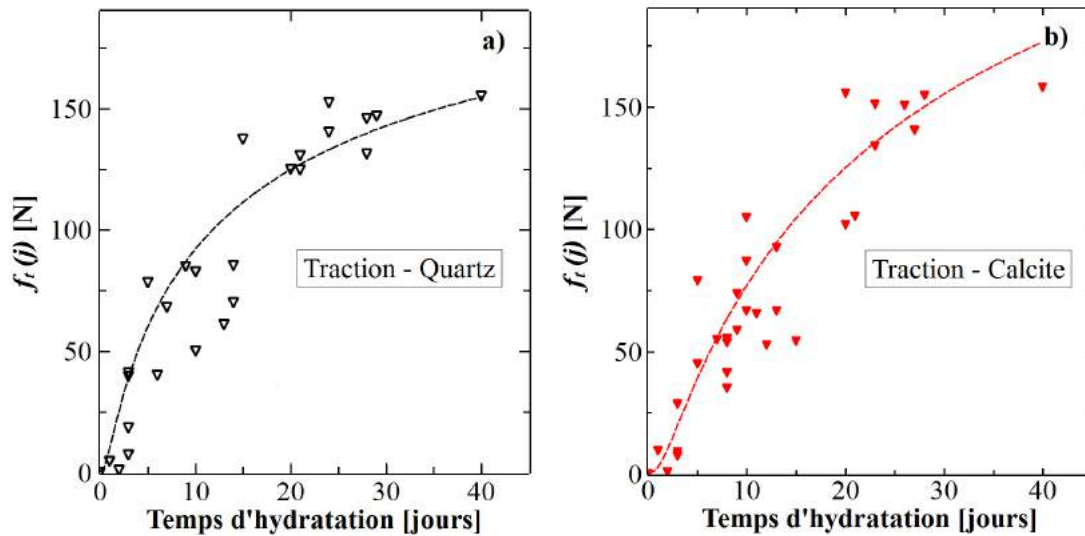


FIGURE 2.23: Evolution de la force à la rupture en fonction du temps d'hydratation lors des essais mécaniques de traction pour les granulats en quartz a) et en calcite b) [131]

forme des échantillons ne permet pas une localisation de la rupture à l'interphase.

2.2.6 Discussion

Dans cette partie, on a présenté les résultats de l'étude du comportement et de la rupture d'un lien cimenté à l'échelle de l'interphase, entre deux grains sphériques de quartz et de calcite, soumis à des essais de traction et de compression. Les résultats des essais de compression montrent que la force à la rupture augmente en fonction du temps d'hydratation, avec des valeurs similaires pour les échantillons avec des grains en quartz et en calcite. L'évolution de la force maximale est bien approchée par une fonction de forme exponentielle (Eq. (2.2)) utilisée à l'échelle macroscopique pour estimer l'évolution des propriétés mécaniques du béton. La raideur en compression augmente également en fonction du temps d'hydratation, et son évolution est également bien approchée en utilisant une fonction de type exponentiel (Eq. (2.4)). La rupture à la compression fait apparaître une seule fissure génératrice parallèle à la direction du chargement. La comparaison de la forme des courbes de la figure 2.11 avec des mêmes courbes obtenues à l'échelle macroscopique montrent une différence du comportement à la compression dû essentiellement à la forme sphérique des grains. Lors de l'essai de compression à l'échelle locale, les forces seront réparties perpendiculairement à la surface de la demi-sphère. Cette répartition des forces induit l'apparition de deux zones, une zone centrale qui supporte la totalité des efforts à la compression, et une zone latérale moins sollicitée. Cette zone subit de la traction plus que de la compression (équivalent d'un essai brésilien). A l'échelle macroscopique le comportement du béton intègre, en plus des mécanismes locaux transposés à l'échelle macroscopique, une dimension statistique du désordre qui lui confère une complexité supplémentaire.

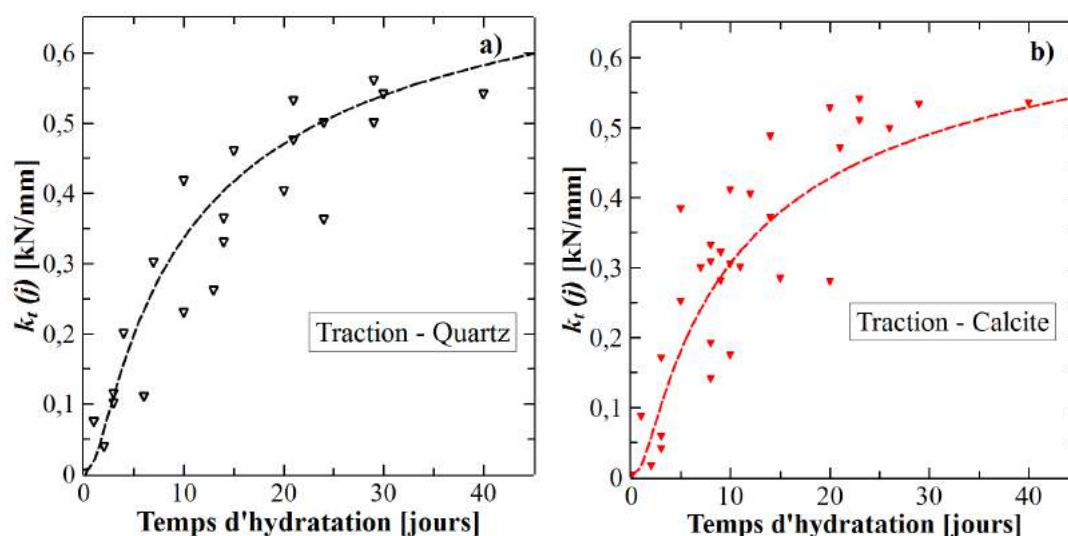


FIGURE 2.24: Evolution de la raideur en fonction du temps d'hydratation lors des essais de traction pour les granulats en quartz a) et en calcite b) [131]

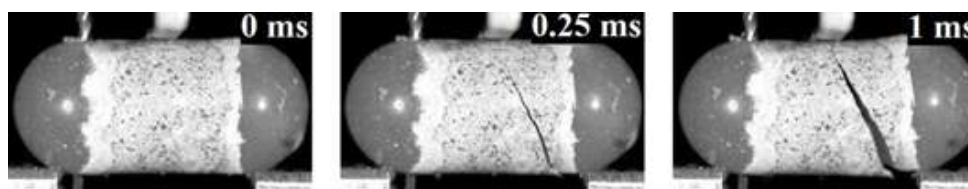


FIGURE 2.25: Exemple d'essai de flexion d'échantillon avec les grains en calcite, après 22 jours d'hydratation.

Le changement du protocole de conservation des échantillons ne semble pas influencer les propriétés mécaniques à la compression. Les résultats de l'essai de compression à 28 jours sont regroupés dans le Tableau 2.5.

Pour les essais de traction, la force maximale et la raideur augmentent également en fonction de l'hydratation, avec des valeurs similaires pour deux types de granulats. A cette échelle, l'essai de traction caractérise directement la zone d'interphase. Les résultats montrent que les propriétés mécaniques de cette zone ne semblent pas être affectées par la chimie des granulats contrairement à l'échelle macroscopique. Parmi les explications possibles, on peut supposer que les effets de texture des granulats ont plus d'influence que les effets chimiques. Dans cette étude, on a deux matériaux qui ont le même état de surface (surface lisse) ce qui n'est jamais le cas dans les bétons lorsqu'on compare les calcaires et les siliceux. Les granulats siliceux ont souvent une forme roulée, par contre les calcaires sont concassés.

Comme à l'échelle macroscopique, on note à l'échelle locale une bonne résistance à la compression et une faible résistance à la traction. Le changement de la méthode de conservation des échantillons a montré que la qualité de l'interphase (essai de traction) entre la pâte de ciment-granat est sensible à la méthode de conditionnement des échantillons (Tableau 2.6).

Conservation		Quartz	Calcite
HR = 100 %	$f_c(28)$ [N]	1490	1480
	$k_c(28)$ [kN/mm]	8	8
Eau saturée en chaux	$f_c(28)$ [N]	1500	1500
	$k_c(28)$ [kN/mm]	8	8

TABLE 2.5: Les résultats de l'essai de compression

Les résultats ont montré une augmentation des forces à la traction pour les échantillons conditionnés dans l'eau saturée en chaux. Ceci a permis de minimiser l'influence du retrait chimique et de dessiccation. On note également un rapport de dix entre les forces à la rupture en compression $f_c(j)$ et en traction $f_t(j)$, ce qui est généralement admis dans la littérature à l'échelle macroscopique pour les bétons ordinaires.

Conservation		Quartz	Calcite
HR = 100 %	$f_t(28)$ [N]	81	80
	$k_t(28)$ [kN/mm]	0,4	0,4
Eau saturée en chaux	$f_t(28)$ [N]	150	150
	$k_t(28)$ [kN/mm]	0,56	0,55

TABLE 2.6: Les résultats de l'essai de traction

La comparaison du comportement mécanique lors des essais de traction à l'échelle locale (figures 2.16) avec des résultats similaires à l'échelle macroscopique, montre que le comportement des échantillons est différent. Pour les échantillons macroscopiques, une partie ductile de la courbe contrainte-déformation en traction peut être distinguée (figure 2.26a), où la propagation de fissures a lieu [4],[63]. A l'échelle de l'interphase, une seule fissure se propage au niveau de la liaison pâte de ciment-granulat. Après la rupture, il ne reste plus le contact entre la pâte de ciment et le granulat qui provoque cette baisse brutale de la force (figure 2.26b), d'où l'absence de la partie adoucissante.

Les premiers résultats suggèrent un certain nombre d'améliorations du dispositif expérimental, notamment au niveau de sa configuration géométrique. L'objectif est dans ce cas de mieux décrire le comportement de l'interphase.

Les échantillons sont préparés en utilisant des grains sphériques en quartz et en calcite, avec un diamètre moyen d'environ 8,3 mm. Ces échantillons ont été choisis comme systèmes modèles du fait que des éléments sphériques sont souvent utilisés dans la modélisation et les simulations numériques du comportement du béton. Pour ce type d'échantillons, la surface du contact pâte de ciment-granulat est sphérique, avec en conséquence un vecteur normal de di-

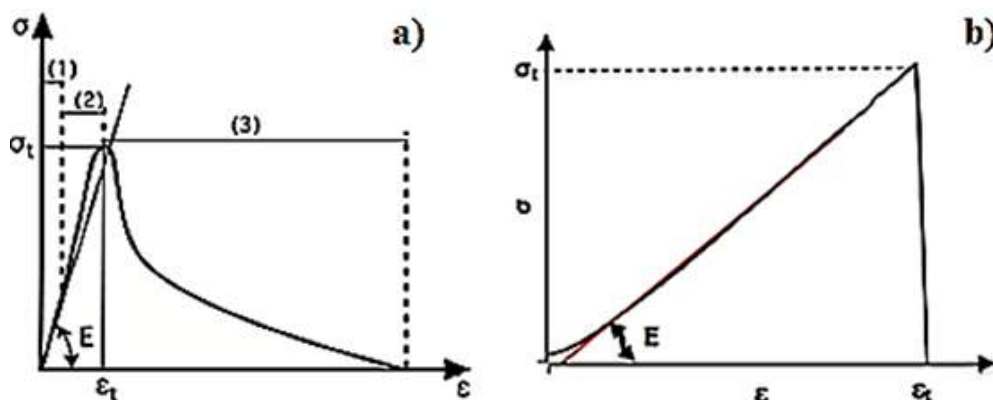


FIGURE 2.26: Comportement du béton en traction à l'échelle a) macroscopique [63] b) de la liaison pâte de ciment-granulat.

rection variable, ce qui rend l'interprétation délicate. Ce type d'échantillon correspond assez bien à la configuration de grains « réels », qui ont souvent des formes convexes, mais l'interprétation des résultats obtenus en utilisant les grains sphériques est complexe. En effet, même à cette échelle, la forme des grains introduit un effet « structure » qui rend l'accès aux contraintes assez délicat pour les essais de traction directe et de compression. Comme on ne connaît pas la surface d'application de la force, ceci génère en conséquence des difficultés sur l'estimation de la résistance, de l'énergie de fissure, etc. Il serait certainement plus approprié d'utiliser d'autres géométries d'échantillons, avec des surfaces plane, et avec une direction constante du vecteur normal à l'interphase pâte de ciment-granulat.

Pour cette raison, une autre géométrie de granulat a été choisie, des granulats parallélépipédiques ont été adoptés avec des surfaces planes qui peuvent être représentés comme un élément des granulats sphériques (voir figure 2.27). En utilisant de tels échantillons, la surface de contact est perpendiculaire à la direction de la sollicitation pour les essais de traction et de compression. Par ailleurs, de telles géométries sont mieux adaptées pour des essais de cisaillement direct, dans le plan de l'interphase. Une des conséquences directes est la définition des contraintes rendue possible. Dans la section suivante, on présentera la deuxième configuration des échantillons choisie pour caractériser directement l'interphase pâte de ciment-granulat.

2.3 Echantillons avec des granulats parallélépipédiques

Des essais sont effectués sur des échantillons parallélépipédiques constitués de granulats calcaires liés par une pâte de ciment portland préparée avec un rapport Eau/Ciment de 0,5. La forme des échantillons préparés et les outils expérimentaux développés permettent d'avoir une localisation de la rupture au niveau de l'interphase pâte de ciment-granulat. A différents stades de l'hydratation, des échantillons de pâte de ciment pure et composites pâte de ciment-granulats

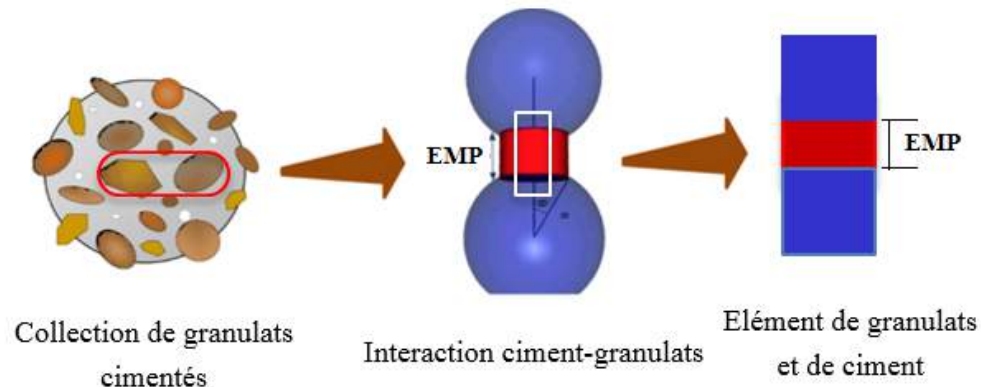


FIGURE 2.27: Transition d'échelles dans des matériaux cimentés.

sont soumis à des essais mécaniques.

Dans ce contexte, l'objectif de cette étude expérimentale est de déterminer les propriétés mécaniques à l'échelle de l'interphase pâte de ciment-granulat, entre le granulat et la pâte de ciment formant ainsi un composite, par des essais directs de traction et de cisaillement. Pour satisfaire cet objectif, des dispositifs expérimentaux "innovants" ont été élaborés pour solliciter directement l'interphase du composite. Après une présentation des matériaux et des équipements, on présente les résultats expérimentaux obtenus à la rupture pour une pâte de ciment seul et pour le composite en fonction du temps d'hydratation qui sont analysés et discutés.

2.3.1 Matériaux étudiés

Nous avons fait le choix de travailler sur un seul matériau tout au long de cette étude. Le même type de ciment a été choisi pour cette étude, il s'agit d'un ciment Portland CEM II 32.5 CE CP2 NF qui a été utilisé pour préparer la pâte de ciment avec un rapport Eau/Ciment de $E/C = 0,5$. Les granulats naturels calcaires non poreux ont été sélectionnés pour le programme expérimental. Ce calcaire relève du faciès "Kimméridgien" du Jurassique supérieur, issu de la carrière de la Madeleine à Maguelone. Des granulats de forme parallélépipédique ont été fabriqués de dimensions $10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$ (figure 2.28a). Pour assurer une homogénéité de l'état de surface, les granulats secs à l'état brut de sciage ont été utilisés pour les essais. Les granulats calcaires sont couramment utilisés pour la fabrication des bétons. Ce type de granulat réagit avec la pâte de ciment, conduisant à une bonne adhérence [26], mais n'empêche pas l'apparition de l'interphase d'environ $25 \mu\text{m}$ visible au MEB (Figure 2.28b) dans notre cas.

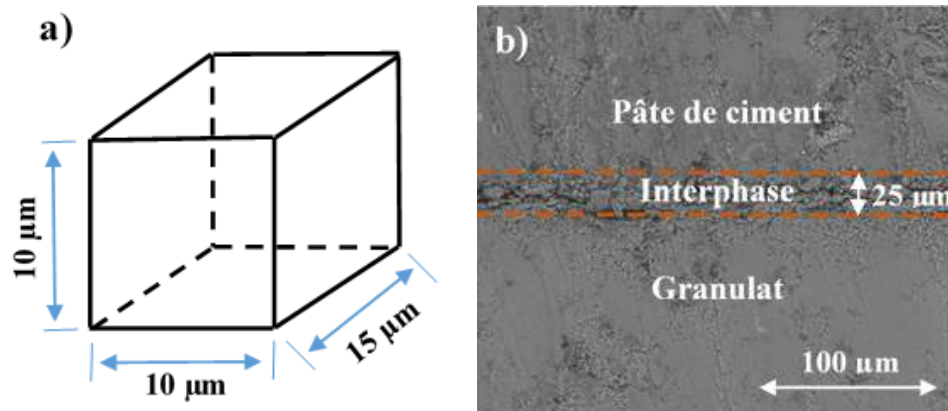


FIGURE 2.28: Dimensions des granulats a) et observation au MEB de l'interphase pâte de ciment-granulat b).

2.3.1.1 Fabrication des granulats parallélépipédiques

Les granulats sont obtenus par extraction des parallélépipèdes de $10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$ à partir des roches calcaires. Pour préparer des granulats, des carottes sont prélevées de la roche, puis sont coupées en forme de disques à une épaisseur de 15 mm. Les granulats de 10 mm x 10 mm x 15 mm sont coupés à partir de ces disques à l'aide d'une scie diamantée. Les étapes de fabrication des granulats sont présentées sur la figure 2.29.



FIGURE 2.29: Etapes de fabrication des granulats

Des essais mécaniques de compression ont été menés sur les granulats fabriqués afin d'obtenir leurs propriétés mécaniques. Le granulat est placé entre deux plateaux et les déformations sont mesurées à l'aide des jauges de déformation. La figure 2.30 présente un exemple de courbe

contrainte - déformation lors de l'essai de compression simple sur les granulats parallélépipèdes. Les résultats de la résistance en compression et de module d'Young sont présentés dans le Tableau 2.7.

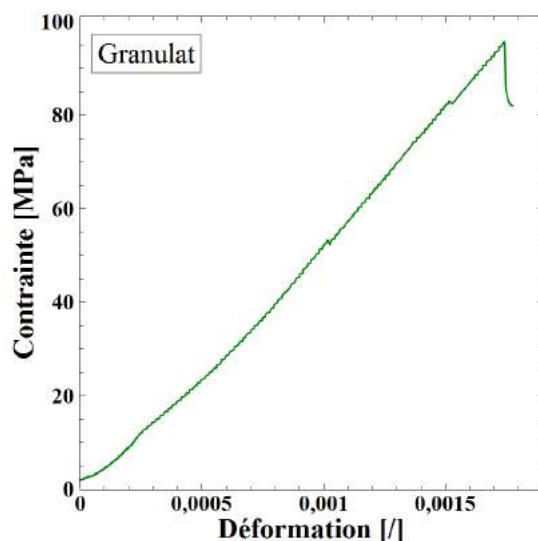


FIGURE 2.30: Courbe contrainte-déformation obtenue lors de l'essai de compression simple sur un granulat

	Granulat
Résistance en compression (MPa)	95
Module d'Young (GPa)	60

TABLE 2.7: Caractéristiques mécaniques du granulat.

2.3.2 Procédure de fabrication des échantillons

Dans cette étude expérimentale, deux types d'échantillon, dont les dimensions sont précisées à la figure 2.31, ont été réalisés :

- Pour les essais de traction directe, les échantillons présentent une mince couche de pâte de ciment de 2 mm entre deux granulats calcaires (Figure 2.31a). Cette épaisseur de pâte a été choisie pour se rapprocher de la épaisseur maximale de la pâte (EMP) comme dans la première géométrie avec les grains sphériques.
- Pour les essais de cisaillement direct, les échantillons sont constitués d'un granulat calcaire et d'une pâte de ciment (Figure 2.31b).

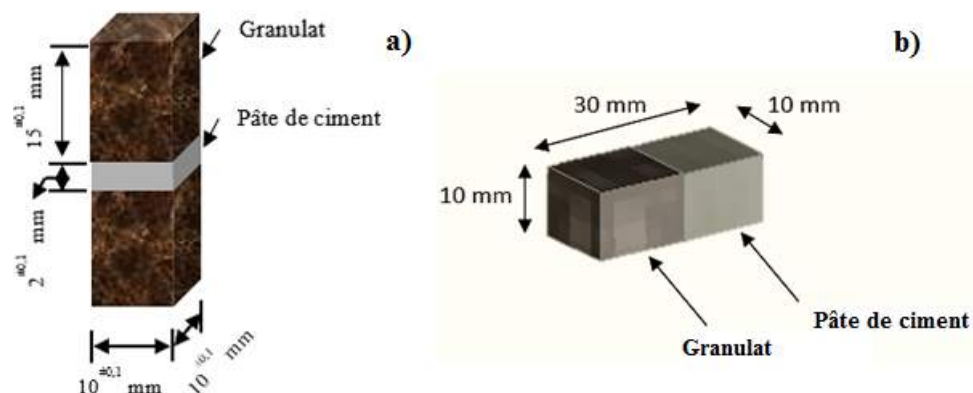


FIGURE 2.31: Dimensions des échantillons pour les essais directs a) de traction et b) de cisaillement

Le protocole de fabrication de ce type d'échantillons est différent du celui présenté auparavant. Les échantillons sont préparés en utilisant des moules spécifiques fabriqués pour qu'ils soient adaptés aux dimensions voulues (figure 2.32). Les moules sont constitués de deux parties : une partie inférieure dissociable pour faciliter le démoulage des échantillons, et une partie supérieure qui sert à fixer la distance entre deux les granulats à l'aide des vis.

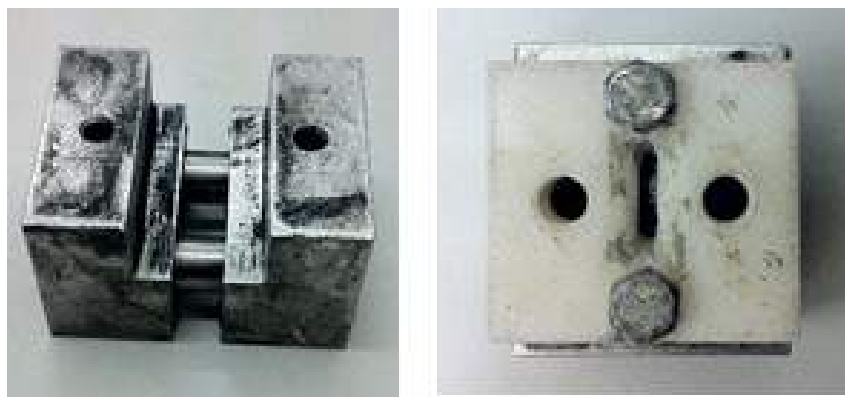


FIGURE 2.32: Moule utilisé pour la fabrication des échantillons.

La première étape consiste à présenter un protocole expérimental original de préparation des échantillons. Le protocole exige plusieurs conditions :

- bonne répétabilité des échantillons ;
- possibilité de contrôler le volume de la pâte de ciment et la séparation entre les grains ;
- extraction de l'échantillon sans risque d'endommagement ;
- conditionnement des échantillons (minimiser le retrait du séchage et de l'influence du retrait chimique lors de l'hydratation) ;
- réalisation des essais mécaniques.

Le protocole de fabrication est décrit et illustré sur la figure 2.33 :

1. la préparation des moules : regrouper les deux parties des moules et mettre de l'huile de

- décoffrage. L'utilisation de ce type de moule permet un décoffrage facile de l'échantillon sans risque de l'endommager ;
2. le positionnement des deux granulats à l'intérieur du moule ;
 3. le positionnement de la partie supérieure du moule, et l'ajustement de la distance entre les granulats à l'aide d'une cale d'épaisseur de 2 mm, introduite dans le trou central de la partie supérieure du moule, pour d'obtenir l'espacement attendu entre les grains ;
 4. la fixation du positionnement des granulats à l'aide des deux vis, comme il est montré sur la figure 2.33. Après la fixation des granulats, on enlève la cale ;
 5. la mise en place dans le moule de la quantité nécessaire de pâte de ciment (à l'aide d'une spatule en acier) en veillant à bien la répartir afin d'évacuer les bulles d'air ;
 6. la mise en place des échantillons dans une boîte hermétique, avec une humidité relative élevée (voisine de 100%) et une température quasiment constante (voisine de 21°C) ;
 7. le démoulage est réalisé après 24 heures de fabrication. Les échantillons obtenus sont immédiatement placés dans un bac d'eau saturée en chaux à une température de 21°C pour éviter une lixiviation précoce de l'interface et minimiser les retraits ;
 8. le prélèvement des échantillons à des temps d'hydratation donnés, puis le contrôle de leur masse et leur dimension avant de mettre en œuvre les essais mécaniques.

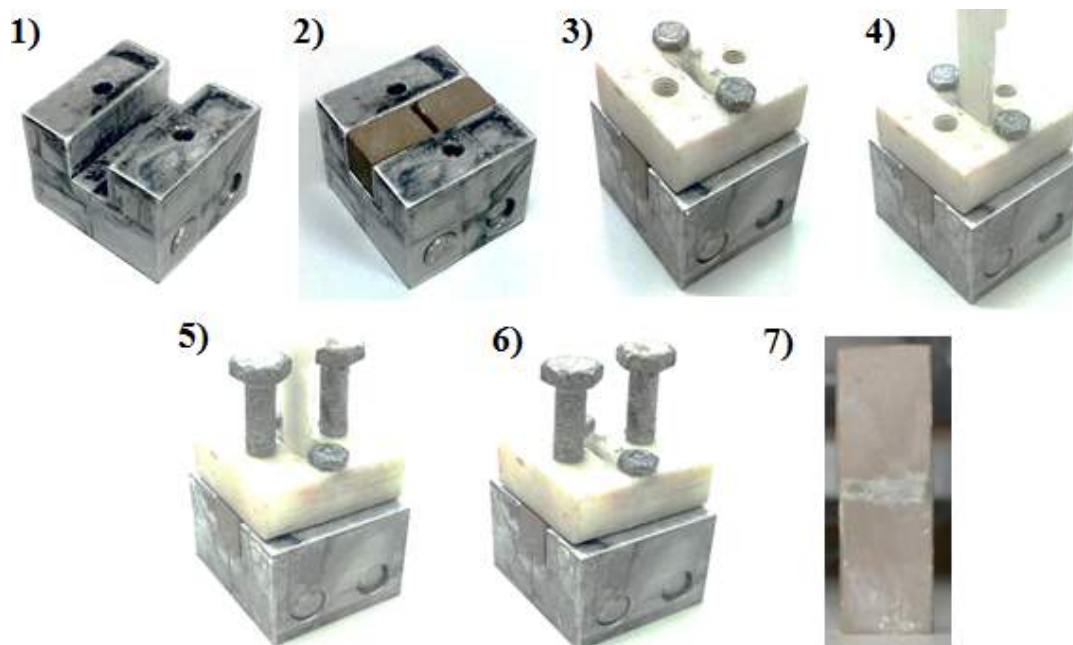


FIGURE 2.33: *Etapes de fabrication des échantillons parallélépipédiques*

Des essais mécaniques ont également été menés sur des échantillons de pâte de ciment pure, de dimensions équivalentes à celles présentées à la figure 2.31 fabriqués avec les mêmes moules et par les mêmes étapes de fabrication que les composites (figure 2.34), afin d'obtenir

les propriétés mécaniques de base. Après fabrication, tous les échantillons sont démoulés au bout de 24 heures d'hydratation et sont immédiatement plongés dans l'eau saturée en chaux à une température de 21 °C pour éviter une lixiviation précoce. L'échantillon obtenu à une largeur de 10 mm et une hauteur totale d'environ 32 mm.

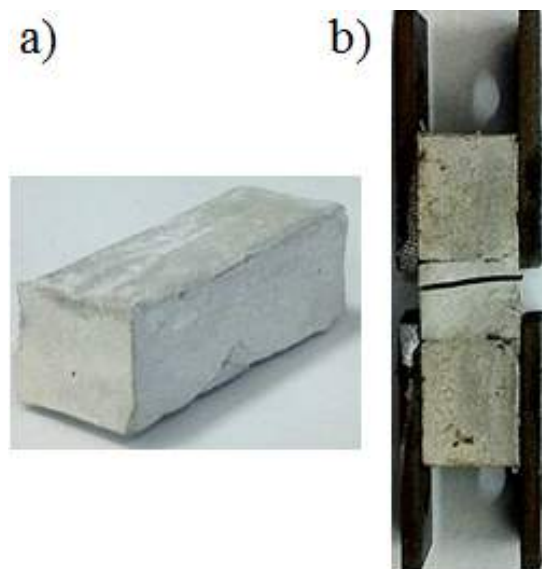


FIGURE 2.34: *Echantillon de pâte de ciment a) Essai de traction sur la pâte de ciment b)*

2.3.3 Essais mécaniques

A chaque échéance de temps d'hydratation (2, 7, 15, 28 et 90 jours), trois échantillons sont soumis à des essais directs de traction et de cisaillement pour mesurer leurs résistances à la rupture. Les essais ont été réalisés sur une machine d'essai de type "Mechanical Testing Système" en imposant une vitesse déplacement constante de 0,01 mm/s. Tous les essais mécaniques ont été filmés avec une caméra rapide Vision Research Phantom v12 (vitesse d'acquisition de 10 à 40 mille images par seconde), pour corriger les déplacements au cours des essais par la corrélation d'image.

2.3.3.1 Essai de traction directe

A l'échelle macroscopique, les essais de traction directe sur le béton sont difficiles à réaliser. Cependant, l'essai de traction directe sur le béton à l'échelle de l'interphase pâte de ciment - granulat est moins étudié et présentent des résultats souvent très dispersés [127].

Pour réaliser les essais mécaniques de traction directe, les dispositifs expérimentaux ont été élaborés et fabriqués de manière à être adaptés à la taille et à la forme des échantillons. Le principe de ces essais est assez simple, mais la préparation et la mise en place doivent être effectuées

avec précaution. Les précautions prises sont les mêmes que pour les échantillons à granulats sphériques, pour les mêmes raisons. Quatre cales en acier percées d'un trou sont d'abord collées sur l'échantillon comme indiqué sur la figure 2.35. Pour réaliser l'essai, l'échantillon est fixé à l'aide des tiges en acier placées dans les trous des cales et des supports en « U » fixés sur la machine.

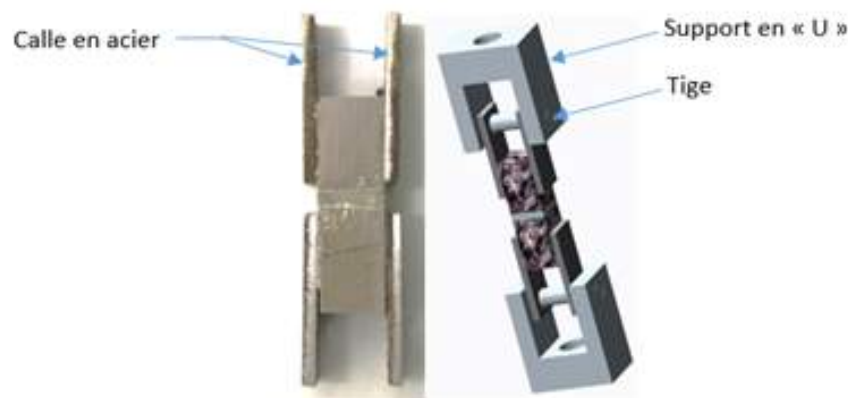


FIGURE 2.35: Schéma et photo des supports pour l'essai de traction

2.3.3.2 Essai de cisaillement direct

L'essai de cisaillement direct est largement utilisé en mécanique des sols pour déterminer la cohésion c et l'angle de frottement interne Φ . Néanmoins, cet essai est parmi les essais les plus difficiles à réaliser sur les matériaux cimentaires afin de caractériser l'interphase pâte de ciment-granulat du fait de l'absence d'outils expérimentaux adaptés. L'objectif de notre approche originale est de pouvoir accéder à l'enveloppe de rupture de l'interphase pour différentes contraintes de confinement. Pour réaliser cet essai, des dispositifs expérimentaux ont été dessinés et fabriqués de manière à ce que la rupture se localise précisément à l'interphase.

Le dispositif est constitué de deux demi-boîtes, la distance entre ces deux demi-boîtes est voisine de 0,5 mm pour minimiser la flexion de l'échantillon. Des vis aux extrémités des demi-boîtes servent à fixer la position de l'interface au milieu des deux demi-boîtes, pour éviter le déplacement de l'échantillon pendant l'essai et pour appliquer la force normale N . Pour mesurer cette force de confinement appliquée, un capteur de force (de type LMCKD-200N) est installé à l'extrémité de l'échantillon. La figure 2.36 illustre l'appareil expérimental où l'échantillon est placé à l'intérieure des deux demi-boîtes.

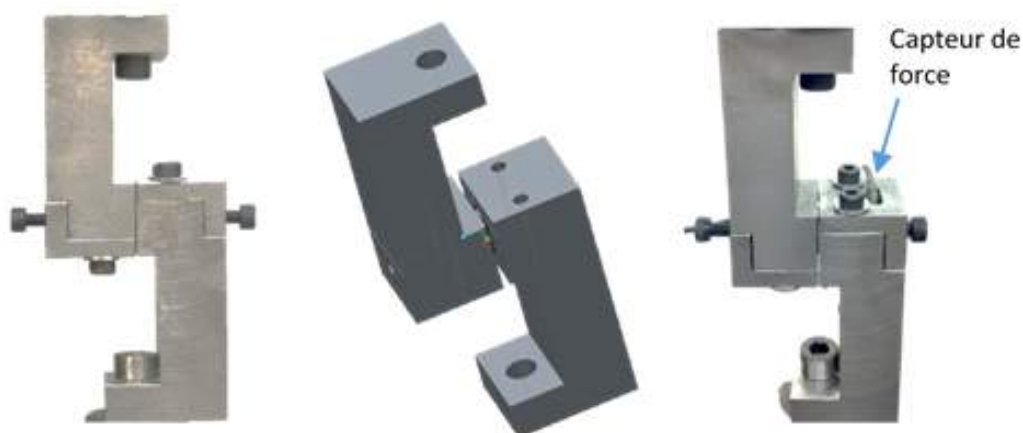


FIGURE 2.36: Schéma et photos des supports pour l'essai de cisaillement

Le principe de l'essai consiste à appliquer une force normale N de confinement, mesurée par le capteur de force, créant une contrainte normale σ sur un plan vertical. Au cours de l'essai, comme dans le cas des granulats sphériques, la vitesse de déplacement est imposée de 0,01 mm/s au niveau de l'une des demi-boîtes, l'autre demi-boîte restant fixe. Au cours de ce déplacement, on mesure la force de cisaillement T dans le plan vertical, mesurée grâce à un capteur de force lié à la MTS, permettant d'avoir accès à la contrainte de cisaillement τ . Les relations entre ces grandeurs sont :

$$\sigma = \frac{N}{A'} \quad \tau = \frac{T}{A'} \quad (2.7)$$

où A' est la section corrigée de l'échantillon au cours de l'essai.

La figure 2.37 présente les étapes du mode opératoire depuis la mise en place de l'échantillon jusqu'à la réalisation de l'essai de cisaillement direct.

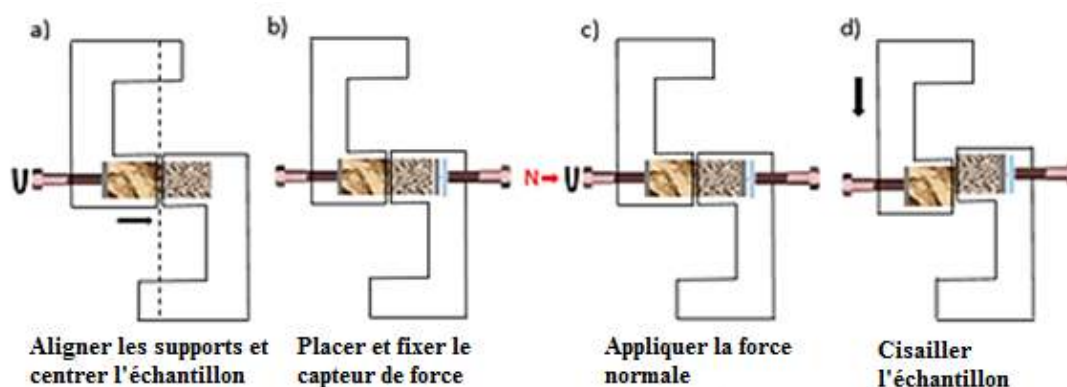


FIGURE 2.37: Schémas des étapes du mode opératoire d'essai de cisaillement

En faisant varier la force normale N , on est en mesure de construire l'évolution de la contrainte de cisaillement à la rupture τ_r en fonction de la contrainte normale σ appliquée au

cours de l'essai. Pour cette étude, deux protocoles expérimentaux ont été réalisés pour les essais de cisaillement direct :

1. à différents temps d'hydratation (2 ; 7 ; 15 ; 28 et 40 jours) à contrainte normale de 0 MPa,
2. à un temps d'hydratation de 40 jours à différentes contraintes normales (0 ; 0,5 ; 1 et 1,5 MPa).

Ces deux protocoles permettent d'obtenir pour le premier, l'évolution de la cohésion c entre la pâte de ciment et le granulat en fonction du temps d'hydratation et, pour le second, l'angle de frottement Φ pour un temps d'hydratation donné.

Le Tableau 2.8 synthétise l'ensemble des essais réalisés.

Type d'essai	Echantillons	Nombre d'essai réalisés
Compression	Pâte de ciment	20
	Composite	20
Traction	Pâte de ciment	30
	Composite	40
Cisaillement	Pâte de ciment	40
	Composite	50
Total		200

TABLE 2.8: Détails des essais

2.3.4 Mesure des déformations par corrélation d'image

Cette technique, développée dans les années 1980 par Sutton [132, 133], constitue une solution alternative aux méthodes classiques adoptées pour les mesures locales de champs de déplacement ou de déformation dans les structures telles que les méthodes qui utilisent des jauges de déformation, les capteurs de déplacement LVDT ou les extensomètres. Elle est de plus en plus employée en sciences des matériaux pour déterminer des champs de déplacement et de déformation ou détecter des fissures [134]. Le principe de cette méthode consiste à déterminer les champs de déplacements et de déformations d'un solide, à partir des marquages sur les matériels à un instant de référence et d'assurer ainsi son suivi au cours du chargement, par comparaison de deux images prises à différents états de chargement (figure 2.38). Les matériels nécessaires pour l'utilisation de cette technique sont : une caméra rapide, un PC et une source en lumière.

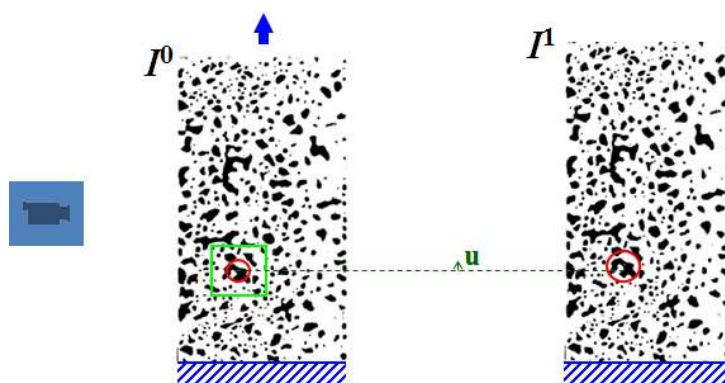


FIGURE 2.38: Principe de la corrélation d'image

Généralement, une texture ou un motif aléatoire à la surface des échantillons sont utilisés. A cause des petites dimensions des échantillons, il fallait élaborer un protocole de mise en place des mouchetis, qui permet d'obtenir des marques de petite taille et homogène sur la totalité de la surface de l'échantillon. Cet aspect aléatoire est appliqué dans notre cas grâce à un dépôt de peinture blanche par évaporation sur la surface de l'échantillon teinté préalablement en noir (figure 2.39b). Les mesures cinématiques bidimensionnelles (déplacements et déformations) sont obtenues grâce au logiciel Trait cin NRJ développé au LMGC. La synchronisation temporelle des différents signaux (cinématiques et mécaniques) est assurée par un boîtier électronique Synchrocarn conçu au laboratoire pour déclencher en même temps toutes les acquisitions [135].

Pour observer et enregistrer la progression d'essai, on a utilisé la caméra rapide Vision Research Phantom v12 (la vitesse d'acquisition de 10 à 40 milles images par seconde). La configuration de dispositif expérimental est présentée sur la Figure 2.39a).

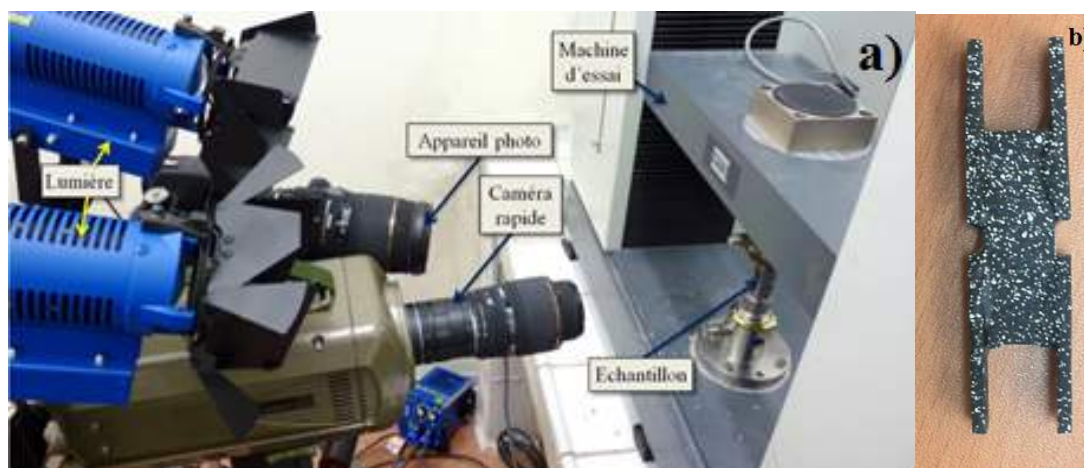


FIGURE 2.39: Dispositif expérimental de la corrélation d'image a) Composite avec les mouchetis b)

Dans notre cas, le déplacement est calculé sur un élément de surface le plus proche de la zone de rupture (figure 2.40), pour calculer le saut de déplacement de l'ouverture de la fissure.

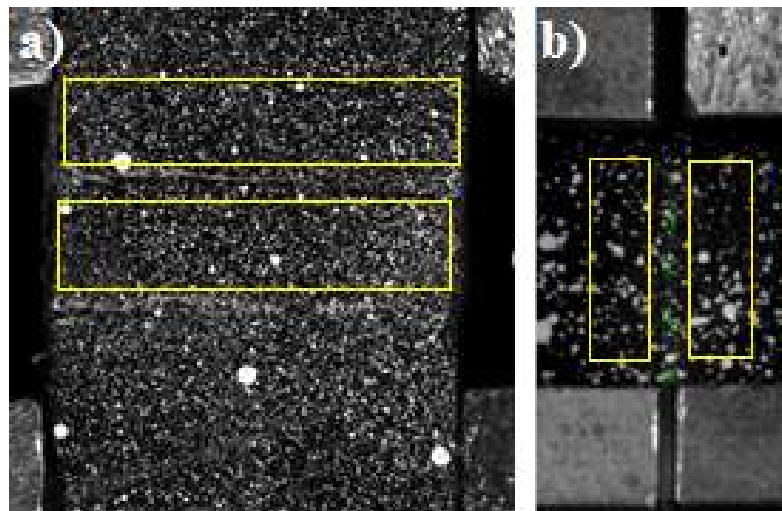


FIGURE 2.40: Zone de calcul des déplacements par corrélation d'image pour l'essai de traction a) et pour l'essai de cisaillement b).

Avant la réalisation des essais mécaniques, il est nécessaire de suivre les étapes suivantes :

- la caractérisation de l'échantillon (les dimensions et la masse),
- le réglage de la machine MTS (séparation initiale, vitesse, limite de la force),
- le réglage de la caméra rapide (ajustage de l'optique, de la lumière, de la vitesse d'acquisition),

2.3.5 Résultats

On se propose de présenter l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus à partir des essais directs de compression, de traction et de cisaillement sur trois échantillons de la pâte de ciment pure ou du composite pâte de ciment-granulat à chaque temps d'hydratation.

2.3.5.1 Essai de compression

Des essais de compression ont été réalisés aussi sur le composite avec deux granulats et la pâte de ciment à différents temps d'hydratation pour caractériser le composite. L'échantillon est placé entre deux plateaux (figure 2.41). Pour minimiser le frottement, la partie supérieure et inférieure de l'échantillon sont rectifiées et couvertes par un film de résine.



FIGURE 2.41: Photo des supports pour l'essai de compression.

Les résultats de l'essai sont présentés dans la figure 2.42 pour la pâte de ciment a) et le composite b).

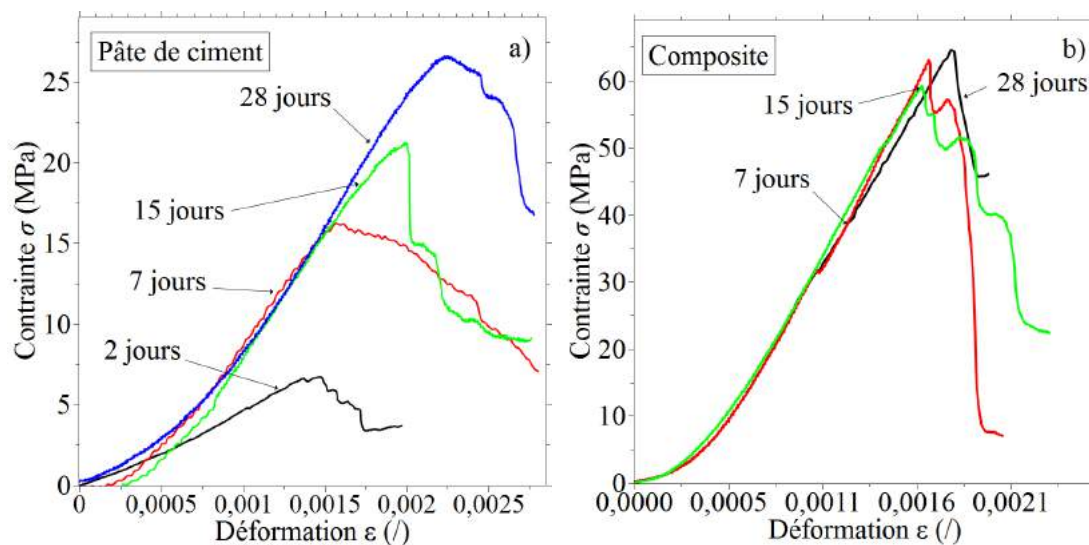


FIGURE 2.42: Courbes contrainte-déformation lors de l'essai de compression de la pâte de ciment a) et du composite b)

Pour tous les essais de compression, on observe que toutes les ruptures sur le composite se produisent dans la totalité de l'échantillon (granulats et pâte de ciment) et pas seulement dans la pâte de ciment comme attendu (figure 2.43). Cela est expliqué par l'épaisseur de la pâte de

ciment considérée très petite par rapport aux dimensions des granulats, et la forme plane des granulats qui ne permet pas de caractériser le composite, contrairement au cas des granulats sphériques.



FIGURE 2.43: Photo illustrant le mode de rupture lors des essais de compression pour le composite

Les résultats de la figure 2.42b montrent que les propriétés mécaniques du composite n'évoluent pas avec l'hydratation, la contrainte à la rupture est presque stable avec la variation de temps d'hydratation. Contrairement à la pâte de ciment, on constate l'augmentation des propriétés mécaniques de la pâte avec le durcissement (figure 2.42b). Nous pouvons conclure que l'essai de compression sur le composite ne caractérise pas le composite à cause de la surface plane des granulats et le volume faible de la pâte de ciment.

2.3.5.2 Essai de traction directe

Dans cette étude, des essais de traction directe sont effectués sur les échantillons constitués de deux granulats, liés par une pâte de ciment. Les essais doivent être effectués très soigneusement pour éviter l'inclinaison de l'échantillon. En outre, il existe d'autres paramètres qui peuvent influencer les résultats de l'essai, par exemple, les microfissures au niveau de l'interface. Pour chaque essai de traction, les courbes contrainte-déformation ont été enregistrées, comme représentées sur la figure 2.44, à différents stades d'hydratation respectivement pour la pâte de ciment pure (figure 2.44a) et pour le composite « pâte de ciment-granat » (figure 2.44b). On observe une augmentation significative de la contrainte à la rupture $\sigma_r(j)$ au début de l'hydratation puis une stabilisation progressive après trois semaines d'hydratation pour le composite et la pâte de ciment.

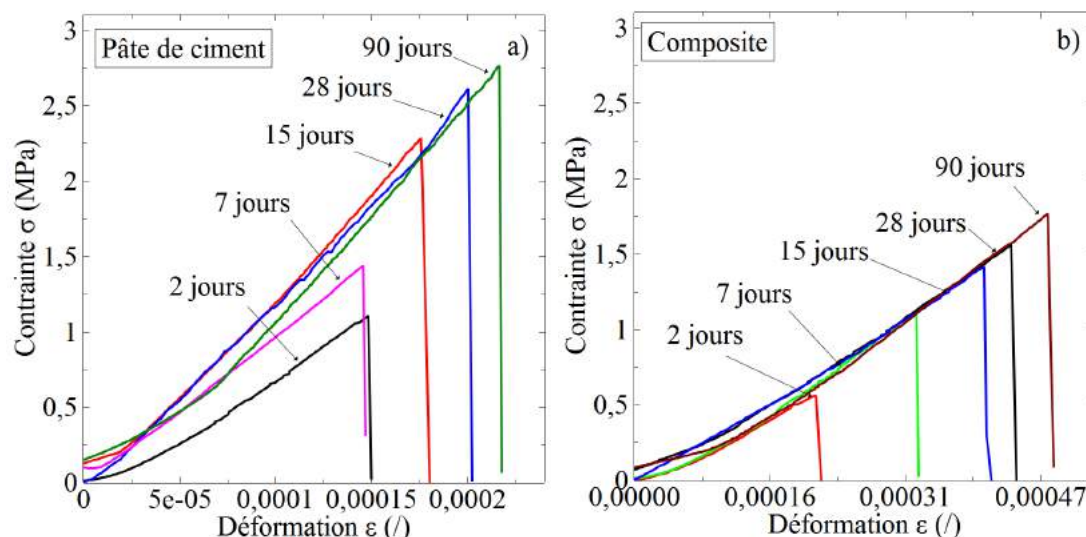


FIGURE 2.44: Courbes contrainte - déformation lors des essais de traction pour la pâte de ciment a) et le composite b)

Pour tous les essais de traction, on observe que toutes les ruptures sur le composite se produisent à l'interphase pâte de ciment-granulat (figure 2.45) qui représente la zone la plus fragile. On constate également un comportement quasi-fragile pour les deux types d'échantillon. A cette échelle, on remarque une seule fissure qui se propage rapidement à travers l'interphase pâte de ciment-granulat, qui provoque une chute brutale de la contrainte de la traction au moment de la rupture. Des résultats similaires sont obtenus avec les grains sphériques.

Nous avons également constaté une évolution de la déformation au fur et à mesure de l'hydratation, ce constat est plus visible pour le composite que pour la pâte de ciment avec des valeurs de déformation à la rupture largement supérieures (double) pour le composite. Cette observation peut être expliquée par l'évolution des propriétés de l'interphase (hydratation à l'interphase, la porosité, ...) avec le durcissement. En comparant l'évolution des paramètres mécaniques lors des essais de traction à l'échelle de l'interphase avec des résultats similaires pour les échantillons macroscopiques, on peut conclure que le comportement des échantillons est différent. Pour les échantillons macroscopiques, une partie post pic de la courbe contrainte-déformation peut être distinguée, où la propagation de fissures a lieu [136].

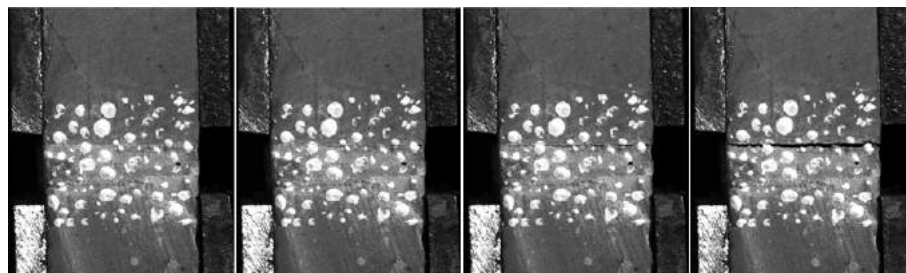


FIGURE 2.45: Modes de fissuration lors des essais de traction du composite

Les figures 2.46a) et 2.46b) présentent la comparaison de l'évolution de la contrainte à la rupture moyenne $\sigma_r(j)$ et du module d'Young moyen $E_T(j)$ en fonction du temps d'hydratation j (en jours) au cours des essais de traction pour la pâte de ciment et le composite. Le module d'Young est calculé de la même manière que la raideur présentée auparavant (figure 2.13).

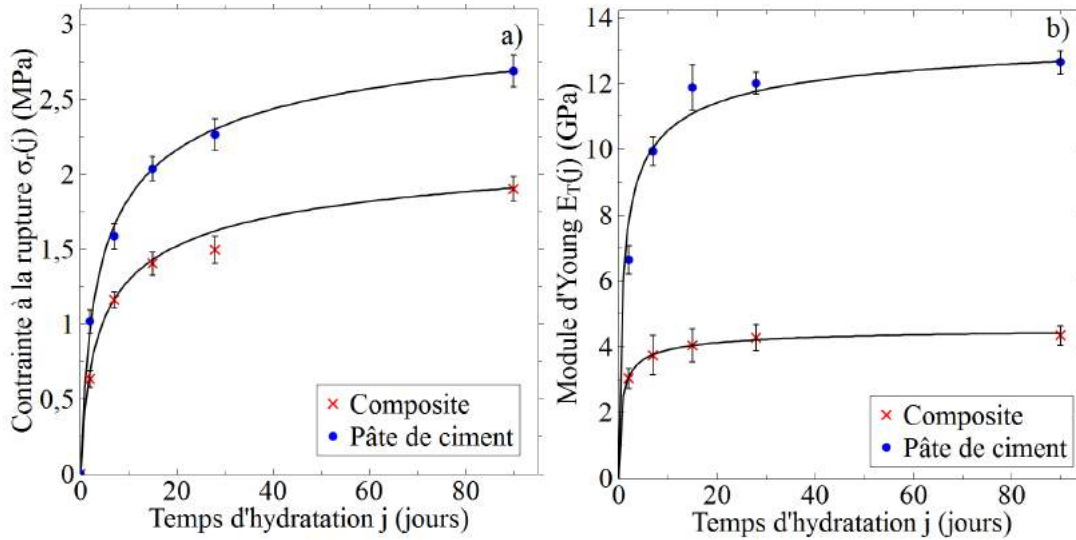


FIGURE 2.46: Evolution de la contrainte à la rupture moyenne en traction a) et le module d'Young moyen b) en fonction du temps d'hydratation

Ces évolutions ont été approchées par une fonction exponentielle, basée sur les équations proposées dans l'Eurocode 2 [129], afin d'estimer au cours du temps de l'hydratation de la contrainte à la rupture $\sigma_r(j)$ (eq. (2.8)) et le module d'Young $E_T(j)$ (eq. (2.9)) des échantillons de pâte de ciment pure et de composite.

$$\sigma_r(j) = \beta_{cc}(j) \times \sigma_r(28) \quad (2.8)$$

$$E_T(j) = (\beta_{cc}(j))^{0,3} \times E_T(28) \quad (2.9)$$

où $\sigma_r(28)$ est la résistance moyenne à la traction à 28 jours, $E_T(28)$ est le module d'Young moyen à 28 jours et $\beta_{cc}(j)$ est un coefficient qui dépend de l'âge du béton donné par la relation (2.3).

Les modélisations proposées en figure 2.46 sont données pour les valeurs moyennes de paramètres suivants (Tableau 2.9) :

On constate dans le Tableau 2.9 que la valeur de s est identique pour la pâte de ciment et le composite. Ceci provient du fait que le ciment choisi pour les essais est exactement le même pour les deux matériaux. Bien que plus poreuse, l'interphase semble durcir à la même vitesse que la pâte de ciment. Les résultats expérimentaux montrent la même évolution de la contrainte à la rupture et le module d'Young, mais à chaque temps d'hydratation les caractéristiques de la pâte de ciment sont plus élevées que celles du composite. Les figures 2.47a) et 2.47b)

	Pâte de ciment	Composite
$\sigma_r(28)$ (MPa)	2,3	1,7
$E_T(28)$ (GPa)	12,0	4,3
s	0,38	0,38

TABLE 2.9: Valeurs moyennes des paramètres de modélisation pour $\sigma_r(28)$, $E_T(28)$ et s de la pâte de ciment et du composite.

présentent l'évolution du rapport des contraintes à la rupture moyenne et le rapport des modules d'Young moyen entre le composite et la pâte de ciment en fonction du temps d'hydratation. On remarque que le rapport des contraintes à la rupture est presque égale à $2/3$ et le rapport des modules d'Young est presque égale à $1/3$ quelque soit le temps d'hydratation. Ces résultats confirment que l'interphase pâte de ciment-granulat représente la zone la plus faible dans le béton.

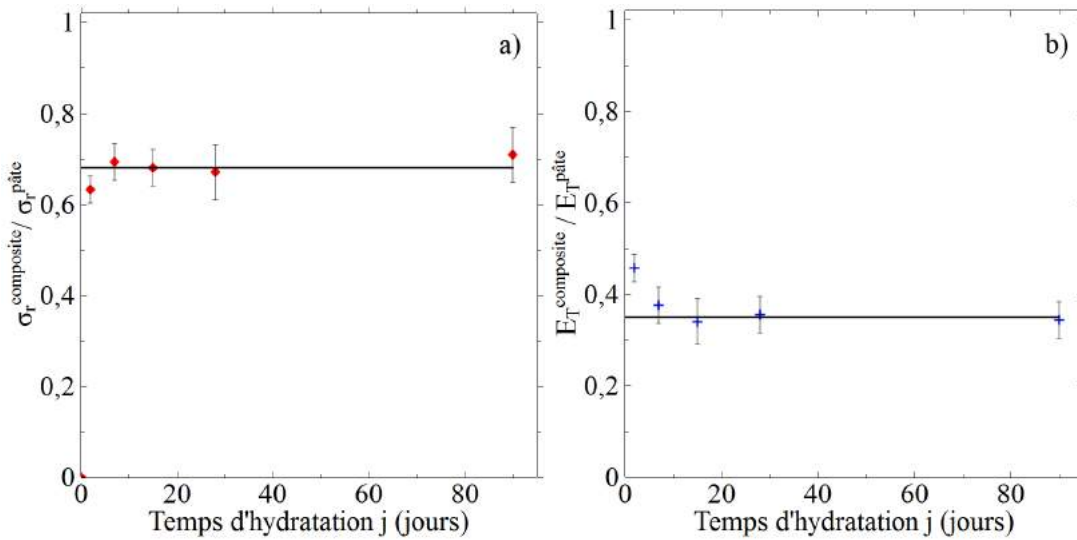


FIGURE 2.47: Evolution du rapport des contraintes moyennes a) et des modules d'Young moyens b) en fonction du temps d'hydratation

L'énergie critique de rupture $W_T(j)$ est définie par :

$$W_T(j) = \int_0^{\epsilon_r} \sigma_j d\epsilon \quad (2.10)$$

Ici le comportement est linéaire jusqu'à la rupture, de type élastique-fragile, on peut donc calculer l'énergie directement sur les courbes contrainte-déformation, en évaluant la surface sous la courbe.

$$W_T(j) = \frac{1}{2} \times \frac{(\sigma_r(j))^2}{E_T(j)} \quad (2.11)$$

où $\sigma_r(j)$ est la contrainte à la rupture à j jours (figure 2.46a) et $E_T(j)$ est le module d'Young en traction à j jours (figure 2.48b). La figure 2.48 montre l'évolution de l'énergie critique de rupture $W_T(j)$ en fonction du temps d'hydratation.

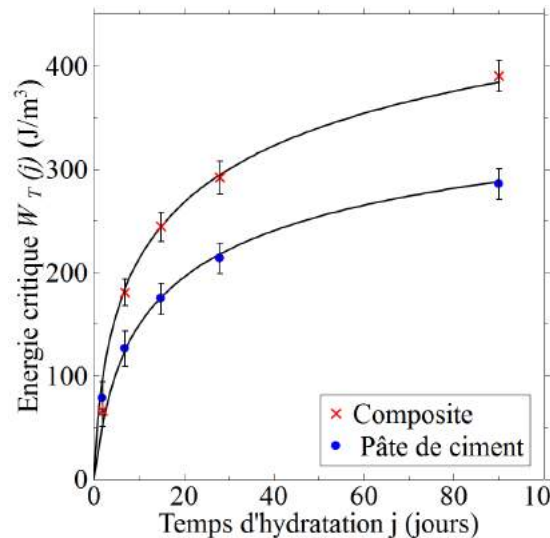


FIGURE 2.48: Evolution de l'énergie de rupture en fonction du temps d'hydratation pour le composite et la pâte de ciment

On remarque une augmentation de l'énergie de rupture avec l'augmentation du temps d'hydratation qui atteint progressivement une valeur de stabilité. L'énergie de rupture de la pâte de ciment est faible par rapport à celle de l'interphase à cause de la déformation supérieure et de la contrainte de rupture inférieure du composite. Au-delà de 28 jours, le rapport des énergies critiques de rupture entre le composite et la pâte de ciment est de 1,5.

Les résultats de l'essai de traction montrent une évolution similaire de la résistance de la pâte de ciment pure et du composite avec des valeurs supérieures pour la pâte de ciment. De plus, la contrainte à la rupture du composite est d'environ 70% de celle de la pâte de ciment quelque soit le temps d'hydratation. Ces résultats confirment que l'interphase pâte de ciment-granulat représente la zone la plus fragile dans le béton. La comparaison des énergies de rupture montre que le comportement de la pâte de ciment pure est plus fragile que le composite. Ce constat est expliqué par la porosité plus élevée de l'interphase que la pâte de ciment pure qui donne un comportement moins fragile au composite. L'augmentation de la ductilité du béton à l'échelle macroscopique soumise à des essais de compression est aussi observée avec l'augmentation du rapport E/C qui augmente la porosité du béton.

2.3.5.3 Essais de cisaillement direct

Les courbes de contraintes – déformations, obtenues lors des essais de cisaillement direct (sans contrainte normale), sont présentées sur la figure 2.49 à différents stades d'hydratation au

cours des 40 premiers jours pour la pâte de ciment et l'interphase pâte de ciment-granulat.

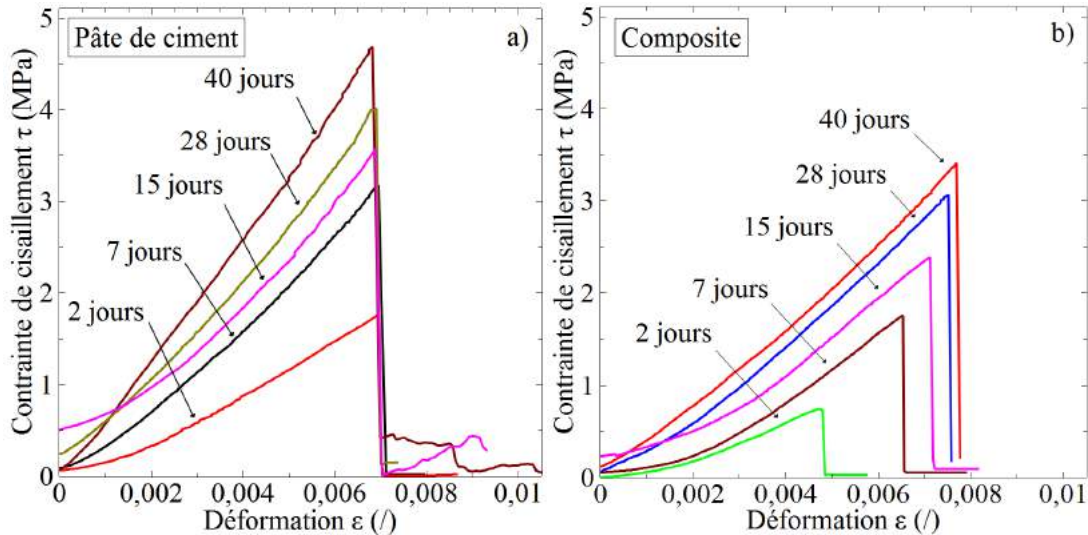


FIGURE 2.49: Courbes contrainte - déformation lors des essais de cisaillement pour la pâte de ciment a) et le composite b)

Ces figures montrent une augmentation rapide de la contrainte à la rupture $\tau_r(j)$ et du module de cisaillement $E_s(j)$ des échantillons au début de l'hydratation. Comme pour l'essai de traction, on constate le comportement quasi-fragile de la rupture au cisaillement avec une absence de la partie adoucissante de la courbe contrainte-déformation. Encore une fois, le comportement local diffère de ce que l'on peut constater à l'échelle macroscopique après la rupture. Une augmentation des valeurs de la déformation est également observée dans le cas du composite avec le durcissement, avec des valeurs légèrement supérieures du composite au-delà de 7 jours d'hydratation que celle de la pâte de ciment. Dans ce cas, la fissure se propage rapidement à l'interphase pâte-granulat. Pour la pâte de ciment, la rupture se déroulera à la même valeur de la déformation quel que soit le temps d'hydratation.

Les valeurs de la contrainte à la rupture $\tau_r(j)$ (en MPa) et le module de cisaillement $E_s(j)$ (en GPa) en fonction du temps d'hydratation j (en jours), pour l'essai de cisaillement pour la pâte de ciment et le composite « pâte de ciment-granulat », sont présentées sur la figure 2.50. Le module tangentiel des échantillons a été estimé à partir de la pente de la partie linéaire des courbes contrainte-déformation (figure 2.49). Les figures 2.50 montrent une augmentation similaire des contraintes à la rupture et du module tangentiel au cours de l'hydratation pour les deux types d'échantillons avec des valeurs supérieures dans le cas de la pâte de ciment. On remarque aussi que le module tangentiel est 1,5 fois plus grand dans la pâte de ciment que celui du composite. A partir des courbes contrainte-déformation de l'essai de cisaillement (figure 2.49), le comportement quasi-fragile nous permet d'approximer l'énergie critique de la rupture $W_s(j)$ en fonction du temps d'hydratation sous la forme :

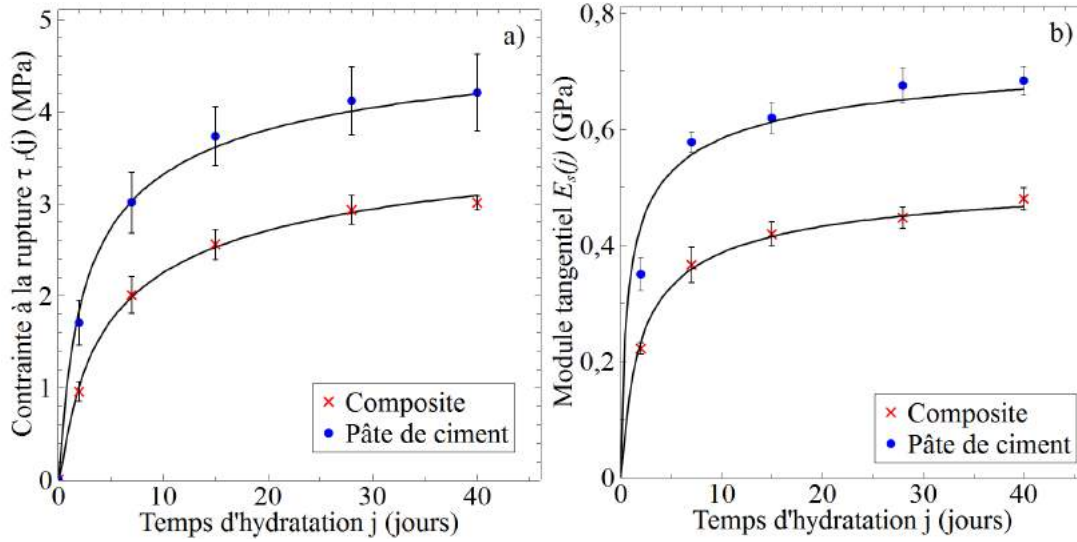


FIGURE 2.50: Evolution a) de la contrainte à la rupture et b) du module tangentiel en fonction du temps d'hydratation pour du composite et de la pâte de ciment.

$$W_s(j) = \frac{1}{2} \times \frac{(\tau_r(j))^2}{E_s(j)} \quad (2.12)$$

où $\tau_r(j)$ est la contrainte à la rupture au cisaillement à j jours (figure 2.50a) et $E_s(j)$ est le module tangentiel à j jours (figure 2.50b). La figure 2.51 démontre bien une augmentation similaire de l'énergie de rupture $W_s(j)$ avec le durcissement des échantillons. Cette fois, contrairement à l'essai de traction, les valeurs d'énergie supérieure de la pâte de ciment que celle des composites, malgré les valeurs de la déformation légèrement supérieure du composite.

Après la caractérisation de l'effet du temps d'hydratation sur la contrainte de cisaillement respectivement pour la pâte de ciment pure et pour le composite « pâte de ciment-granulat », on s'intéresse à l'influence de la contrainte normale sur les résistances au cisaillement. Les échantillons, à un temps d'hydratation fixe (40 jours), sont soumis à des essais de cisaillement direct à différentes contraintes normales. Les courbes de contraintes-déformations obtenues sont présentées dans les figures 2.52 pour différentes contraintes de confinement ($\sigma = 0 ; 0,5 ; 1 ; 1,5$ MPa).

On constate qu'il a une forte dépendance du comportement mécanique du composite et la pâte de ciment à la contrainte normale. On constate une augmentation de la contrainte à la rupture (la valeur au pic) de cisaillement avec l'application de la contrainte normale pour les deux types des échantillons. Le module tangentiel initial augmente également dans le même sens. Cette évolution permet de calculer l'angle de frottement interne locale Φ et la cohésion locale c en exprimant la contrainte de rupture au cisaillement en fonction de la contrainte normale appliquée (figure 2.53).

On remarque une évolution linéaire de la contrainte de cisaillement avec l'augmentation

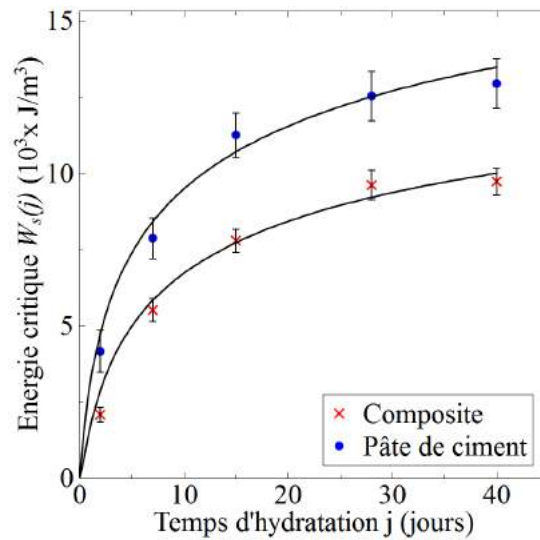


FIGURE 2.51: Evolution de l'énergie de rupture en fonction du temps d'hydratation pour le composite et la pâte de ciment

de la contrainte normale, pour la pâte pure et l'interface. Selon le critère de rupture de Mohr-Coulomb défini par la relation suivante :

$$\tau_r(40) = \sigma \times \tan(\Phi) + c \quad (2.13)$$

où $\tau_r(40)$ est la contrainte de cisaillement à la rupture à 40 jours, σ est la contrainte normale, c est l'ordonnée de l'enveloppe de rupture par rapport à l'axe des τ et Φ est la pente de l'enveloppe de rupture.

Cette évolution nous permet d'accéder à la loi de cisaillement des deux types d'échantillons. On a obtenu :

	Pâte de ciment	Composite
Cohesion c (MPa)	4,1	2,9
Friction angle Φ (°)	54	47

TABLE 2.10: Cohésion c et l'angle de frottement Φ de la pâte de ciment et du composite à 40 jours d'hydratation

Les résultats montrent que la cohésion locale c et de l'angle de frottement local Φ de la pâte sont plus élevés que celle du composite. Dans la littérature, on ne trouve pratiquement pas d'essais similaires à cette échelle pour comparer les résultats obtenus. Les seuls résultats existant sont ceux de Xiang et al. [72], qui ont trouvé un angle de frottement de 35° à l'interphase entre une roche en marbre et mortier. L'étude consiste à faire varier l'angle de contact entre les deux matériaux ($\alpha = 30^\circ, 40^\circ, 50^\circ$ et 60°), les résultats expérimentaux étant ajustés par des relations

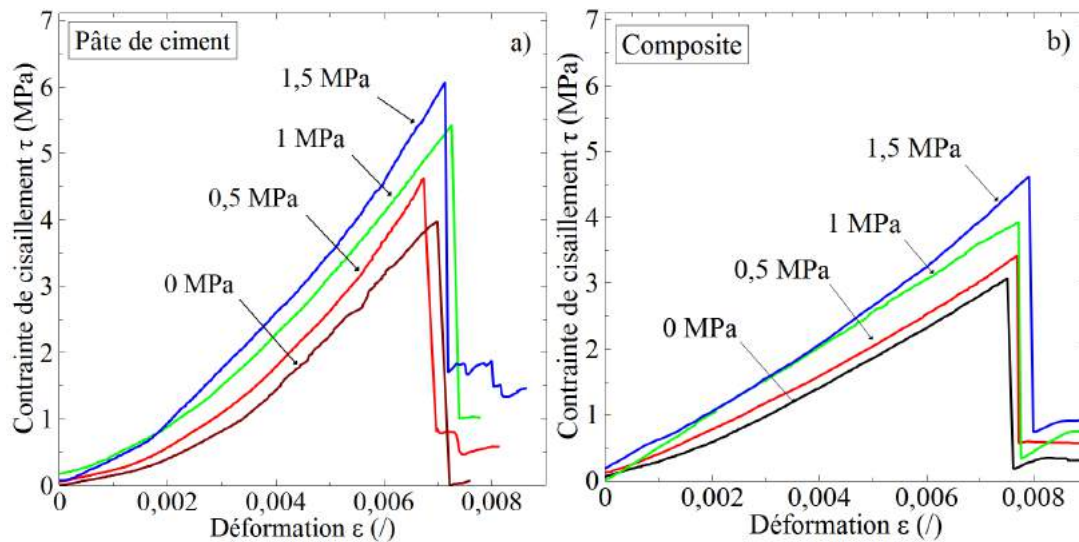


FIGURE 2.52: Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la contrainte normale à 40 jours d'hydratation pour la pâte de ciment a) et le composite b)

théoriques. Ils n'ont pas constaté de différence significative entre la résistance au cisaillement de l'interphase et la résistance au cisaillement du mortier.

2.3.5.4 Discussion et analyse

Des essais originaux à l'échelle de l'interphase pâte de ciment-granulat ont été réalisés pour caractériser les propriétés de l'interphase. Les résultats des essais de traction du composite ont montré que la résistance à la traction augmente avec le temps d'hydratation mais avec des valeurs plus faibles par rapport à la pâte de ciment. La résistance en traction de l'interphase est égale à 70% de celle la pâte pure. Ainsi, le module d'Young du composite est plus faible que celui de la pâte de ciment. La diminution du module d'Young dans le béton avec l'augmentation de la fraction volumique de l'interphase à l'échelle macroscopique est également observée [73, 137, 47, 138, 139, 74].

Le calcul de l'énergie de rupture démontre que le comportement de l'interphase est plus ductile que celui de la pâte pure, cette remarque peut être justifiée par la porosité élevée de l'interphase qui influence le comportement de cette zone. L'évolution de ces paramètres est bien approchée par une fonction exponentielle. Ce type d'équation est couramment utilisé pour estimer la résistance macroscopique du béton. La cinétique d'évolution des propriétés mécaniques (contrainte et module d'Young) est la même pour le composite et la pâte de ciment. Ces résultats de l'essai de traction à l'échelle de l'interphase pâte de ciment-granulat révèle que l'interphase est la zone la plus faible dans le composite.

Une expérimentation originale a été réalisée pour étudier le comportement mécanique de l'interphase par des essais de cisaillement direct. L'avantage de notre dispositif expérimental est la possibilité d'appliquer différentes contraintes normales qui permet d'accéder à la loi de

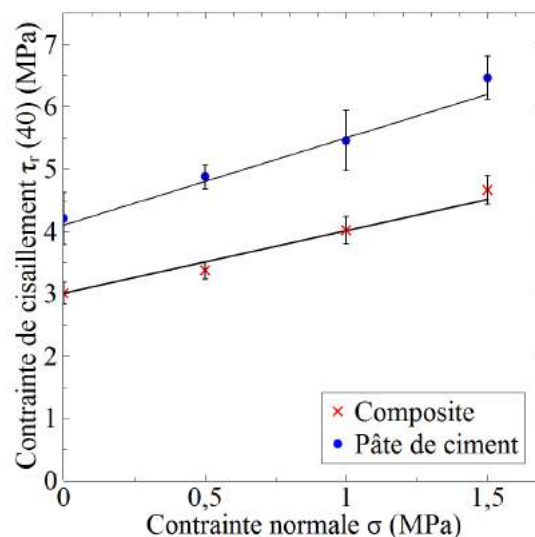


FIGURE 2.53: Loi de Mohr-Coulomb pour l'interphase et de la pâte de ciment en fonction de la contrainte normale à 40 jours d'hydratation

cisaillement de cette zone. Les résultats des essais de cisaillement illustrent que la contrainte de cisaillement augmente avec le temps d'hydratation, avec un rapport similaire pour la pâte de ciment et le composite mais avec des valeurs supérieures de la contrainte à la rupture de la pâte par rapport au composite. La contrainte de cisaillement du composite est inférieure à celle de la pâte pure, mais avec des valeurs de déformation du composite légèrement plus élevées.

L'application de la contrainte normale augmente la résistance au cisaillement. Cela permet de calculer la cohésion locale et l'angle de frottement local de l'interphase et de la pâte de ciment, de la même manière d'un essai de cisaillement direct à l'échelle macroscopique. La cohésion et l'angle de frottement locaux de la pâte de ciment sont supérieurs à ceux de l'interphase.

Ces résultats préliminaires conduisent à une première approche permettant de caractériser les propriétés mécaniques de l'interphase avec des outils expérimentaux originaux. Ces outils développés à l'échelle locale seront un appui pour la compréhension des phénomènes plus globaux à l'échelle macroscopique et à l'échelle de la structure.

2.3.6 Application : Modèle de Zone Cohésive (Cohesive Zone Model (CZM))

2.3.6.1 Introduction

Cette partie est consacrée à la simulation numérique de l'essai de traction sur le composite, présenté précédemment. L'objectif de l'utilisation d'un outil numérique est d'identifier les propriétés mécaniques à l'interphase entre la pâte de ciment et le granulat. Avant cela nous allons rapidement identifier quelles sont les méthodes numériques qui permettent de modéliser cette

zone.

A l'échelle mésoscopique, le béton est considéré comme un matériau triphasique, constitué de la matrice cimentaire, les agrégats et les interphases. Certaines modélisations numériques considèrent les bétons ou les mortiers comme des matériaux bi-phasiques (granulats et matrice cimentaire). La caractérisation de leur comportement mécanique dépend alors des propriétés élastiques des deux phases, au moins jusqu'à la rupture [81, 140]. Néanmoins cette approche biphasique atteint ses limites lorsque le béton quitte le domaine élastique. D'autres modélisations considèrent la zone d'interphase entre le mortier ou la pâte de ciment et les granulats comme un troisième matériau indépendant avec de faibles propriétés mécaniques [141]. Afin de tenir compte de cette troisième phase, certaines études numériques proposent une modélisation par éléments finis représentant physiquement l'interphase [142, 143], ce qui introduit des difficultés en particulier dans la génération de maillage en raison de l'épaisseur très mince de l'interphase par rapport aux dimensions des autres phases [48]. Nous allons dans cette étude réaliser un modèle éléments finis du composite bi-phasique (pâte de ciment - granulat), en considérant une interface non parfaite entre les matériaux. Pour caractériser cette interface non-parfaite, et évolutive, un modèle de zone cohésive (CZM) est utilisé.

Ce type de modèle offre une bonne description du comportement mécanique, notamment hors de domaine élastique [144]. Parmi les différentes études qui utilisent un modèle de zones cohésives, avec un maillage par éléments finis [145, 146, 147] ou discrets [148], le modèle choisi ici couple adhésion, friction et contact unilatéral [149, 150]. Ceux sont les paramètres de cette loi CZM, calés à partir des essais expérimentaux de traction sur le composite, qui permettront de proposer une caractérisation des propriétés mécaniques de l'interphase entre les granulats et la pâte de ciment

2.3.6.2 Modèle de zone cohésive

Les descriptions mathématiques du modèle utilisé dans cette étude, sont détaillées dans les travaux de Raous et al. [149] et Bretelle et al. [151]. Nous nous limiterons dans cette partie à présenter les paramètres de la loi cohésive, et ses principales équations. Ce modèle considère la non-pénétration entre deux corps en contact et les forces de cohésion entre deux corps sont décomposées en une partie normale R_n et une partie tangentielle R_t , associées à des déplacements normaux et tangentiels, U_n et U_t .

Les équations constitutives du modèle, issues d'une description thermodynamique, basée sur la théorie de matériel standard généralisée [152], nécessite de définir des variables d'état associées aux forces thermodynamiques. Pour cela, les forces réversibles R_N et R_T sont associées aux déplacements u_N et u_T . Les indices N et T indiquent la décomposition normale et tangentielle sur la surface de contact. Ainsi, R_N et R_T sont les forces de contact normales et

tangentiels. Le déplacement est décrit comme suit :

$$[u] = [u_N].n + [u_T] \quad \text{avec} \quad [u_N] = [u].n \quad (2.14)$$

D'une même manière, la décomposition des forces de contact est présentée comme suit :

$$R = R_N.n + R_T \quad \text{avec} \quad R_N = R.n \quad (2.15)$$

Par ailleurs, l'intensité d'adhérence entre les corps est gouvernée par une variable β , évolutive au cours du chargement, qui est liée à un paramètre d'endommagement [153] de telle sorte que :

$$\beta = 1 - D \quad (2.16)$$

On peut ainsi lier l'endommagement à la variable β de la manière suivante :

- $\beta = 1$ adhérence totale,
- $0 < \beta < 1$ adhérence partielle,
- $\beta = 0$ pas d'adhérence.

Dans ce problème, les variables d'état sont β , u_N et u_T . Nous introduisons un potentiel d'énergie libre défini comme :

$$\psi = \frac{C_N}{2} u_N^2 \beta^2 + \frac{C_T}{2} u_T^2 \beta^2 - Wb \quad (2.17)$$

avec C_N et C_T les raideurs normales et tangentiels, W une énergie de rupture à l'interface (énergie de Dupré) et b un coefficient de viscosité de l'adhérence. Comme détaillé dans les travaux de Raous et al. [149], les principales équations régissant ce modèle de zones cohésives, sont issues des dérivations des potentiels thermodynamiques d'énergie libre et de dissipation, par rapport aux variables d'état u_N , u_T et β . Ainsi sont obtenues les équations du contact unilatéral entre les deux corps :

$$R_N - C_N[u_N]\beta^2 \geq 0 \quad (2.18)$$

$$[u_N] \geq 0 \quad (2.19)$$

$$(R_N - C_N[u_N]\beta^2)[u_N] = 0 \quad (2.20)$$

En introduisant le coefficient de frottement de Coulomb μ , on définit ensuite l'adhésion et la friction :

$$||R_T - C_T[u_T]\beta^2|| \geq \mu |R_N - C_N[u_N]\beta^2| \quad (2.21)$$

$$||R_T - C_T[u_T]\beta^2|| < \mu |R_N - C_N[u_N]\beta^2| \Rightarrow [u \cdot T] = 0 \quad (2.22)$$

$$||R_T - C_T[u_T]\beta^2|| = \mu |R_N - C_N[u_N]\beta^2| \Rightarrow \exists \lambda > 0, [u \cdot T] = \lambda (R_T - C_T[u_T]\beta^2) \quad (2.23)$$

La figure 2.54 montre la réponse du modèle de zones cohésives présenté. La figure illustre la force normale en fonction du déplacement normal. La force maximale présente la limite d'adhésion. En effet, à ce stade, la rupture se produit à l'interface. L'énergie d'adhésion w , peut être considérée comme la surface sous la courbe.

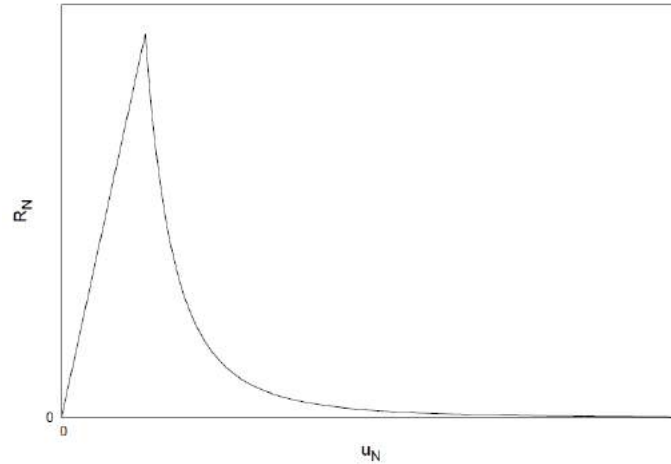


FIGURE 2.54: *Forme de la loi cohésive.*

2.3.6.3 Calcul numérique

Tous les calculs numériques ont été effectués avec le logiciel LMGC90 [154], développé à l'Université de Montpellier, dans lequel le modèle de zone cohésive présenté dans la section passée est implémenté. Un modèle éléments finis en trois dimensions du composite (figure 2.31a) a été réalisée. La géométrie du composite nous permet d'utiliser des conditions de symétrie, et de ne mailler qu'un demi-échantillon, afin de réduire le temps de calcul. La géométrie est maillée avec éléments finis hexaèdre H8, et le pas de temps est pris constant et égal à $1 \times 10^{-4} s$. Les conditions aux limites sont appliquées sur les faces inférieures et supérieures pour reproduire le même cas de charge que lors des essais expérimentaux. Le chargement de traction est appliqué sur la partie supérieure avec une vitesse $v_y = 0,01 \text{ mm / s}$, comme lors des essais. Les déplacements verticaux sont bloqués sur le bas en raison de la symétrie. Les zones cohésives

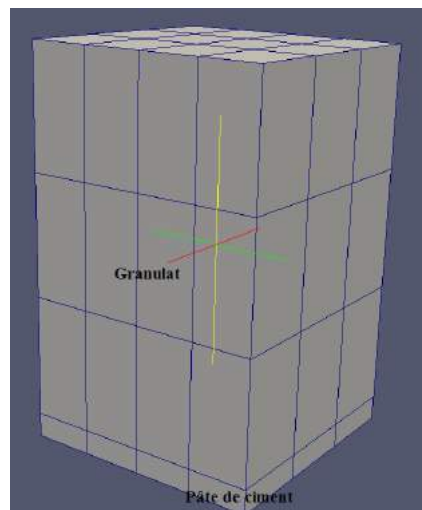


FIGURE 2.55: *Maillage de la moitié d'un échantillon de composite par éléments finis hexaèdre.*

sont "introduites" sur les noeuds de la surface de contact entre la pâte de ciment et les granulats. A chaque pas de temps, une détection de contacts est réalisée et la rupture se produit lorsque le contact est perdu entre les deux matériaux. Pour calibrer la loi cohésive, plusieurs paramètres doivent être ajustés : les rigidités normale et tangentielle (C_N et C_T), le coefficient de frottement μ , l'énergie d'adhésion W et la viscosité de l'adhérence b . Dans ce modèle, nous considérons la viscosité à l'interface nulle ($b = 0$). Le coefficient de frottement est déterminé par les études expérimentales sur le composite en cisaillement, et $\mu = 0,4$. L'énergie de rupture est définie par la courbe expérimentale de contrainte-déformation (figure 2.44b), et est présentée sur la figure 2.48. Nous supposons que la valeur de l'énergie correspondante dans la loi cohésive est près du double. Finalement, seuls C_N et C_T doivent être ajustés pour reproduire les résultats expérimentaux, et comme nous sommes en traction pure nous pouvons supposer que $C_N = C_T$.

2.3.6.4 Résultats

Le calcul numérique est effectué jusqu'à la rupture, on compare ensuite la courbe contrainte-déformation obtenue avec celle expérimentale. L'objectif est de faire tendre la courbe numérique vers la courbe expérimentale en ajustant les paramètres C_N et W du modèle, qui sont au final les seuls à caler. On observe sur le modèle des éléments finis que la rupture est représentée par une décohésion à l'interface entre les deux matériaux, comme la montre la figure 2.56. Après la description du modèle, on présente maintenant les résultats du calage des résultats

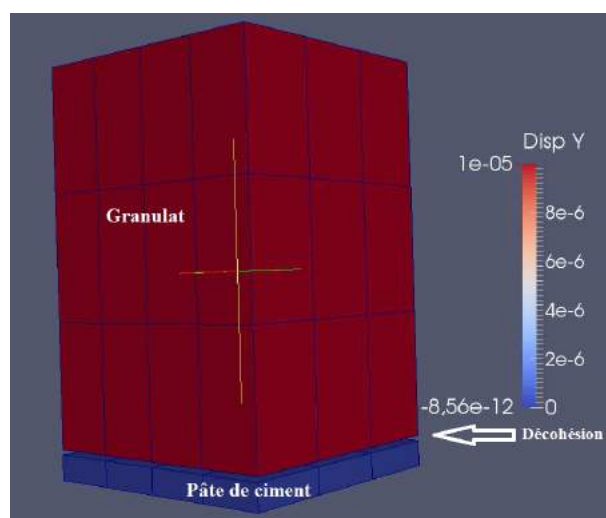


FIGURE 2.56: Déplacement des deux matériaux après la rupture.

expérimentaux à différents temps d'hydratation (2, 7, 15, 28 et 90 jours), le calage est réalisé à partir des résultats expérimentaux d'un seul échantillon à chaque temps d'hydratation. Les figures 2.57 présentent ces résultats.

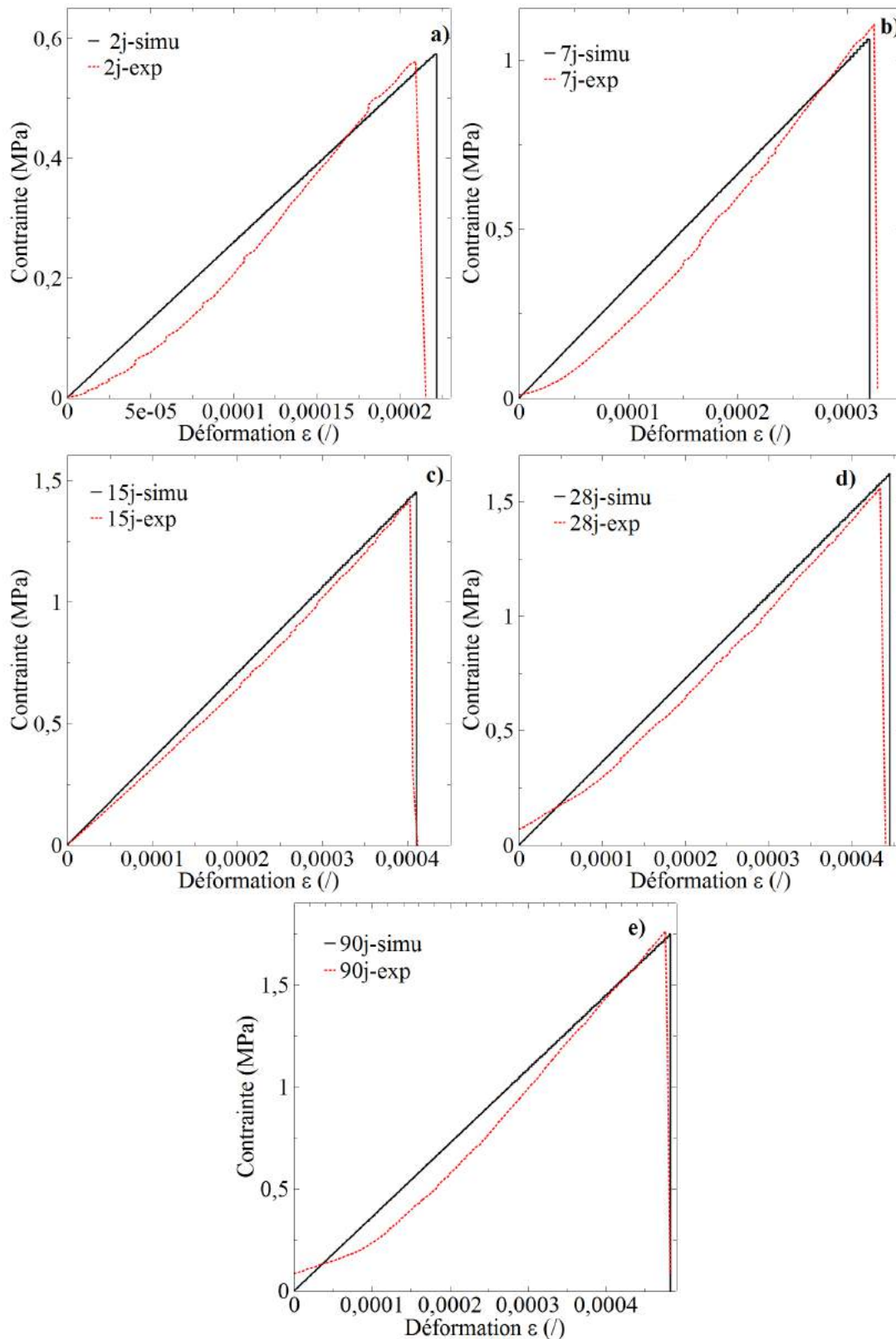


FIGURE 2.57: Résultats des calages des calculs numérique avec les résultats des essais expérimentaux pour a) 2 jours, b) 7 jours, c) 15 jours, d) 28 jours e) 90 jours.

Le Tableau 2.11 présente les paramètres du modèle qui permette de reproduire numériquement la courbe expérimentale, pour différents temps d'hydratation. Les résultats numériques

Temps d'hydratation	$C_N (Pa/m)$	$W_{fitted} (J/m^3)$
2 jours	$2,5 \cdot 10^{11}$	63,714
7 jours	$3,2 \cdot 10^{11}$	170,13
15 jours	$3,4 \cdot 10^{11}$	297,975
28 jours	$3,5 \cdot 10^{11}$	361,26
90 jours	$3,6 \cdot 10^{11}$	422,625

TABLE 2.11: Les paramètres du modèle à différents temps d'hydratation

dans un premier temps démontrent que ce modèle permet de retrouver assez facilement les résultats expérimentaux. L'évolution des paramètres C_N et W en fonction du temps d'hydratation sont tracés sur la figure 2.58.

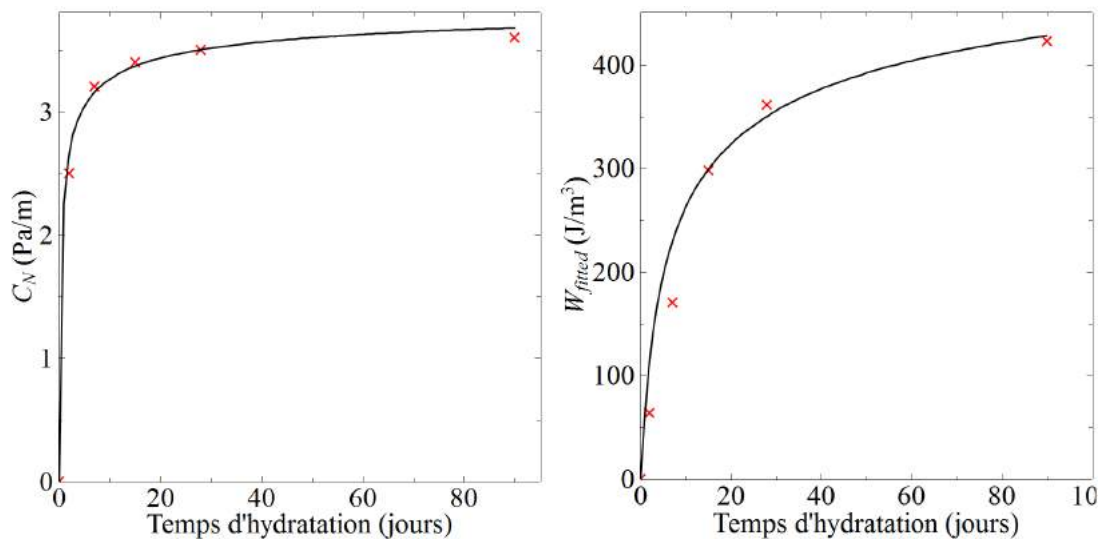


FIGURE 2.58: Evolution des paramètres C_N et W en fonction du temps d'hydratation.

Nous avons remarqué une augmentation de la rigidité (C_N) et de l'énergie de rupture W avec l'augmentation du temps d'hydratation qui atteint progressivement une valeur de stabilité au-delà de 15 jours d'hydratation. Cette évolution est similaire à l'évolution des propriétés mécaniques (contrainte et module d'Young) avec le temps d'hydratation du composite.

Considérons dans un premier temps que l'échantillon est composé de 3 corps élastiques en série, liés par une interface parfaite (figure 2.59). La raideur équivalente est définie par :

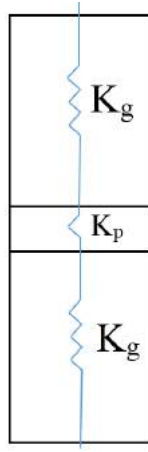


FIGURE 2.59: Schéma d'un échantillon avec les rigidités en série sans prise en compte de l'interphase

$$K_{ech} = \frac{1}{\frac{2}{K_g} + \frac{1}{K_p}} \quad (2.24)$$

où K_g et K_p sont la raideur du granulat et de la pâte définies comme suit :

$$K_{g,p} = \frac{S_{g,p} \times E_{g,p}}{L_{g,p}} \quad (2.25)$$

avec $S_g = S_p = 100 \text{ mm}^2$ la surface de granulats et de la pâte de ciment, $L_g = 15 \text{ mm}$ la longueur de granulats et de $L_p = 2 \text{ mm}$ la longueur de la pâte et $E_{g,p}$ les modules d'Young respectivement du granulat et de la pâte pris égaux à $E_g = 60 \text{ GPa}$ et $E_p = 12 \text{ GPa}$. En utilisant ces valeurs, la raideur du composite est $K_{ech} = 150000 \text{ N/mm}$. A partir de cette valeur de la raideur, on peut déduire le module d'Young théorique du composite :

$$E_{th} = \frac{32 \times 150000}{100} = 48 \text{ GPa} \quad (2.26)$$

Une grande différence est observée entre le module d'Young théorique sans prise en compte de l'interphase et celui obtenu expérimentalement qui est égal à 4,3 GPa à 28 jours. Cette forte chute du module d'Young homogène lorsque l'interface n'est pas parfaite, nous conduit à refaire le même calcul de raideurs, mais cette fois ici en rajoutant l'interphase dans le composite en série (figure 2.60).

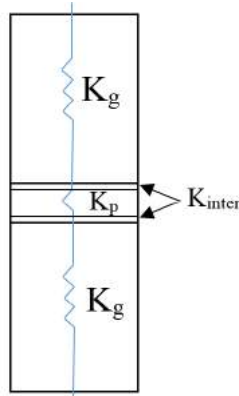


FIGURE 2.60: Schéma d'un échantillon avec les rigidités en série

$$K_{inter} = \frac{2}{\frac{1}{K_{ech}} - \frac{2}{K_g} - \frac{1}{K_p}} \quad (2.27)$$

avec K_{ech} , K_g et K_p calculées par la relation (2.25), mais avec des valeurs de module d'Young de la pâte et du composite pris à différents temps d'hydratation. Or la simulation numérique nous a permis de déterminer, grâce au calcul, une raideur normale à l'interface C_N , qui peut être liée à la surface de contact $S_{contact}$ entre le granulat et la pâte par la relation :

$$K_{inter} = C_N \times S_{contact} \quad (2.28)$$

Dans le Tableau 2.12, les surfaces de contact sont calculées pour différents temps d'hydratation et comparées à la surface totale sur laquelle la force est appliquée lors de l'essai de traction.

Temps d'hydratation	$K_p(N/m)$	$K_{ech}(N/m)$	$K_{inter}(N/m)$	$S_{contact}/S_{totale}$
2 jours	$3,32 \times 10^8$	$9,48 \times 10^6$	$20,52 \times 10^6$	69,53%
7 jours	$4,97 \times 10^8$	$11,67 \times 10^6$	$25,41 \times 10^6$	69,48%
15 jours	$5,93 \times 10^8$	$12,6 \times 10^6$	$27,53 \times 10^6$	69,41%
28 jours	6×10^8	$13,33 \times 10^6$	$29,27 \times 10^6$	67,42%
90 jours	$6,3 \times 10^8$	$13,54 \times 10^6$	$29,73 \times 10^6$	67,50%

TABLE 2.12: Les résultats du calcul de K_p , K_{inter} et $S_{contact}/S_{totale}$ à différents temps d'hydratation

avec $K_g = 4 \times 10^8$ N/m

D'après le Tableau 2.12, on constate que la surface de contact est inférieure à la surface totale, et reste constante quelque soit le temps d'hydratation. Ce résultat met en évidence qu'une

partie seulement de la section "accroche" entre la pâte et le granulat. Ainsi, une sorte d'endommagement initial existe dans l'interphase, ce qui expliquerait le faible module d'Young obtenu expérimentalement, par rapport au "théorique" calculé en considérant une interface parfaite. Par ailleurs, il semble également que la surface d'accroche n'évolue pas avec l'hydratation. Ainsi les points "collés" à 2 jours se raidissent au cours du temps, mais leur nombre n'augmente pas.

2.4 Conclusion du deuxième chapitre

Une campagne d'expérimentations originales a été réalisée pour étudier la résistance à la rupture à la traction et au cisaillement direct d'une pâte de ciment pure et d'un composite « pâte de ciment-granulats ». Les résultats expérimentaux ont démontré que l'interface représente la zone la plus fragile dans le béton. Cette interface, généralement nommée interphase est de faible épaisseur et présente une porosité plus importante au sein de la matrice cimentaire. Cette caractéristique affecte considérablement les propriétés mécaniques du béton dont l'effet est notable sur l'initiation et la propagation de la fissure dans les zones les moins résistantes au sein du béton.

Les résultats obtenus à cette échelle, montrent que la contrainte à la rupture de l'interphase est faible par rapport à celle de la matrice de ciment. Pour les deux essais, les déformations du composite sont supérieures à celles de la pâte de ciment. En effet, un caractère plus "ductile" du composite que de la pâte de ciment est plus marqué pour l'essai de traction que pour l'essai de cisaillement. La différence des contraintes à la rupture peut être expliquée par la microstructure différente et la porosité élevée de l'interphase par rapport à celle de la pâte de ciment. Ces différences influencent les propriétés et le comportement mécaniques de l'interphase. Il n'est donc pas surprenant de retrouver cette spécificité au niveau de la relation contrainte-déformation, différente de celle observée à l'échelle macroscopique (l'existence de la partie adoucissante après la rupture dans laquelle les microfissures se propagent dans le béton). Cette spécificité à l'échelle considérée a été éprouvée par la vérification a priori de sa répétabilité. A l'échelle de l'interphase, une seule fissure se propage au niveau de la liaison pâte ciment-granulats. Après la rupture, la perte de contact entre la pâte de ciment et le granulat est à l'origine de cette baisse brutale de la contrainte, d'où l'absence de la partie adoucissante.

Etant donné que la décohéson se produit uniquement dans l'interphase, celle-ci est substituée dans le modèle éléments finis de l'échantillon proposé. Ainsi, les paramètres du modèle de zone cohésive utilisé, obtenus numériquement à partir d'un essai expérimental de traction, permettent de donner des indications sur la raideur de l'interphase. Reliée à la nature de surface d'accroche entre la pâte et le granulat, cette identification locale des paramètres mécaniques confirme que la surface de contact dans l'interphase n'est pas parfaite, et pourrait être considérée comme endommagée.

CHAPITRE 3

Etude expérimentale de la dégradation chimique par lixiviation à l'échelle locale

Sommaire

3.1	Introduction	112
3.2	Essai de dégradation du béton à l'échelle de l'interphase par lixiviation .	112
3.2.1	Choix de la méthode de dégradation chimique	112
3.2.2	Protocole de l'essai de la dégradation chimique par lixiviation au nitrate d'ammonium	114
3.3	Résultats des essais de lixiviation	117
3.4	Essais mécaniques après lixiviation	123
3.4.1	Composite avec granulats sphériques	123
3.4.2	Composite avec des granulats parallélépipédiques	129
3.5	Application : Modèle de zone cohésive (CZM)	137
3.5.1	Calage des résultats des essais mécaniques de la traction sur composés dégradés	137
3.6	Conclusion du troisième chapitre	139

3.1 Introduction

La dégradation chimique du béton par lixiviation est le résultat d'une attaque par l'eau qui conduit à la dissolution des hydrates de la pâte de ciment [93], notamment des espèces contenant du calcium. La portlandite (CH) est le premier élément dissout dans le processus de lixiviation, suivi par la décalcification progressive du silicate de calcium hydraté (C-S-H) au cours du temps [88, 89]. Cette dégradation, qui se développe à partir de la surface par diffusion des produits dissous vers l'extérieur, mène à une augmentation importante de la porosité du béton. Progressivement, les propriétés physico-chimiques et mécaniques du béton s'en trouvent modifiées et une perte de rigidité ainsi que de la résistance du béton sont constatées [155]. La plupart des études expérimentales concernant l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires sont réalisées à l'échelle macroscopique [89, 109, 116] et montrent que la rigidité du béton est considérablement réduite après la dissolution totale de la portlandite et la dissolution progressive du silicate de calcium hydraté. On note également que la modification de la microstructure favorise la ductilité du matériau chimiquement dégradé. Cependant, l'effet de la lixiviation sur la zone d'interphase reste peu abordé dans la littérature, bien que la présence des granulats semble devoir influencer le processus de lixiviation et le comportement mécanique du béton lixivié [109]. Il y a donc un intérêt certain à réaliser des investigations à l'échelle de l'interphase en vue de comprendre le mécanisme de dégradation par lixiviation et de caractériser l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques à cette échelle. Valenta [85] a discuté l'éventuelle affectation de la liaison sur la durabilité du béton vis-à-vis des agents agressifs extérieurs, et a suggéré que la réduction de l'apparition des fissures au niveau de la liaison diminue la perméabilité. Par conséquent, ceci améliore la durabilité du béton. Il a conclu qu'une bonne liaison est un facteur essentiel pour la durabilité du béton et propose des études plus approfondies, sur la nature et le développement de la liaison pâte de ciment-granat.

3.2 Essai de dégradation du béton à l'échelle de l'interphase par lixiviation

Dans ce chapitre, on va essayer de mettre en évidence l'effet de la dégradation par lixiviation de l'interphase sur les propriétés mécaniques, sur les mêmes échantillons utilisés dans le chapitre 2 par les mêmes essais mécaniques. Dans le paragraphe qui suit, on présente une synthèse de la partie concernant la dégradation chimique abordée dans le chapitre bibliographique.

3.2.1 Choix de la méthode de dégradation chimique

La lixiviation par l'eau d'une éprouvette de pâte de ciment est un processus de dégradation très lent [93]. Comme nous avons présenté au chapitre 1, pour un béton ayant un rapport Eau/Ciment de 0,4, une dégradation sur une profondeur de 4 cm nécessiterait une durée de lixi-

viation de l'ordre de 300 ans. Il est alors nécessaire, pour des expérimentations en laboratoire, de recourir à des techniques permettant d'accélérer ce phénomène. Parmi les méthodes existantes, on peut citer l'application d'un champ électrique [100], l'augmentation de la température [101] ou l'immersion des échantillons dans une solution de nitrate d'ammonium (NH_4NO_3) [89, 91, 102, 103, 109, 104, 105]. La première étape de notre travail est de sélectionner parmi les techniques existantes, la technique la plus adaptée à notre problème. Les critères pour choisir la méthode de dégradation sont les suivants :

- une cinétique rapide de la dégradation ;
- une technique adaptée aux différentes tailles d'échantillons ;
- une méthode de caractérisation simple de la dégradation des échantillons ;
- au final des faciès de dégradation similaires à ceux observés in-situ.

La dégradation par le nitrate d'ammonium (NH_4NO_3) a été choisie par plusieurs auteurs [89, 91, 116, 103, 104, 105] car elle provoque une dégradation similaire à celle observée lors de la lixiviation par l'eau pure, mais avec un temps caractéristique bien plus court. Cette méthode de dégradation est simple à réaliser : il suffit de plonger les échantillons dans la solution agressive. La solution de nitrate d'ammonium concentrée à 480 g/l a été choisie. Cette solution est considérée comme un environnement très agressif par rapport au matériau cimentaire. Le principe de l'accélération de la dégradation par le nitrate d'ammonium est la pénétration des ions NH_4^+ et NO_3^- , issue de la dissolution NH_4NO_3 , dans la solution interstitielle par diffusion. Les ions NH_4^+ réagissent avec les OH^- de la solution interstitielle et les ions NO_3^- réagissent avec les ions de calcium Ca^{2+} issus de la dissolution des hydrates. Cette complexation d'ions Ca^{2+} entraîne la dissolution des hydrates afin de libérer de nouveaux ions calcium et de respecter les conditions locales d'équilibre.

La méthode de caractérisation avec les indicateurs colorés a été choisie. Cette méthode a été utilisée et validée avec succès par plusieurs auteurs [116, 109, 103]. Le béton est un milieu très basique ayant un pH qui varie de 12,5 à 13 [87, 103]. La phénolphthaléine réagit avec la solution interstitielle du béton, elle prend une couleur rose si le $pH > 9$ et reste incolore si le $pH < 9$. La dégradation du matériau provoque une baisse du pH de la solution interstitielle dans la zone dégradée. La zone saine prend donc une couleur rose et la zone dégradée reste incolore. Par contre, la dissolution de la portlandite commence dès que le pH est inférieur à 12. La méthode n'arrive donc pas, à détecter exactement le front de dissolution de la portlandite, et l'épaisseur mesurée reste inférieure à l'épaisseur dégradée réelle. Le Bellégo [116] a effectué des tests sur plusieurs éprouvettes à différents stades de dégradation en utilisant deux méthodes de caractérisation : les indicateurs colorés et la microsonde électronique. La comparaison des résultats des deux méthodes permet de déduire l'épaisseur dégradée réelle e_r à partir de celle mesurée avec la phénolphthaléine e_{ph} en multipliant par un coefficient de 1,17.

$$e_r = 1,17 \times e_{ph} \quad (3.1)$$

Cette technique simple, rapide, efficace, réalisable in situ et ne nécessitant pas une préparation importante des éprouvettes a été retenue.

3.2.2 Protocole de l'essai de la dégradation chimique par lixiviation au nitrate d'ammonium

Les composites à base de billes de calcite et de granulats parallélépipédiques calcaires ont été retenus pour subir la lixiviation au nitrate d'ammonium. La figure 3.1 reprend une description schématique des deux types de composites constitués de granulats, d'interphase et de pâte de ciment. Le choix d'une EMP de 2 mm se justifie par la volonté de conserver un ratio volume de pâte sur volume d'interphase réaliste par rapport à celui d'un béton qui serait soumis à la lixiviation.

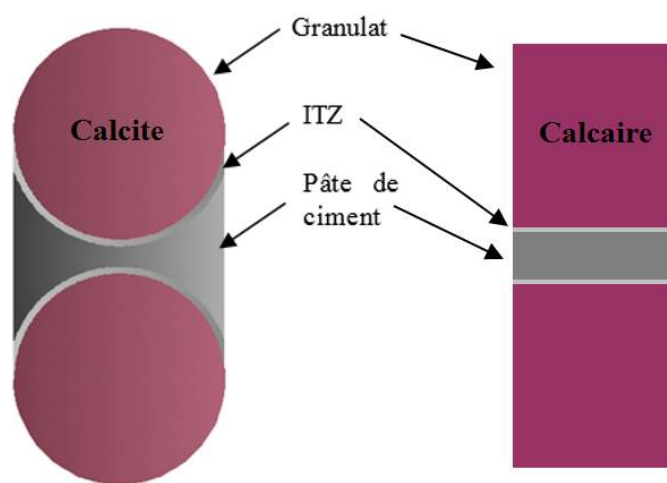


FIGURE 3.1: Illustration des trois phases des deux géométries l'échantillon de béton

Après 40 jours de conservation dans de l'eau de chaux afin de limiter la dissolution de la pâte de ciment et de les protéger des effets d'un séchage précoce, les composites sont plongés dans une solution de nitrate d'ammonium de 480 g/l en se référant aux travaux précédents [91, 116, 103, 101]. Le volume de solution est suffisamment important pour que le choix de non renouvellement de la solution au cours de l'essai soit retenu. Le contrôle de l'essai est assuré par un suivi en continu du pH via un pH mètre. Une fois que l'échantillon est immergé dans la solution, le pH augmente rapidement jusqu'à un pH de 7 puis il augmente lentement et se stabilise vers un pH de 8 (figure 3.2). La solution est renouvelée lorsque le pH devient supérieur à 9,25 [156]. Le dispositif de l'essai de lixiviation accélérée sous solution de nitrate d'ammonium est présenté sur la figure 3.3.

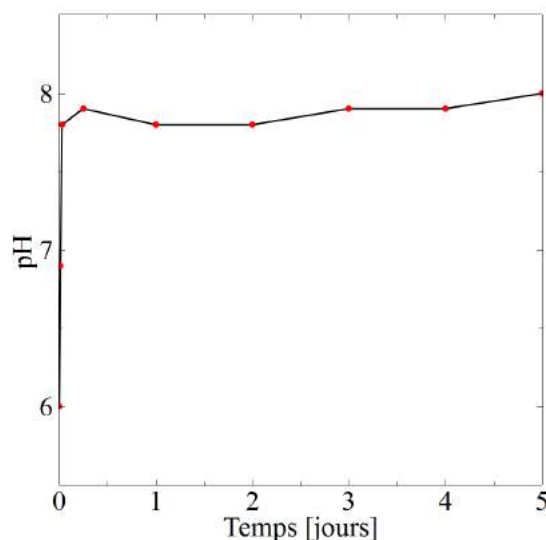


FIGURE 3.2: Evolution du pH au cours de l'essai de dégradation chimique

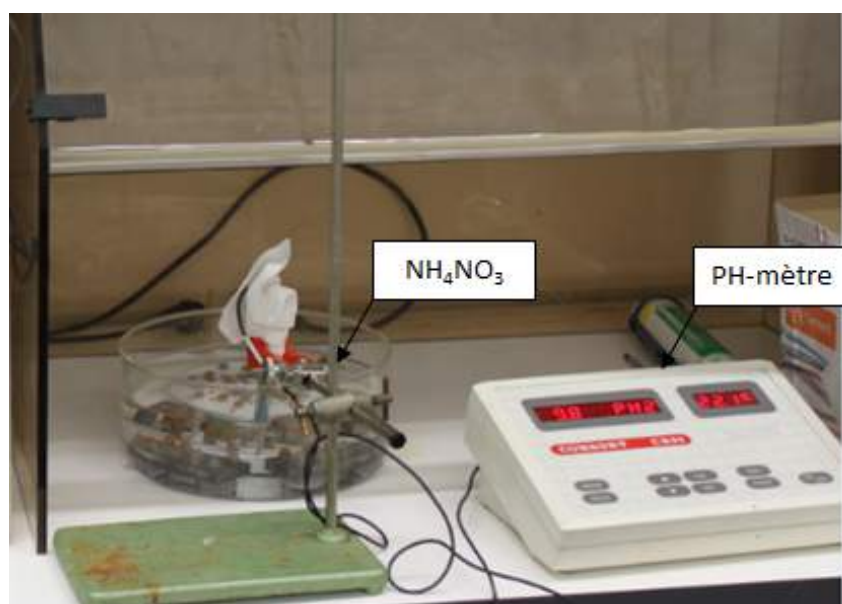


FIGURE 3.3: Dispositif expérimental de la dégradation chimique par lixiviation

A différents stades de dégradation (respectivement 1, 6, 24, 48, 72, 96 et 101 heures), les échantillons sont retirés de la solution de nitrate d'ammonium puis placés dans un autre bac avec de l'eau pure pendant une journée pour les rincer. Après cette étape de rinçage, les échantillons sont prêts afin de mesurer la profondeur de dégradation et réaliser les essais mécaniques.

Pour assurer le contact de la solution avec toutes les surfaces latérales des composites parallélépipédiques et dans le sens radial pour les composites avec les granulats sphériques, les échantillons sont placés verticalement dans le bac. Les échantillons avec les granulats sphé-

riques sont maintenus verticalement à l'aide d'un support avec empreintes sphériques (figure 3.4).



FIGURE 3.4: Support pour maintenir les échantillons avec les grains sphériques verticalement

Plusieurs études ont montré que le calcaire n'est pas stable dans une solution 6M de nitrate d'ammonium. Pour éliminer tout effet de la dégradation des granulats, nous avons effectué une première expérience de dégradation accélérée des granulats utilisés (sphériques et parallélépipédiques). Ces tests ont pour but, d'observer et d'analyser qualitativement les effets de la dégradation chimique et la cinétique de lixiviation des granulats. Le test réalisé sur les granulats illustre que ces granulats sont stables sur la durée de nos essais vis à vis de la solution de nitrate d'ammonium.

Dans un même temps, des essais de lixiviation des pâtes de ciment ont été effectués de façon identique à celle du composite. Des échantillons de pâte de ciment parallélépipédiques de dimension $10 \times 10 \times 32 \text{ mm}^3$ sont aussi immergés dans la solution de nitrate d'ammonium de la même façon que les composites. Les échantillons de la pâte sont exposés à la dégradation uniquement sur une partie de la hauteur. Les parties supérieure et inférieure des échantillons sont recouvertes par un ruban adhésif non réactif avec la solution (figure 3.5). Ceci a pour but la protection des appuis et des zones où les supports sont mis lors d'essai de traction. Après dégradation chimique avec le nitrate d'ammonium, il a été vérifié grâce au test à la phénolphthaléine que les zones protégées n'ont pas été dégradées (figure 3.5) et que l'isolation est correctement assurée. Le Tableau 3.1 synthétise l'ensemble des essais réalisés pour la caractérisation de l'épaisseur dégradée.

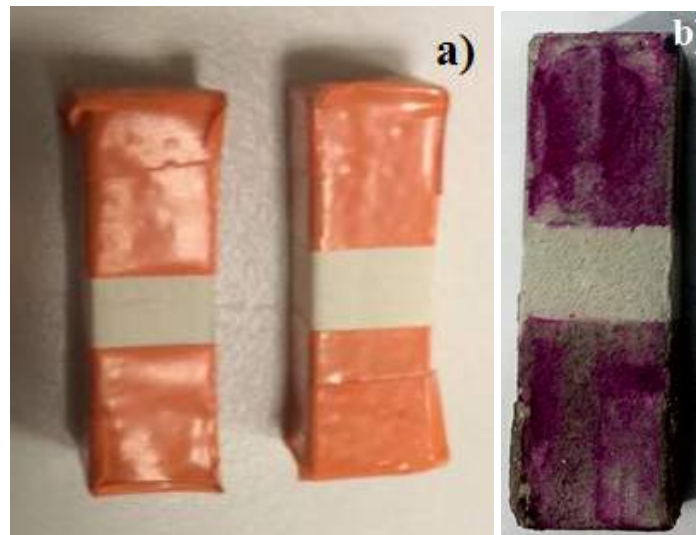


FIGURE 3.5: Photos des échantillons de la pâte de ciment isolés a) et vérification de la zone isolée à l'aide de la phénolphtaléine b)

Echantillons	Nombre d'essai réalisés
Pâte de ciment	21
Composite avec les granulats sphériques	42
Composite avec les granulats parallélépipédiques	21
Total	84

TABLE 3.1: Détails des essais réalisés pour la caractérisation de l'épaisseur dégradée

3.3 Résultats des essais de lixiviation

Dans la section précédente, on a présenté le choix du protocole expérimental de la dégradation chimique par lixiviation ainsi que la technique de caractérisation de l'épaisseur dégradée. Dans la section suivante, on va présenter les résultats obtenus après la dégradation des échantillons.

3.3.0.1 Caractérisation de l'épaisseur de dégradation

Pendant la durée de l'essai, des prélèvements d'échantillons sont régulièrement effectués pour mesurer l'épaisseur de dégradation. L'échantillon à caractériser est poli jusqu'au centre à l'aide d'une polisseuse. Puis on injecte de la phénolphtaléine sur les sections transversale et radiale pour les échantillons avec les granulats sphériques (figure 3.6a) et sur la section transversale des échantillons avec les granulats parallélépipédiques (figure 3.6b). Après quelques secondes, deux zones distinctes peuvent être observées : une zone de couleur rose correspon-

nant à la zone saine et une zone de couleur grise correspondant à la zone dégradée. La mesure de l'épaisseur de dégradation peut se faire 24 heures après l'application de la phénolphtaléine. Nous avons effectué 6 prélèvements d'échantillons à 5 échéances de 1, 6, 24, 48, 72 et 96 heures pour mesurer l'épaisseur dégradée. Quelques illustrations sont présentées sur la figure 3.7 pour différents temps de dégradation.

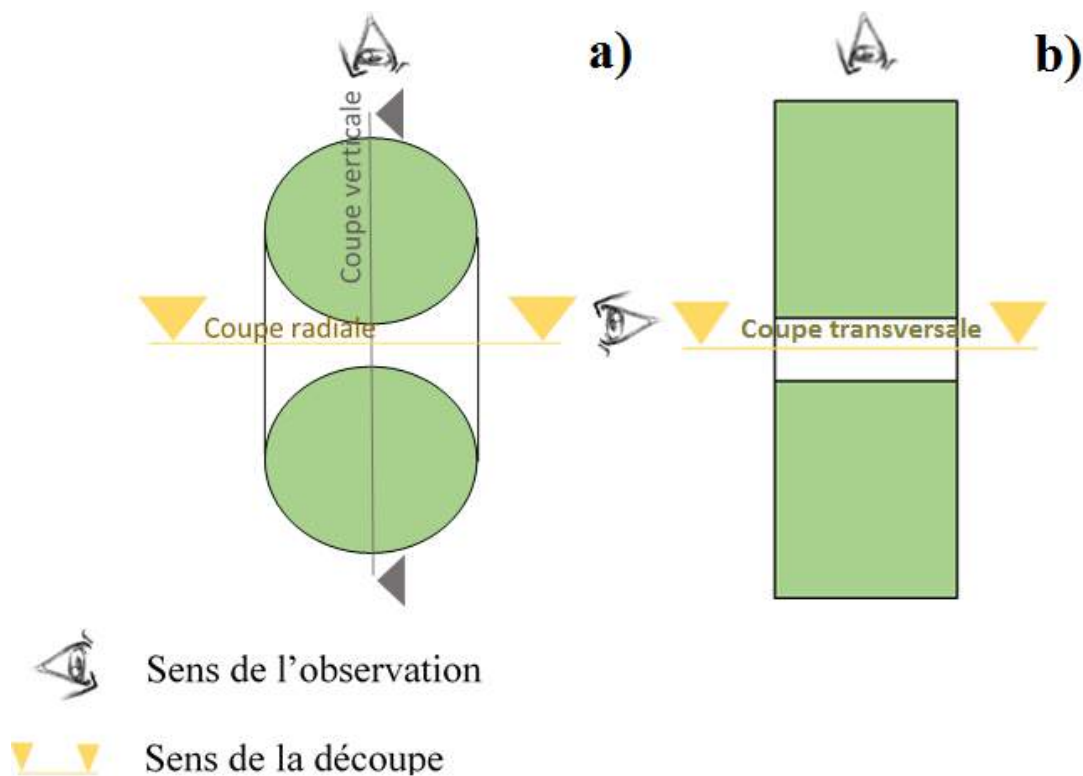


FIGURE 3.6: Schémas illustrant les coupes des échantillons avec les granulats sphériques a) et les granulats parallélépipédiques b)

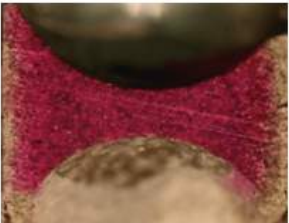
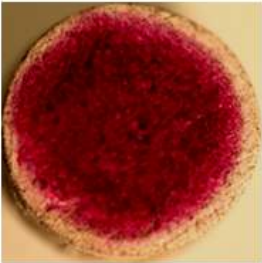
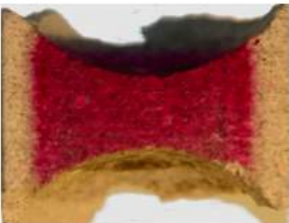
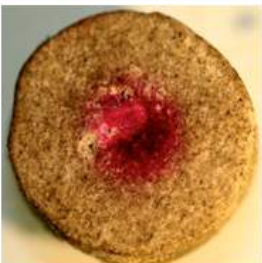
Granulat	sphérique		parallélépipédique
	Coupe verticale	radiale	transversale
Etat sain 0 heure			
6 heures			
1 jour			
3 jours			

FIGURE 3.7: Mise en évidence de l'épaisseur dégradée au moyen de la phénolphtaléine au cours du temps des échantillons avec les granulats sphériques et parallélépipédiques [131]

Nous pouvons observer facilement l'évolution de la zone de dégradation au cours du temps : la zone dégradée progresse de l'extérieur vers le centre des échantillons.

Après aspersion de la phénolphtaléine, des mesures de l'épaisseur de dégradation ont été effectuées sur trois échantillons à chaque temps de la dégradation. Elles montrent une épaisseur de dégradation homogène, avec très peu de dispersion de l'ordre de $\pm 0,1\text{mm}$. On peut donc, obtenir des résultats assez précis en utilisant des mesures à l'œil nu à l'aide d'un pied à coulisse.

Quatre mesures sur chaque échantillon sont effectuées à partir du bord. La valeur moyenne de l'épaisseur dégradée des quatre valeurs est retenue. Les schémas de la méthode de mesure de l'épaisseur dégradée sont illustrés sur la figure 3.8. La valeur de l'épaisseur mesurée est corrigée par la suite, en multipliant par le coefficient correcteur 1,17 de l'équation ((3.1)).

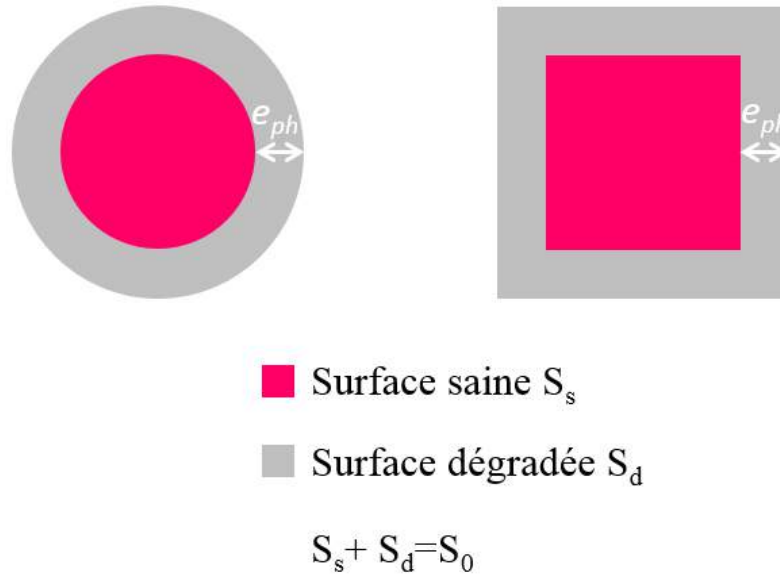


FIGURE 3.8: Schéma de la méthode de mesure des épaisseurs dégradées

La cinétique de dégradation est régie par un processus de diffusion et peut être décrite par la loi de Fick rapportant l'épaisseur dégradée à la racine carrée du temps. La figure 3.9 montre une évolution de l'épaisseur moyenne dégradée mesurée de la pâte de ciment et des composites en fonction de la durée d'immersion dans le nitrate d'ammonium exprimée en racine carrée du temps. La figure 3.9 montre une évolution linéaire similaire de l'épaisseur moyenne dégradée e mesurée sur les trois types des échantillons en fonction de la racine carrée de la durée d'immersion dans la solution agressive de NH_4NO_3 . Les résultats similaires des trois échantillons peuvent être expliqués par l'utilisation de même type de ciment, le même rapport E/C et le même protocole de dégradation chimique lors de la fabrication des échantillons. L'évolution de l'épaisseur dégradée est de la forme suivant :

$$e = k \times \sqrt{j} \quad (3.2)$$

où e est l'épaisseur dégradée moyenne (mm), k la pente de la droite ($\text{mm} \cdot \text{j}^{-0,5}$) et j le temps (jours).

A l'aide de la valeur k , des prédictions à d'autres temps de dégradation sont possibles. Ce coefficient dépend du type de ciment et des caractéristiques de la méthode d'accélération.

Cette évolution de la cinétique de dégradation a été montrée expérimentalement par d'autres auteurs [89, 91] ayant utilisé la même méthode d'accélération de la dégradation sur des échan-

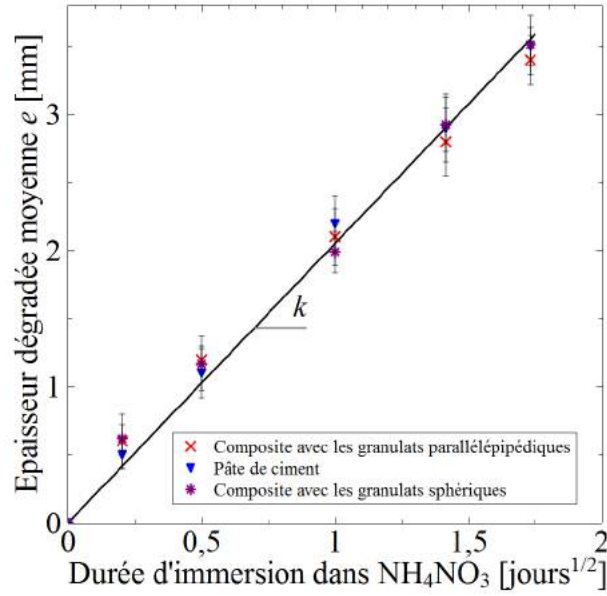


FIGURE 3.9: Evolution de l'épaisseur moyenne dégradée en fonction de la racine carrée du temps d'immersion dans le nitrate d'ammonium

tillons macroscopiques. Dans notre cas, à l'échelle du composite, la valeur de la pente est égale à $k \approx 2 \text{ mm.j}^{-0,5}$ ce qui est similaire aux valeurs expérimentales obtenues par ces derniers à l'échelle macroscopique.

Pour chaque durée de dégradation, on mesure la surface saine S_s et on en déduit la surface dégradée $S_d = S_0 - S_s$, où S_0 est la surface initiale. Les surfaces sont calculées dans le sens transversales des échantillons comme il est présenté sur la figure 3.8.

Afin d'analyser l'influence de la dégradation sur les propriétés mécaniques, on définit un taux de dégradation δ correspondant au rapport de la surface dégradée S_d par la surface initiale S_0 :

$$\delta = \frac{S_d}{S_0} = \frac{S_0 - S_s}{S_0} \quad \left\{ \begin{array}{ll} \delta = \frac{e(8-e)}{16} & \text{pour les grains sphériques} \\ \delta = \frac{e(10-e)}{25} & \text{pour les grains parallélépipédiques} \end{array} \right. \quad (3.3)$$

où e (en mm) est l'épaisseur dégradée.

La dégradation chimique du béton due à la dissolution des hydrates a provoqué une perte de masse dans les échantillons. Les pesées des échantillons avant et après l'essai de dégradation chimique par lixiviation permettent d'établir l'évolution de la perte de masse en fonction de la durée d'immersion dans la solution de NH_4NO_3 (1h, 6h, 24h, 48h, 72h). On définit la perte de masse par le rapport de la masse perdue Δm et la masse initiale m_0 , avec Δm est la différence

entre la masse initiale m_0 et la masse mesurée après la dégradation m_d :

$$\frac{\Delta m}{m_0} = \frac{m_0 - m_d}{m_0} \quad (3.4)$$

Les figures 3.10 montrent une relation linéaire entre la perte de masse et le taux de dégradation δ pour les trois échantillons, avec une pente de 0,09 pour les échantillons avec les granulats sphériques et 0,1 avec les granulats parallélépipédiques et la pâte de ciment. Au-delà de 3 jours, les composites deviennent non manipulables pour réaliser les essais mécaniques.

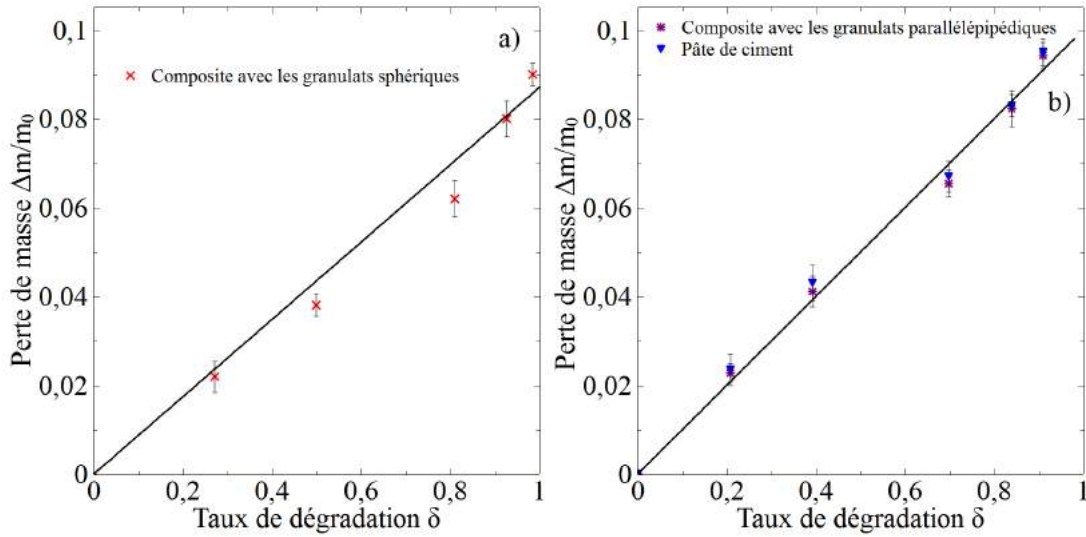


FIGURE 3.10: Variation de la perte de masse a) pour les composites avec les granulats sphériques b) pour les composites avec les granulats parallélépipédiques et la pâte de ciment en fonction du taux de dégradation δ

3.3.0.2 Bilan de l'essai de dégradation au laboratoire

La méthode de dégradation par lixiviation au laboratoire retenue consiste à immerger les échantillons dans un bac de solution de nitrate d'ammonium de concentration de 480 g/l à une température de 21 °C. L'utilisation de la phénolphthaléine permet d'évaluer l'épaisseur dégradée. L'application de phénolphthaléine sur les échantillons dégradés est un outil rapide pour caractériser l'épaisseur dégradée. Cependant, l'épaisseur dégradée mesurée par la phénolphthaléine est multipliée par 1,17 pour obtenir l'épaisseur dégradée totale [116]. La dégradation de l'interface n'a pas pu être observée avec la phénolphthaléine due à la faible épaisseur de cette zone. Le résultat des mesures des épaisseurs dégradées est compatible avec la loi d'évolution proportionnelle de l'épaisseur dégradée en fonction de la racine carrée du temps. La cinétique de dégradation accélérée retenue pour cette étude est donnée par la relation suivante :

$$e = 2 \times \sqrt{j} \quad (3.5)$$

Les résultats sont similaires pour les trois types des échantillons (échantillons avec granulats sphériques, avec granulats parallélépipédiques et la pâte de ciment). En effet, la cinétique de dégradation semble être pilotée par les caractéristiques du coeur de pâte.

3.4 Essais mécaniques après lixiviation

3.4.1 Composite avec granulats sphériques

Dans cette partie, on se propose de présenter et de discuter l'ensemble des résultats obtenus au cours des essais mécaniques, aussi bien les essais de compression que de traction pour les composites avec les granulats sphériques, et les essais de traction et cisaillement direct, sur des échantillons préalablement dégradés chimiquement par lixiviation (respectivement 1, 6, 24, 48, 72, 96 et 101 heures). Les résultats sont comparés aux résultats des échantillons sains pris à 40 jours d'hydratation comme référence.

L'objectif est d'obtenir l'évolution de la résistance maximale du matériau dégradé et l'ensemble de la courbe contrainte - déformation y compris de sa partie post-pic. Les résultats des essais mécaniques seront établis en fonction de l'état de dégradation (temps et taux de dégradation définis précédemment). Les dispositifs et protocoles expérimentaux ont été présentés au chapitre 2.

Le Tableau 3.2 synthétise l'ensemble des essais réalisés.

	Echantillons	Nombre d'essai réalisés
Compression	Composite avec les granulats sphériques	21
traction	Composite avec les granulats sphériques	18
	Composite avec les granulats parallélépipédiques	15
	Pâte de ciment	18
Cisaillement	Composite avec les granulats parallélépipédiques	60
	Pâte de ciment	75
Total		207

TABLE 3.2: Détails des essais réalisés

3.4.1.1 Essai de compression

A chaque intervalle de temps de dégradation chimique, trois échantillons ont été soumis à des essais de compression. Le cas de l'échantillon sain, pris comme référence, a été conservé dans de l'eau saturée de chaux pendant 40 jours. La figure 3.11 montre les courbes force - déplacement à différentes temps de dégradation chimique pour l'essai de la compression. On

constate que jusqu'à 6 heures ($\delta = 0,49$), il n'y a pas d'évolution significative de la courbe force déplacement. Au delà de $\delta = 0,49$, la force à la rupture et la raideur diminuent et le composite a un comportement de plus en plus fragile.

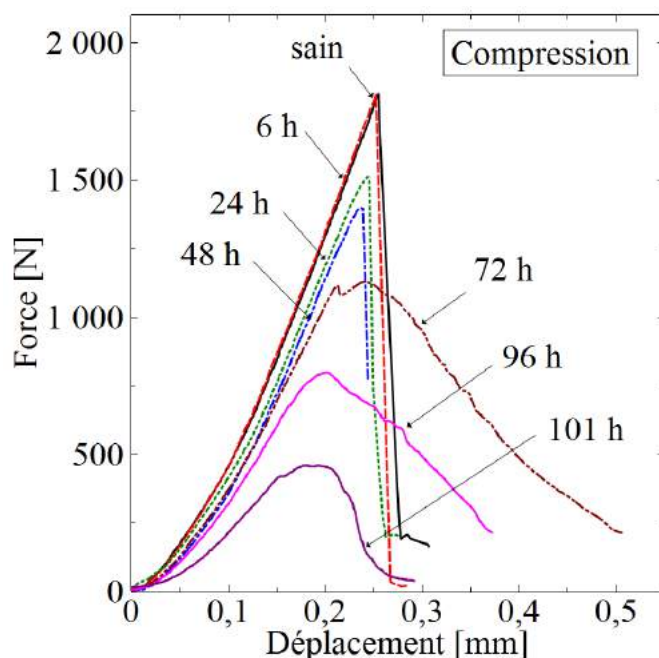


FIGURE 3.11: Comportement mécanique des échantillons sains et partiellement dégradés soumis à des essais de compression [131]

La déformation de l'échantillon conduit à l'apparition de microfissures sur la surface extérieure. Ces microfissures se transforment rapidement en macrofissures qui causent la rupture de l'échantillon en plusieurs morceaux comme montré sur la figure 3.12. Ce mode rupture rend la mesure de l'épaisseur dégradée après l'essai de compression difficile. Les épaisseurs dégradées sont considérées égales à celles mesurées sur des échantillons dédiés aux essais de traction [116].

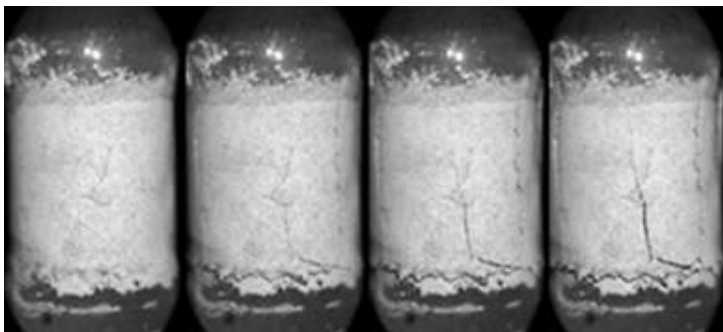


FIGURE 3.12: Photos de l'évolution de la fissure de l'échantillon dégradé pendant l'essai de compression après 72 heures de dégradation

L'évolution des forces à la rupture en compression f_c est ensuite représentée en fonction de taux dégradé δ (eq. (3.3)) pour mettre en évidence l'effet de la dégradation. A partir de ces résultats, il est possible de définir un taux de dégradation critique noté δ_{crit} (figure 3.13). Ce taux critique correspond à l'intersection des prolongements des portions linéaires en début et en fin de la courbe de dégradation.

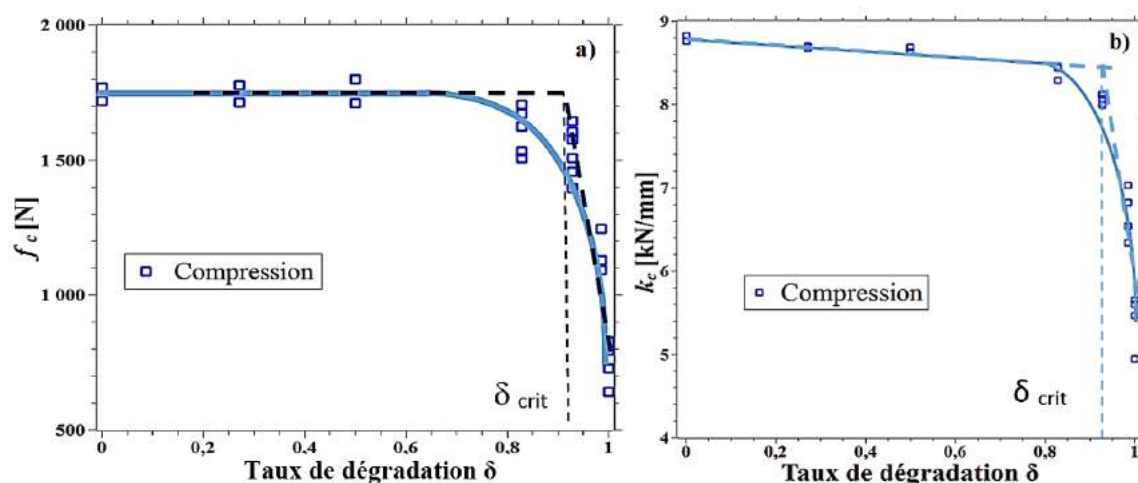


FIGURE 3.13: Evolution de la force à la rupture f_c a) et de la raideur k_c b) en compression en fonction du taux de dégradation

On note que pour un taux de dégradation δ inférieur à δ_{crit} , la force à la rupture f_c semble peu affectée. Au-delà de δ_{crit} , équivalent d'une perte de masse de 8% (figure 3.10a), elle chute brutalement. Ceci est dû au fait que la surface transversale saine de l'échantillon permet de reprendre les efforts exercés jusqu'à un taux de dégradation voisin de δ_{crit} (figure 3.13), à savoir une dissolution importante de la pâte de ciment et une perte de masse de $\Delta m/m_0 \approx 8\%$, pour observer la diminution de la force à la rupture. Le taux de dégradation critique obtenu pour l'essai de compression est d'environ $\delta_{crit} \approx 90\%$.

La force à la rupture après 4 jours de dégradation ($\delta = 0,98$) est environ trois fois plus faible que la valeur de référence. Ceci concorde avec les résultats obtenus par Le Bellégo [116] et Nguyen [109] à l'échelle macroscopique lorsque la pâte de ciment est totalement lixiviée. Comme indiqué précédemment, lorsque le béton est soumis à une lixiviation, les hydrates sont dissouts et les composants sont transportés vers l'extérieur de l'échantillon par diffusion. Ce processus entraîne une augmentation de la porosité dans le béton qui provoque des pertes de raideur et de résistance. Par la suite, le comportement du béton dégradé devient de plus en plus ductile au fur et à mesure que la lixiviation progresse.

La diminution des forces de rupture avec l'augmentation du taux de dégradation est due à l'augmentation de la porosité de la zone dégradée. Cela conduit à l'initiation d'une série de fissures dans la zone endommagée, comme illustré sur la figure 3.12. On note de forts couplages existants entre l'impact de la dégradation chimique par la lixiviation et le comportement mécanique du composite en compression.

3.4.1.2 Essai de traction directe

L'essai de traction directe est plus délicat à réaliser qu'un essai de compression. Très peu de tests ont été effectués sur l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques de l'interphase par des essais de traction directe. Le protocole expérimentale des essais de traction utilisé est décrit au chapitre 2. Pour cette étude, trois séries d'échantillons semblables à celles consacrés aux essais de compression ont été testées en traction. La figure 3.14 synthétise les courbes force - déplacement à différentes échéances de dégradation chimique. Au-delà de 3 jours (72 et 101 heures), les essais de traction deviennent difficiles à réaliser à cause de la fragilisation de l'interphase. La figure 3.14 montre une chute rapide de la force à la rupture de

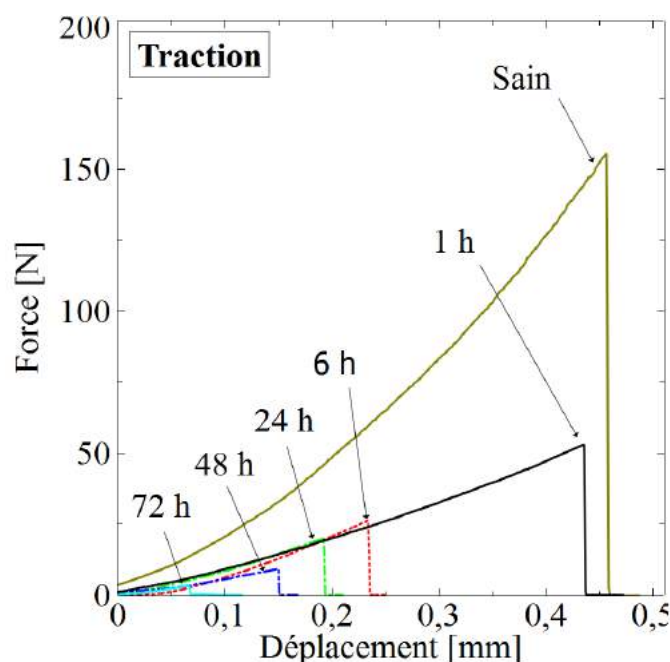


FIGURE 3.14: Comportement mécanique des échantillons sains et partiellement dégradés soumis à des essais de traction simple [131]

traction f_t et la raideur k_t d'environ 50% après seulement un taux de dégradation de 1 heure de dégradation ($\delta = 0,27$). La diminution de la force au pic continue avec l'augmentation de la durée de la dégradation mais avec une vitesse plus faible qu'initialement.

L'évolution des forces à la rupture f_t et la raideur k_t sont ensuite représentées en fonction du taux de dégradation δ (figure 3.15).

Comme ça a été montré avant, tous les faciès de rupture dans le cas des essais de traction montrent que la décohérence se produit à l'interphase ciment-granulat. Par ailleurs, la dégradation des propriétés de résistance à la traction intervient pour des taux de dégradation relativement faibles. La force à la rupture f_t est affectée pour des faibles valeurs de $\delta_{crit} \approx 30\%$ (figure 3.15) ($\Delta m/m_0 \approx 3\%$). Ceci suggère que les propriétés d'interphase sont plus sensibles à la dégradation que celles de la pâte de ciment. Une interprétation possible repose sur le fait

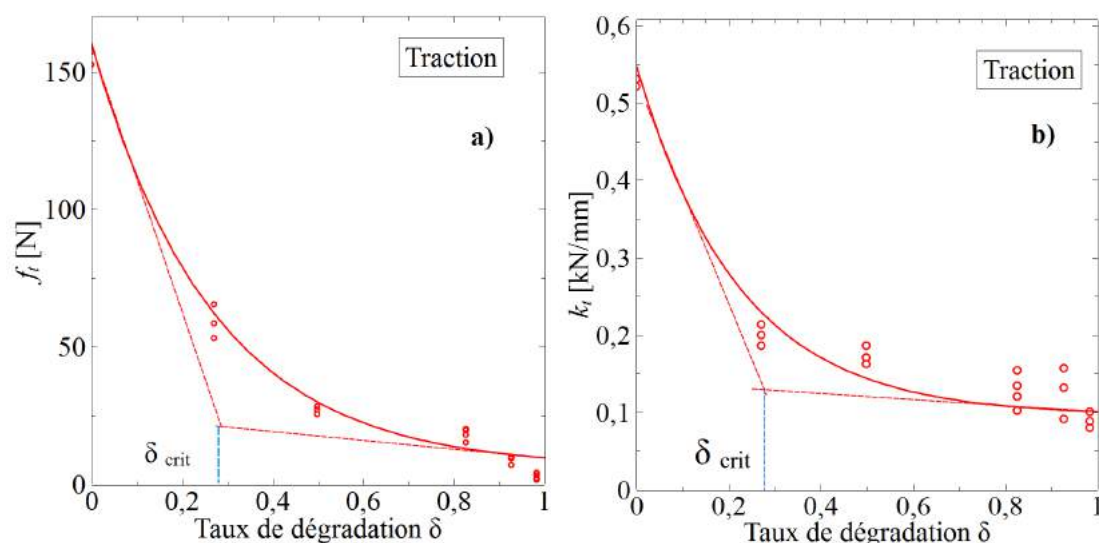


FIGURE 3.15: Evolution de la force à la rupture f_t a) et la raideur k_t b) en fonction du taux de dégradation

bien connu que la porosité au niveau de l'interphase est toujours supérieure à la porosité dans la pâte de ciment. Il n'est donc pas difficile d'admettre que le front d'attaque chimique, piloté par la diffusion des ions, soit accéléré au niveau de l'interphase, objectivement plus poreuse, donc plus perméable. Ainsi la concentration de la portlandite plus élevée à l'interphase, qui est le premier hydrate qui se dissout en totalité, peut favoriser la dégradation de l'interphase. En effet, ces deux facteurs tendent à accélérer le processus de la lixiviation et le transport de matière, ce qui conduit à la perte de cohésion entre la pâte de ciment et les granulats comme le montre la figure 3.16. Ce résultat n'a pas pu être observé avec la phénolphthaleïne dû à la faible épaisseur de l'interphase qui varie entre 10 et 100 μm . Ce fait renforce l'idée que l'interphase ciment-granulat est bien plus sensible à la dégradation que la pâte de ciment. La figure 3.17 donne une illustration de cette attaque privilégiée au niveau de l'interphase qui repose sur la seule hypothèse, bien admise, que la porosité et la concentration de la portlandite sont plus élevées dans l'interphase. Cette illustration suggère que la dégradation de l'interface est bien plus rapide que la dégradation de la pâte de ciment, et est donc largement sous-estimée par le taux de dégradation global.

3.4.1.3 Discussion

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

L'essai mécanique de compression a montré une chute de la résistance et un changement de comportement fragile (échantillon sain) à ductile (échantillon dégradé). Ce phénomène semble

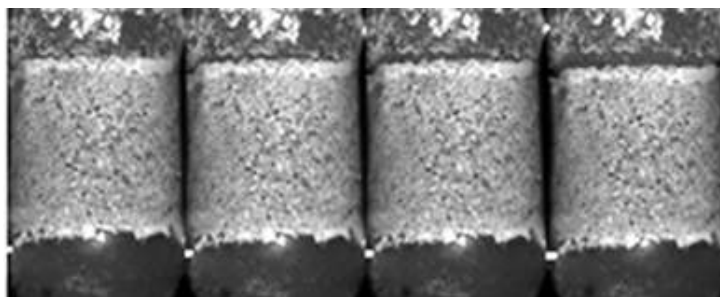


FIGURE 3.16: Photos de l'évolution de la fissure de l'échantillon dégradé pendant l'essai de traction après 48 heures de dégradation

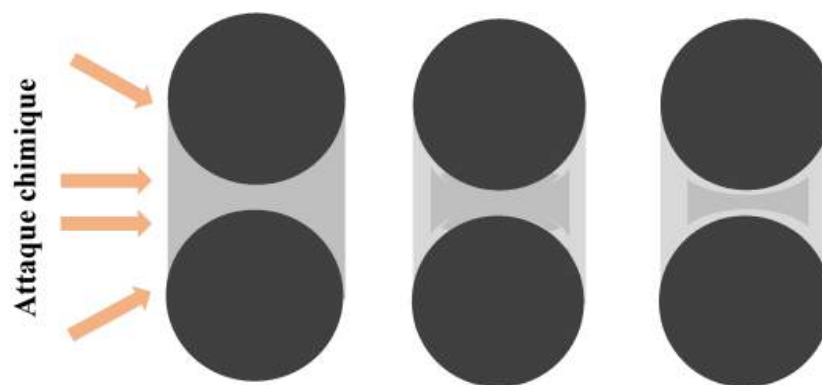


FIGURE 3.17: Schéma de l'évolution de la dégradation du composite à l'interphase et la pâte de ciment

provenir de l'augmentation de la porosité due à la diffusion des hydrates vers l'extérieur de l'échantillon.

L'essai mécanique de traction a permis de caractériser l'interphase pâte de ciment-granulat. Il a montré une diminution très rapide de la résistance à la traction après seulement un taux de dégradation de $\delta=0,27$ (1 heure de lixiviation), ce qui n'a pas été noté dans le cas de l'essai de compression. Ce résultat s'explique par la cinétique de dégradation de l'interphase plus élevée, entraînant une perte de cohésion, d'où une dégradation plus significative des propriétés mécaniques. Ce résultat peut être corrélé à des résultats qui montrent que la cinétique de dégradation de l'interphase est accélérée du fait de sa concentration en portlandite et d'une porosité plus élevée à l'interphase. En effet, ces deux facteurs agissent en faveur d'une accélération des transports de matière, et donc d'une fragilisation plus rapide de l'interphase.

L'étude de l'effet de la lixiviation à cette l'échelle révèle le rôle important de l'interphase pâte de ciment-granulats lors du processus de dégradation chimique sur les propriétés mécaniques du béton à la traction.

Afin de confirmer ce résultat un autre essai sollicitant l'interphase va être mis en oeuvre : un essai de cisaillement local. Il va être mis en œuvre sur les composites parallélépipédiques plus adapté à ce type d'essais. De plus, ce type de composite permettra d'accéder en traction directe

à la contrainte et au module (au lieu de la force et de la raideur) et pourra être modélisé numériquement par le modèle de zone cohésive présenté au chapitre 2. Dans la section suivante, nous présenterons donc une étude complète sur l'effet de la dégradation chimique de l'interphase sur les propriétés mécaniques par des essais directs de traction et de cisaillement.

3.4.2 Composite avec des granulats parallélépipédiques

Dans cette partie, on présente l'ensemble des résultats obtenus au cours des essais mécaniques, de traction et de cisaillement, sur des échantillons sains (référence) et sur des échantillons dégradés chimiquement par lixiviation. A chaque intervalle de temps de dégradation chimique, les échantillons parallélépipédiques ont été soumis à des essais directs de traction et de cisaillement respectivement pour 6, 24, 48, 72, 96 et 101 heures. Le cas de l'échantillon sain, pris comme référence, a été conservé dans de l'eau saturée de chaux pendant 40 jours. Les essais ont été effectués sur des composites et la pâte de ciment seule pour comparer l'effet de la dégradation chimique par lixiviation sur les propriétés mécaniques de l'interphase et la pâte de ciment. Le déplacement, bien qu'imposé lors de l'essai, est corrigé par les résultats de la corrélation d'image.

3.4.2.1 Essai de traction directe

Les échantillons sains et dégradés, à raison de quatre échantillons à chaque échéance de temps, ont été soumis à l'essai de traction pour mesurer leurs rigidités et leurs résistances. La figure 3.18 montre les courbes contrainte - déformation pour la pâte de ciment et le composite.

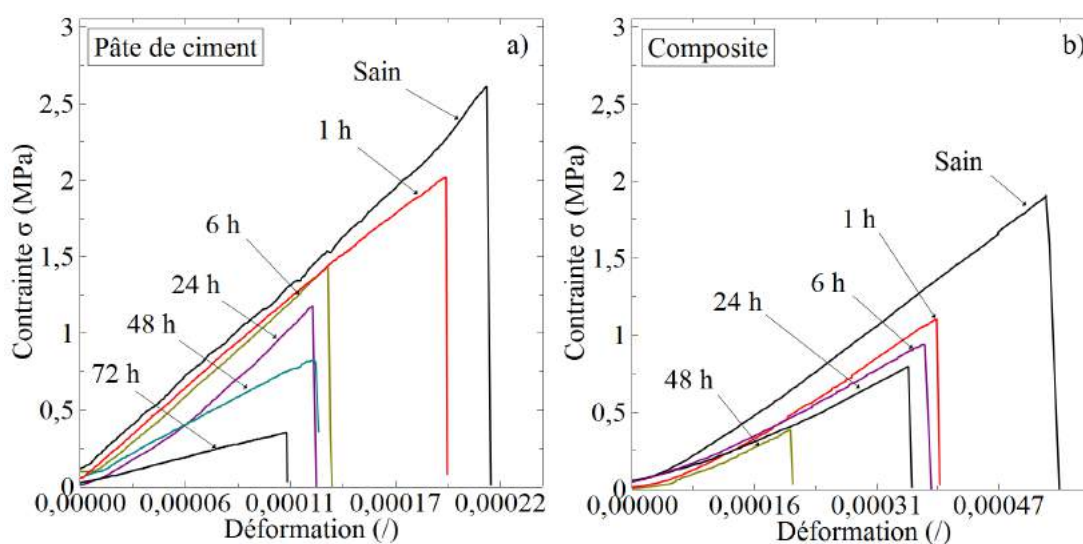


FIGURE 3.18: Comportement en traction simple des échantillons sains et partiellement dégradés de la pâte de ciment a) et du composite b)

La figure 3.18 montre une diminution de la contrainte au pic et le module d'Young avec la durée de la dégradation pour les deux types d'échantillon. Dans la première heure, la diminution est plus accentuée pour le composite que pour la pâte pure. L'évolution des contraintes à la rupture est ensuite représentée en fonction du taux de dégradation pour mettre en évidence l'effet de la lixiviation au nitrate d'ammonium.

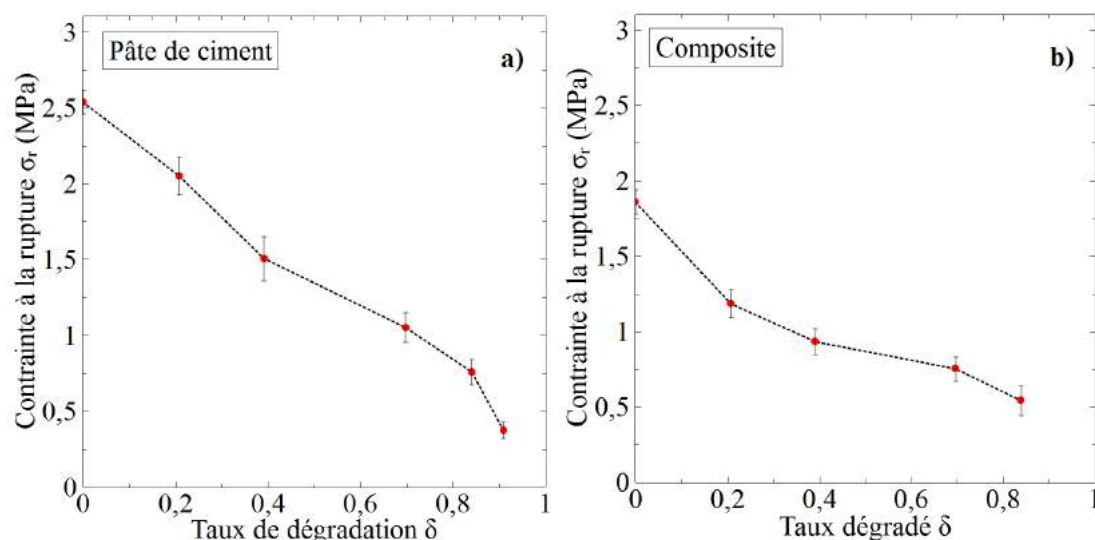


FIGURE 3.19: Evolution de la contrainte de rupture à la traction σ_r en fonction du taux de dégradation

La figure 3.19 présente l'évolution de la contrainte de rupture à la traction à différents taux de dégradation, exprimé en fonction de taux de dégradation δ . On remarque une diminution des résistances avec l'augmentation de la dégradation. On représente par la suite sur la figure 3.20 le rapport de la résistance du composite sur la résistance de pâte de ciment en fonction du taux de dégradation, pour mettre en évidence l'effet de la présence de l'interphase sur les propriétés mécaniques. On observe une perte très importante de la résistance de composite après un taux de dégradation $\delta=0.2$: une perte d'environ 45% dans le cas des composites, pour une perte de 30% dans le cas de la pâte après une heure de dégradation. Ce fait renforce l'idée que l'interphase ciment-granulat est bien plus sensible à la dégradation que la pâte de ciment à cause de la porosité au niveau de l'interphase est toujours supérieure à la porosité dans la pâte de ciment qui augmente la diffusion des ions vers l'extérieur par la suite accélère la dégradation dans cette zone.

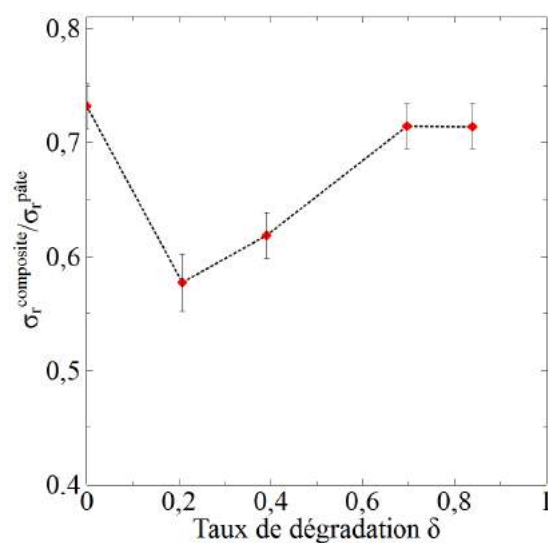


FIGURE 3.20: Evolution du rapport des contraintes moyennes du composite sur les contraintes moyennes de la pâte de ciment en fonction du taux de dégradation

Les valeurs de module d'Young notée E_t en fonction du taux de dégradation δ , pour les essais de traction, sont présentées sur la figure 3.21.

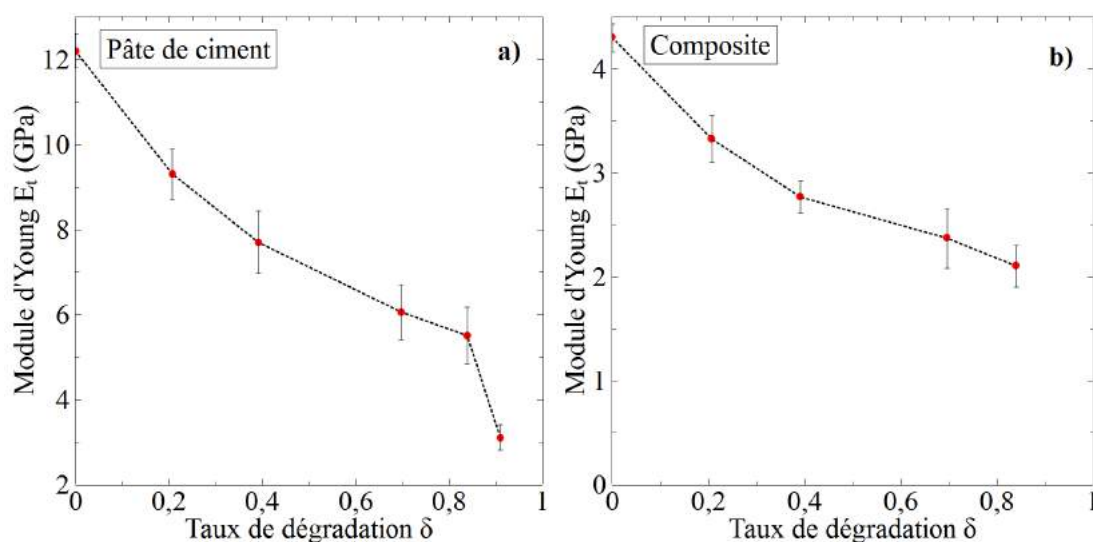


FIGURE 3.21: Evolution de module d'Young à la traction en fonction du taux de dégradation pour la pâte de ciment a) et le composite b)

La figure 3.21 montre une diminution de module avec la durée de la dégradation pour les deux types des échantillons. En comparant avec l'évolution de la contrainte à la rupture, on constate que l'évolution de module d'Young a la même allure que celle de la contrainte.

Le comportement linéaire jusqu'à la rupture, et la rupture quasi-fragile nous permet de calculer l'énergie critique de rupture par la même méthode présentée dans le chapitre 2. La figure 3.22 présente l'évolution de l'énergie moyenne critique en fonction du taux de dégradation δ .

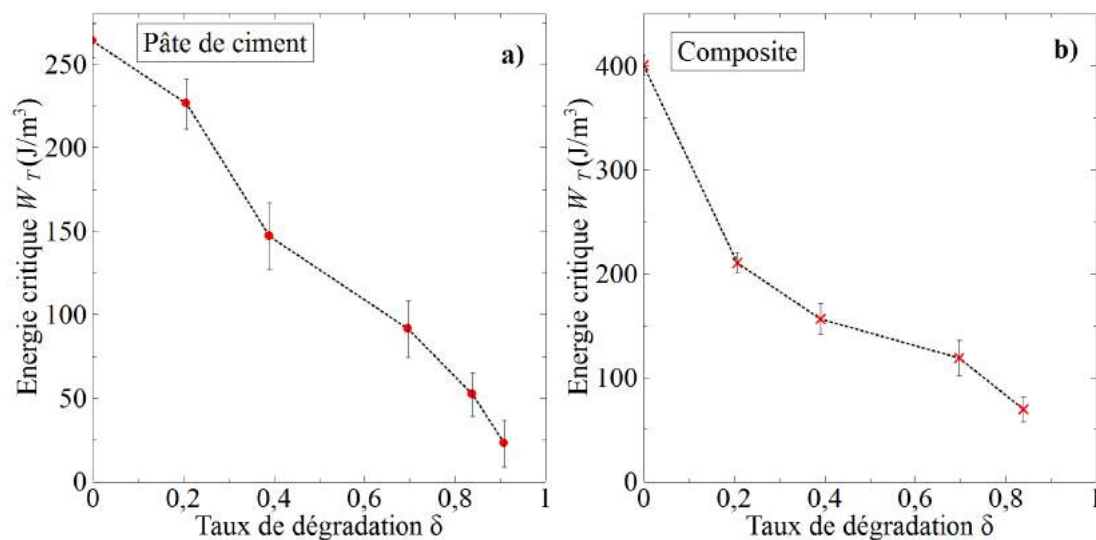


FIGURE 3.22: Evolution de l'énergie critique à la traction en fonction du taux de dégradation pour la pâte de ciment a) et le composite b)

On constate une diminution de l'énergie critique avec l'évolution de la dégradation avec une tendance similaire avec la diminution de la contrainte à la rupture pour les deux matériaux. Une baisse rapide de l'énergie est constatée aussi pour les composites après une heure de dégradation ($\delta = 0,2$).

Comme indiqué précédemment, quand le béton est lixivié, les hydrates sont dissous et les produits sont diffusés vers l'environnement. Ce phénomène entraîne une augmentation de la porosité dans le béton et une diminution de la cohésion entre les granulats. Il provoque des pertes de module d'Young et de résistance à la traction. La comparaison des résultats du composite avec celle de la pâte de ciment montre que la dégradation de l'interphase est différente de celle de la pâte. Ces résultats confirment l'idée que l'interphase ciment-granat est bien plus sensible à la dégradation que la pâte de ciment. Des résultats similaires ont été obtenus avec des échantillons avec les granulats de forme sphérique.

3.4.2.2 Essai de cisaillement direct

Afin d'évaluer la loi de comportement mécanique locale du matériau dégradé, des composites parallélépipédiques constitués d'un granulat et pâte de ciment préalablement dégradés ont été soumis à des essais de cisaillement direct. Les résultats des essais de cisaillement sur les composites partiellement dégradés sont comparés aux résultats du matériau sain. Des essais de

même type mais sur la pâte de ciment ont été réalisés pour mettre en évidence l'effet de la dégradation de l'interphase sur les propriétés mécanique au cisaillement.

Les figures 3.23 montrent les courbes contrainte - déformation à différents stades de dégradation chimique lors des essais de cisaillement, sans contrainte normale, pour les deux types d'échantillons (pâte de ciment et composite).

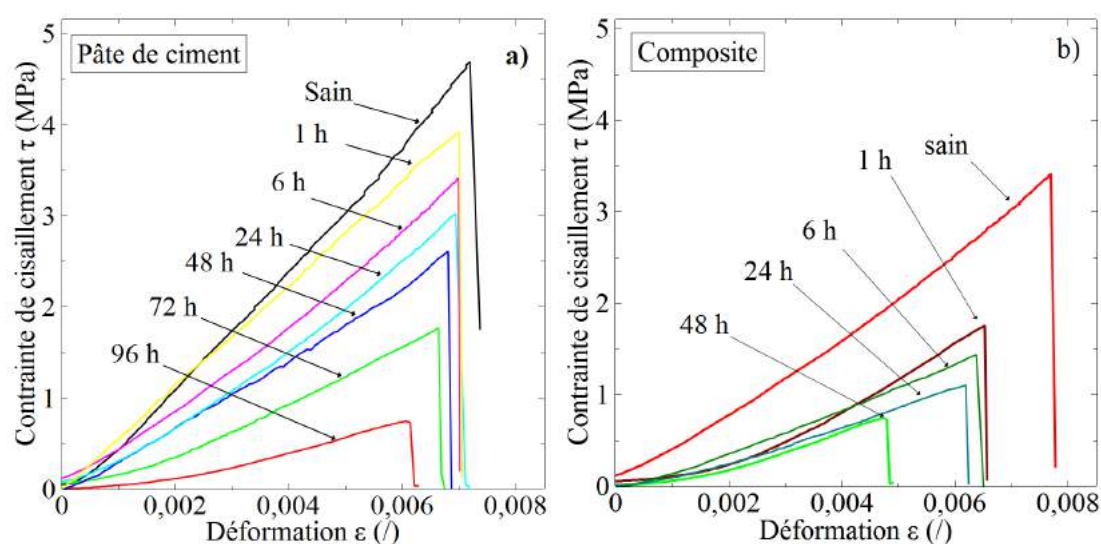


FIGURE 3.23: Comportement en cisaillement direct des échantillons sains et partiellement dégradés de la pâte de ciment a) et du composite b).

Les valeurs de la contrainte à la rupture notée τ_r et le module tangentiel notée E_s en fonction du taux de dégradation δ , pour les essais de cisaillement, sont présentées sur la figure 3.24.

En observant ces résultats, on constate une diminution de la contrainte à la rupture et du module de cisaillement lorsque la dégradation augmente pour le composite et la pâte de ciment. Comme pour l'essai de traction, on constate une chute rapide de la résistance du composite pour un taux de dégradation de $\delta = 0,2$, au-delà de ce taux, la vitesse de perte des propriétés mécanique diminue et tend vers une constante. Par contre, dans le cas de la pâte, on constate une diminution progressive des propriétés mécaniques avec l'augmentation du taux de dégradation. La figure 3.25 présente le rapport des résistances de cisaillement $\tau_r^{composite} / \tau_r^{pâte}$ en fonction du taux de dégradation.

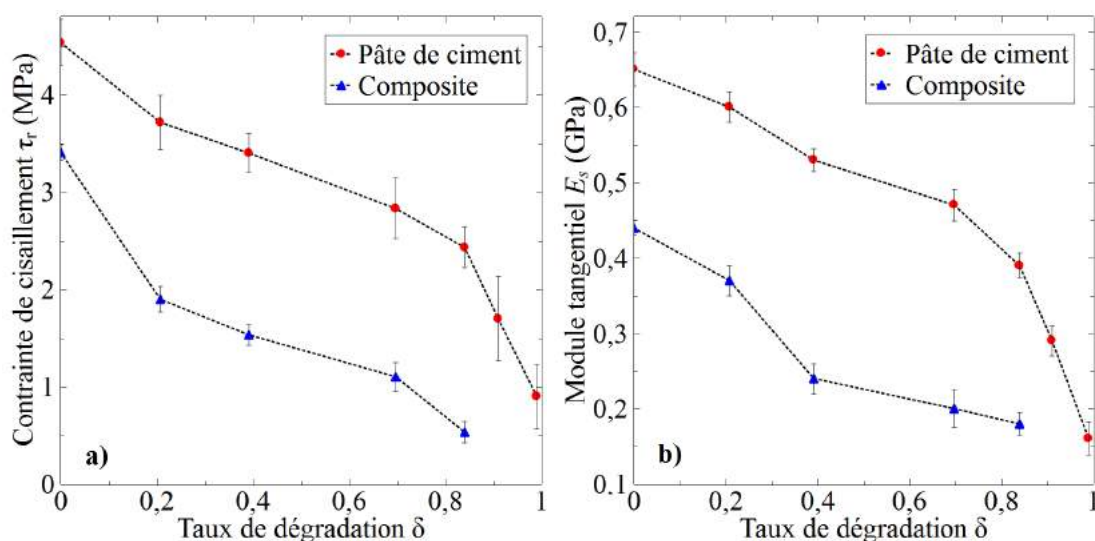


FIGURE 3.24: Evolution de la contrainte de cisaillement à la rupture a) et le module tangentiel b) pour la pâte de ciment et le composite en fonction du taux de dégradation

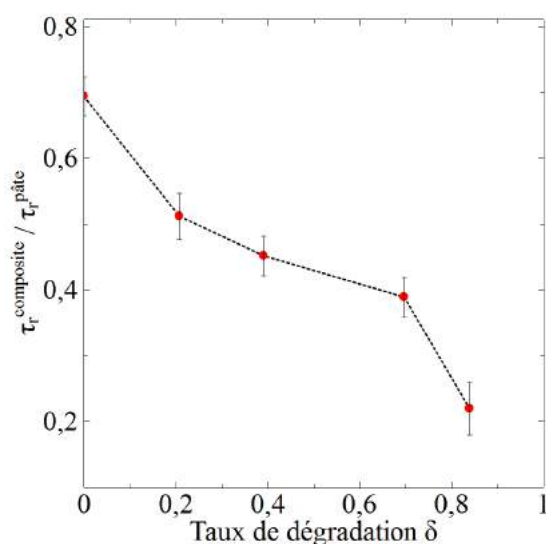


FIGURE 3.25: Evolution du rapport des contraintes moyennes en fonction du taux de dégradation pour la pâte de ciment et le composite

La figure 3.26 montre une diminution de l'énergie critique avec l'augmentation du temps de dégradation. L'évolution de l'énergie critique est similaire pour les deux matériaux (pâte de ciment et composite), avec des valeurs supérieures de la pâte de ciment que celle des composites.

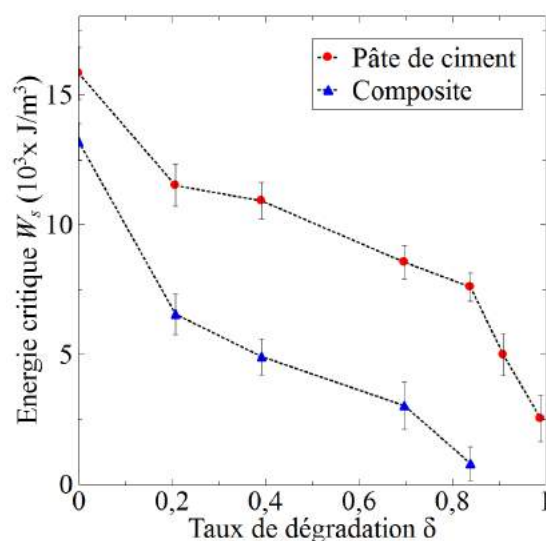


FIGURE 3.26: Evolution de l'énergie critique en fonction du taux de dégradation

Après la caractérisation de l'effet de la dégradation sur la contrainte de cisaillement respectivement pour la pâte de ciment pure et pour le composite « pâte de ciment-granulat », on s'intéresse à l'influence de la contrainte normale sur les résistances au cisaillement des échantillons préalablement dégradés. Les échantillons dégradés sont soumis à des essais de cisaillement direct à différentes contraintes normales. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 3.27 pour différentes contraintes de confinement ($\sigma = 0 ; 0,5 ; 1 ; 1,5$ MPa), en exprimant la contrainte de rupture au cisaillement $\tau_r(40)$ à 40 jours d'hydratation en fonction de la contrainte normale appliquée : dans un souci de clarté, quelques échéances du temps de dégradations sont représentées.

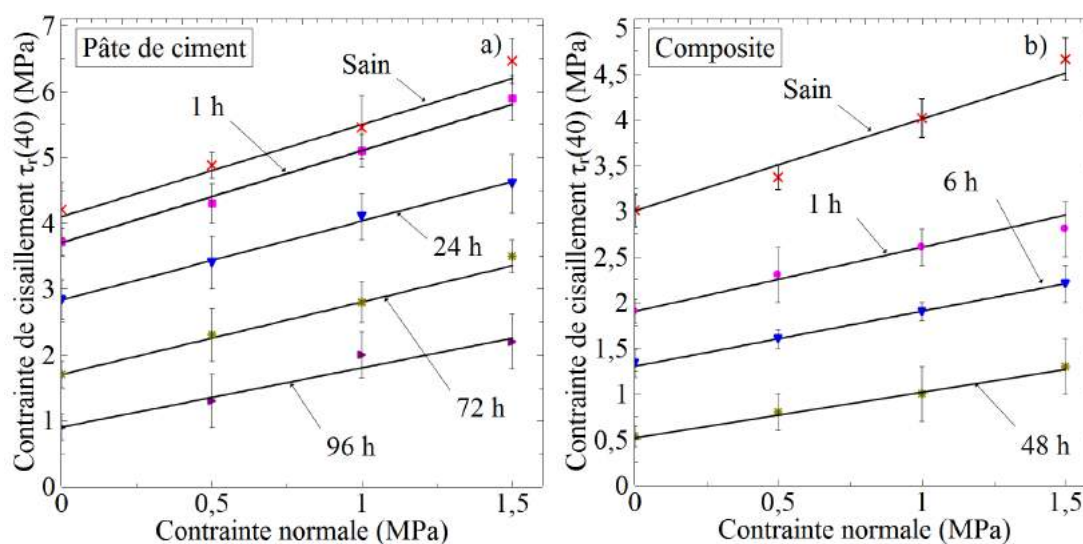


FIGURE 3.27: Evolution de la contrainte au cisaillement en fonction de la contrainte normale à différents stades de dégradation pour la pâte de ciment a) et le composite b)

On constate une augmentation linéaire de la contrainte de cisaillement τ_r (la valeur au pic) de cisaillement avec l'application de la contrainte normale pour les deux types des échantillons. Cette augmentation est moins importante lorsque le temps de dégradation augmente. Cette évolution permet de calculer l'angle de frottement interne local Φ et la cohésion locale c à chaque temps de dégradation (eq 2.13). La figure 3.28 présente l'évolution de l'angle de frottement local et de la cohésion locale en fonction du taux de dégradation.

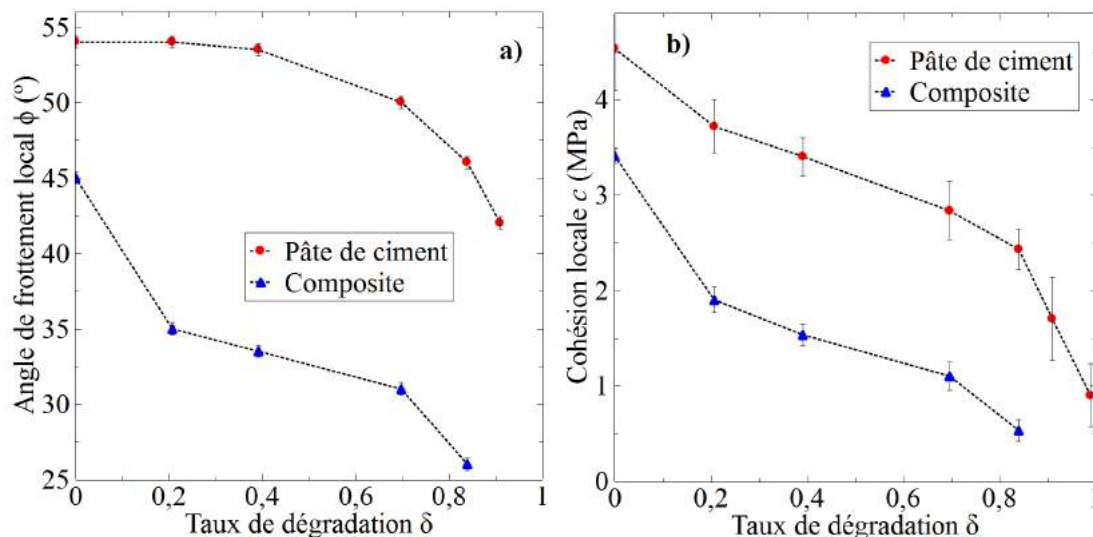


FIGURE 3.28: Evolution de l'angle de frottement local a) et de la cohésion b) en fonction du taux de dégradation δ

L'angle de frottement local et la cohésion diminuent avec l'augmentation du taux de dégradation. Dans le cas du composite l'angle de frottement la cohésion diminuent rapidement pour un taux de dégradation de $\delta = 0,2$. Par contre dans le cas de la pâte de ciment, l'angle ne varie pas beaucoup au début de la dégradation ($\delta = 0,2$; 0,38), au-delà de $\delta = 0,38$, on constate une chute de l'angle de frottement interne local. Après $\delta = 0,2$, les deux courbes suivent la même allure.

3.4.2.3 Discussion

La lixiviation des matériaux à base de ciment par les eaux déionisées conduit à une augmentation de la porosité et une dégradation des propriétés mécaniques. Cette attaque chimique induit une lixiviation totale de la portlandite et une décalcification progressive du C-S-H. En raison de la cinétique de lixiviation lente obtenue à l'aide d'eau déionisée, un procédé accéléré (en utilisant la solution NH_4NO_3) a été réalisé sur des composites (avec des granulats sphériques et parallélépipédiques) et sur une pâte de ciment à l'échelle de l'interphase pour mettre en évidence l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques. Des résultats similaires de la lixiviation sont obtenus pour les différents échantillons. La dégradation de l'interphase n'a pas

pu être observée avec les indicateurs colorés à cause de l'épaisseur faible de l'interphase. Ainsi, les résultats de la lixiviation présentés sont ceux de la liaison cimentaire.

Comme ça a été montré plus haut, tous les faciès de rupture dans le cas des essais de traction montrent que la décohésion se produit à l'interphase pâte de ciment-granulat. Par ailleurs, les essais de traction et cisaillement sur les composites ont montré une diminution très rapide de la résistance après seulement 1 heure de lixiviation, ce qui n'a pas été noté dans le cas de la pâte de ciment. Ceci suggère que les propriétés de l'interphase sont plus sensibles à la dégradation que celles de la pâte de ciment. Ce résultat s'explique par la cinétique de dégradation de l'interphase plus rapide, entraînant une perte de cohésion au niveau de la zone de l'interphase, d'où une dégradation plus significative des propriétés mécaniques.

Une interprétation possible repose sur le fait bien connu que la porosité au niveau de l'interphase est toujours supérieure à la porosité dans la pâte de ciment du cœur de l'échantillon. Sachant que la dégradation chimique par lixiviation est gouvernée par la diffusion des ions, on peut donc admettre que cette dégradation soit accélérée au niveau de l'interphase. Plusieurs auteurs ont montré l'augmentation du coefficient de diffusion des ions avec l'augmentation de la porosité. Cette augmentation provoque par la suite l'accélération de la cinétique de dégradation. Un autre facteur qui peut accélérer la dégradation à l'interphase est la concentration élevée de la portlandite dans cette zone. En raison du fait que la portlandite est le premier hydrate qui se dissout en totalité lors de la lixiviation. En effet, La dissolution préférentielle de cet hydrate provoque une diminution rapide des propriétés mécaniques de l'interphase.

3.5 Application : Modèle de zone cohésive (CZM)

3.5.1 Calage des résultats des essais mécaniques de la traction sur composites dégradés

Dans cette partie, nous présentons l'évolution des paramètres de la loi cohésive (C_N et C_T , respectivement les rigidités normale et tangentielle) avec la dégradation en utilisant la même approche numérique qu'au chapitre 2. La figure 3.29 illustre les résultats de calages des essais de traction sur les composites à différents temps de dégradation.

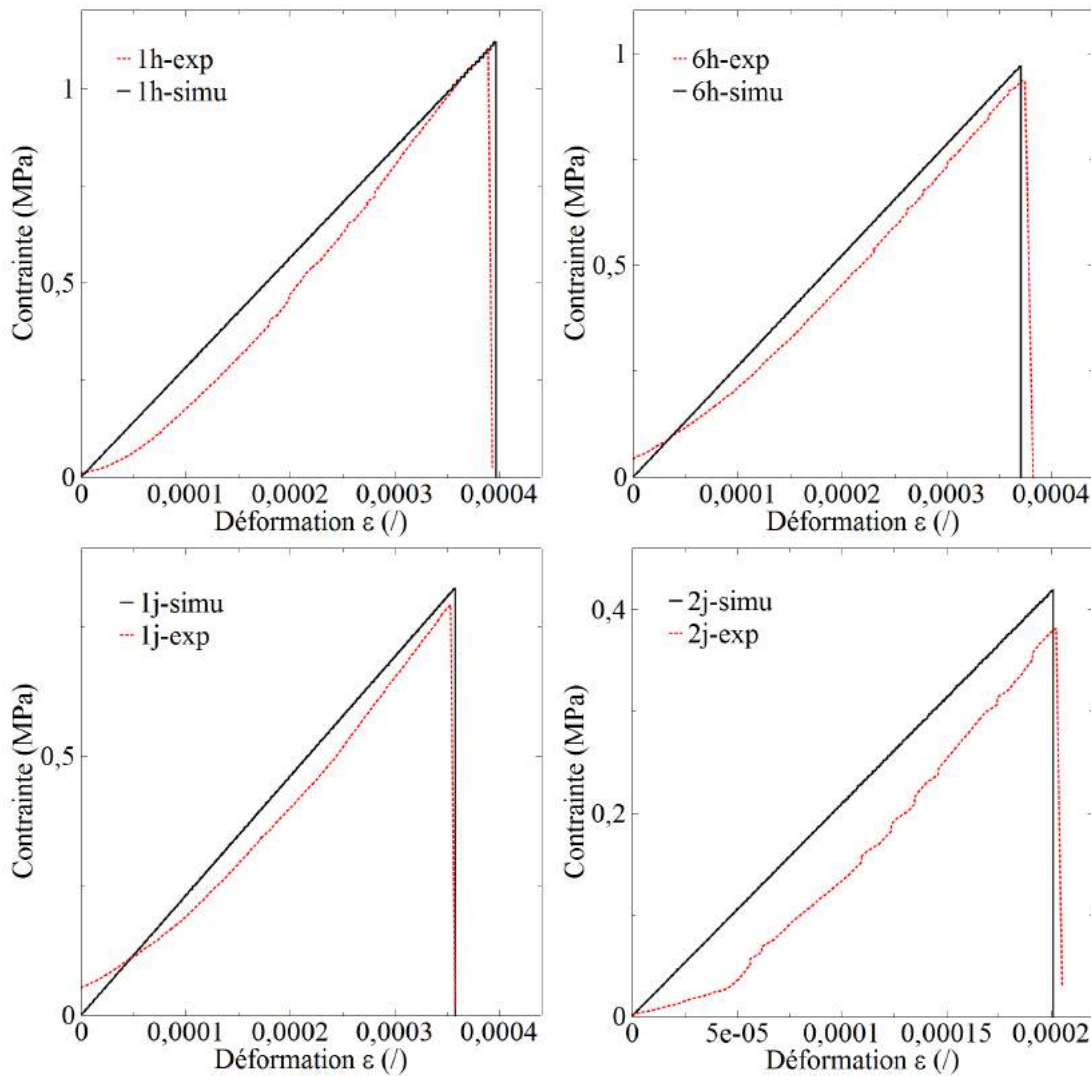


FIGURE 3.29: Résultats de calage des essais de traction à différents échéances de dégradation avec le modèle de zone cohésive

L'évolution des paramètres C_N et de l'énergie de rupture W est présentée par la suite en fonction du taux de dégradation dans la figure 3.30. On constate une diminution de la raideur C_N et de l'énergie W avec l'augmentation du temps de dégradation selon la même tendance que les résultats expérimentaux.

L'évolution de la surface de contact est calculée par la même méthode présentée dans le chapitre 2. Les résultats de calcul des rigidités K_p , K_{ech} et K_{inter} et le rapport $S_{contact}/S_{totale}$ sont présentés dans le tableau 3.3. La figure 3.31 présente l'évolution du rapport $S_{contact}/S_{totale}$ en fonction du temps de dégradation. On constate que la surface de contact diminue avec l'augmentation du temps de dégradation. Ce résultat peut être expliqué par l'augmentation de la porosité à l'interphase avec l'augmentation du temps de dégradation chimique. Par conséquent le contact entre la pâte de ciment et le granulat diminue au cours de la dégradation.

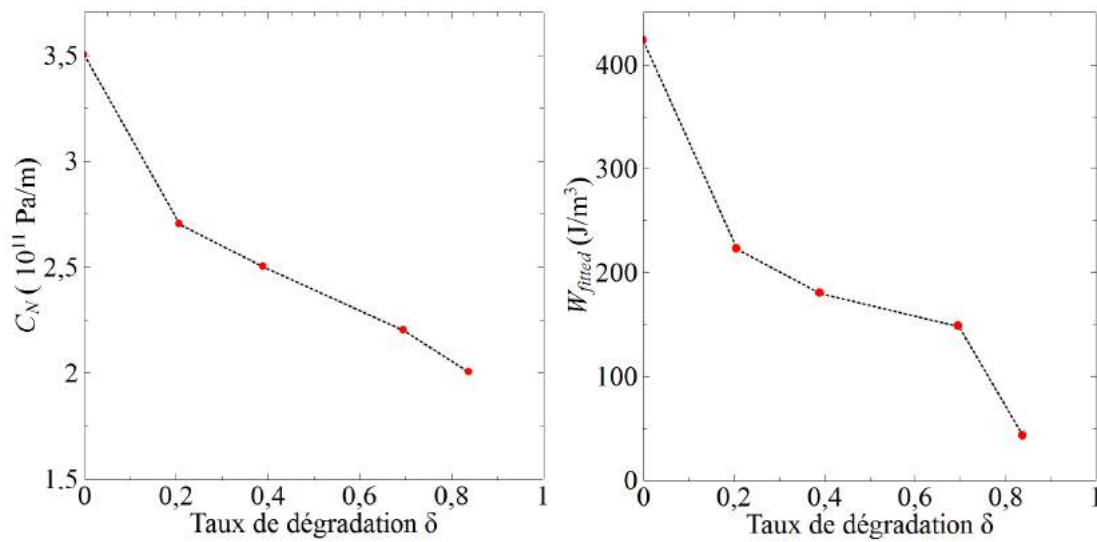


FIGURE 3.30: Evolution de la rigidité normale et de l'énergie de décohesion en fonction du taux de dégradation

Temps de dégradation	$K_p(N/m)$	$K_{ech}(N/m)$	$K_{inter}(N/m)$	$S_{contact}/S_{totale}$
1 heure	$6,1 \times 10^8$	$8,75 \times 10^6$	$18,58 \times 10^6$	69%
6 heures	$4,65 \times 10^8$	$7,18 \times 10^6$	$15,15 \times 10^6$	60,6%
1 jour	$3,85 \times 10^8$	$6,25 \times 10^6$	$13,12 \times 10^6$	59,65%
2 jours	3×10^8	$4,69 \times 10^6$	$9,75 \times 10^6$	48,8%

TABLE 3.3: Les résultats du calcul de K_p , K_{ech} , K_{inter} et $S_{contact}/S_{totale}$ à différents temps de dégradation

3.6 Conclusion du troisième chapitre

La plupart des études expérimentales concernant l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires sont réalisées à l'échelle macroscopique et, dans des proportions moindres, à l'échelle mésoscopique. L'étude proposée ici constitue une contribution à l'étude des effets de la lixiviation à l'échelle de l'interphase pâte de ciment-granulat. Ces effets sont qualifiés à l'aide d'essais de compression, de traction et de cisaillement à cette échelle.

L'essai mécanique de compression a montré une chute de la résistance et un changement de comportement de fragile (échantillon sain) à ductile (échantillon dégradé). Ce phénomène semble provenir de l'augmentation de la porosité due à la diffusion des hydrates dissouts vers l'extérieur de l'échantillon.

L'essai mécanique de traction a permis de caractériser l'interphase pâte de ciment-granulat pour les deux types de composites. Les résultats ont montré une diminution très nette de la résistance à la traction après seulement une heure de lixiviation, ce qui n'est pas le cas pour

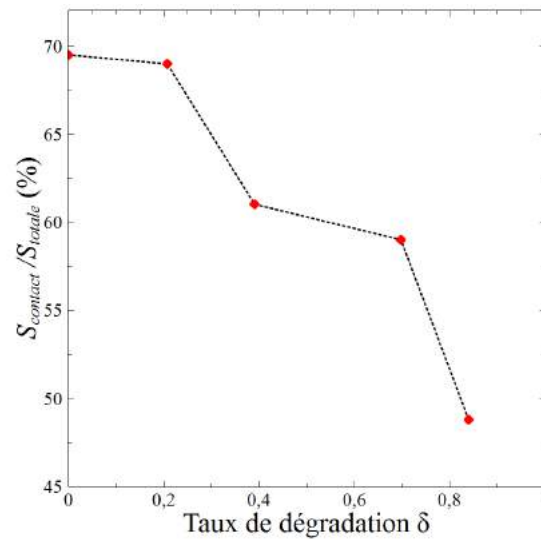


FIGURE 3.31: Evolution du rapport $S_{contact}/S_{totale}$ en fonction du taux de dégradation.

l'essai de compression. Ceci suggère que la cinétique de dégradation est plus rapide au niveau de l'interphase, entraînant une perte de cohésion, d'où une dégradation plus significative des propriétés mécaniques. La comparaison des résultats de l'essai de traction sur la pâte de ciment seule et sur le composite ont confirmé ce constat. Dans le cas de la pâte de ciment seule, une chute plus progressive de la résistance avec l'augmentation de la durée de la dégradation est observée.

Les résultats de l'essai de cisaillement direct ont confirmé la tendance notée sur l'essai de traction. Les résultats ont montré une chute rapide de la résistance au cisaillement après seulement une heure de lixiviation. L'augmentation de la contrainte normale (confinement) à chaque temps de dégradation a permis de montrer l'évolution de l'angle de frottement local avec l'augmentation de la dégradation. Cette évolution se traduit par une diminution de l'angle de frottement local. Ceci suggère que l'augmentation de la porosité de l'interphase modifie l'état de surface de contact entre la pâte de ciment et le granulat. Par conséquent, l'angle de frottement local ϕ diminue au cours de la dégradation. Cette diminution est plus nette dans le cas des composites par rapport à la pâte de ciment seule.

Les paramètres du modèle de zone cohésive utilisé, obtenus numériquement à partir d'un essai expérimental de traction sur des composites dégradés, a permis de mettre en évidence l'évolution des paramètres de ce modèle avec la dégradation. Une diminution de la rigidité normale (C_N) est obtenue avec la même tendance que celle des paramètres mécaniques déterminés lors des essais expérimentaux. Reliée à la surface d'accroche entre la pâte de ciment et le granulat, cette identification locale des paramètres mécaniques confirme que l'état de surface de contact se dégrade sensiblement lors de la lixiviation.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale

L'objectif visé par ce travail de thèse portait sur la caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat de bétons au cours de l'hydratation et soumis au processus de lixiviation. Les travaux réalisés dans ce cadre apportent des contributions à trois niveaux. Le premier niveau concerne la caractérisation des propriétés mécaniques de l'interphase par des essais mécaniques de traction, compression et cisaillement direct sur des échantillons constitués de granulats et de pâte de ciment avec des configurations géométriques différentes. Le deuxième niveau concerne l'étude de la dégradation de propriétés mécaniques de bétons soumis à une agression chimique de type lixiviation, et ce en focalisant sur le rôle joué par l'interphase. Le troisième niveau, de nature plus exploratoire, doit être vu comme une amorce d'une approche multi-échelle basée sur le modèle de zone cohésive, en vue de la prédiction de la dégradation d'origine chimique des propriétés mécaniques du béton.

Caractérisation des propriétés mécaniques de l'interphase :

Les échantillons utilisés pour matérialiser l'interphase sont des composites constitués de deux granulats liés par une pâte de ciment. Les granulats choisis sont respectivement en calcite (calcaire) et en quartz, avec des géométries sphériques et parallélépipédiques. La pâte de ciment est obtenue à partir d'un ciment CEMII-32,5N et d'un rapport E/C de 0,5. Une grande part du travail effectué à ce niveau a porté sur la conception, la réalisation et la mise au point d'essais mécaniques locaux adaptés à la caractérisation des propriétés mécaniques de l'interphase. Un défi majeur, d'ordre métrologique, a été de mettre au point un protocole de mesure des déformations de l'échantillon à cette échelle, compte tenu de leur niveau faible. Ce protocole est basé sur des techniques d'imagerie et de corrélation d'images. Les résultats des essais locaux montrent clairement que les propriétés mécaniques de l'interphase s'améliorent au cours du durcissement, et atteignent un niveau stable au bout de 28 jours. En effet, les résistances mécaniques des composites augmentent de façon significative avec la durée d'hydratation, comme pour la pâte de ciment.

Dans le cas de la configuration avec des granulats sphériques, les essais développés concernent la traction et la compression. Les faciès de rupture des composites testés en traction se présentent toujours à l'interphase. Les résistances mécaniques à la traction des composites ne semblent pas dépendre de la nature des granulats. En effet, les résultats des essais de traction effectués sur des composites avec des granulats de calcite (granulats réactifs avec la pâte) et de quartz (granulats non réactifs) sont similaires, quel que soit le temps d'hydratation. Comme pour la traction, la résistance à la compression des composites augmente avec le temps d'hydratation. La rupture à la compression fait apparaître une fissure génératrice parallèle à la direction du chargement.

Dans le cas de la configuration avec des granulats parallélépipédiques, les essais développés concernent la compression, la traction et le cisaillement directs. Pour cette configuration, aucune évolution des propriétés mécaniques en compression n'est constatée à cause de la surface plane des granulats et de l'épaisseur faible de la liaison cimentaire. La résistance à la compression semblait constante avec l'augmentation du temps d'hydratation et proche de celle du granulat.

Quant à la rupture, elle intervenait le plus souvent au niveau des granulats. Il était alors difficile d'extraire des caractéristiques spécifiques des interphases à partir des résultats d'essais de compression.

La comparaison entre les essais de traction sur les composites et sur la pâte de ciment seule a montré des résistances supérieures pour la pâte de ciment, ce qui semble indiquer que la zone d'interphase constitue le maillon faible du composite. Par contre, les valeurs de la déformation des composites sont supérieures à celles de la pâte de ciment, ce qui suggère un comportement plus ductile des composites par rapport à la pâte.

Les essais de cisaillement direct ont permis de solliciter l'interphase pour différents niveaux de confinement (0 ; 0,5 ; 1 et 1,5 MPa). Les résultats des essais ont montré que la cohésion locale (résistance au cisaillement sans contrainte de confinement) augmente avec le temps d'hydratation, selon la même tendance que la résistance à la traction. Par ailleurs, les résultats expérimentaux de cisaillement direct ont montré que la rupture du composite et de la pâte de ciment obéit globalement au critère de Mohr-Coulomb. Ceci a permis d'accéder aux caractéristiques de résistance au cisaillement que sont l'angle de frottement local et la cohésion locale du béton à l'échelle de l'interphase.

Lixiviation de l'interphase et effet sur les propriétés mécaniques :

Les mécanismes responsables du phénomène de lixiviation des bétons agissent sur un temps caractéristique long et donc difficile à mettre en situation au laboratoire dans des conditions normales. Une alternative consiste à accélérer le phénomène en utilisant une solution concentrée de Nitrate d'Ammonium, nettement plus agressive que l'eau mais reproduisant la même phénoménologie à des temps bien plus courts.

Les essais de dégradation chimique accélérée ont été réalisés sur les composites et sur la pâte de ciment seule. Ils avaient pour but de mettre en évidence la dégradation chimique à l'échelle de l'interphase et l'influence de cette dégradation sur les propriétés mécaniques des échantillons. Cette dégradation est caractérisée au cours de la lixiviation des échantillons, moyennant les mêmes essais mécaniques locaux développés. Les résultats des essais de traction et de cisaillement ont montré une baisse rapide de la résistance après seulement une heure de lixiviation, ce qui n'est pas le cas pour la pâte de ciment. Ceci suggère que la cinétique de lixiviation est plus rapide en présence d'interphases, manifestement plus sensibles à la dégradation. Ce contact peut être attribué à une porosité et à une concentration de portlandite plus élevées dans cette zone. Cette porosité élevée accélère le phénomène de diffusion des ions, et constitue ainsi un vecteur de lixiviation préférentielle de la portlandite, plus présente dans cette zone. Cette réaction entraîne une perte rapide d'adhésion entre les granulats et la pâte de ciment, conséquence d'une altération rapide des propriétés mécaniques des composites. Ce phénomène n'a pas pu être observé à l'échelle macroscopique pour laquelle la cinétique de lixiviation semble plus rapide pour la pâte de ciment seule que pour un béton. Plusieurs auteurs attribuent cet effet à la tortuosité du béton qui constitue un facteur limitant de la diffusion des ions du Nitrate d'Ammonium. À l'échelle des composites étudiés dans ce travail, l'effet de la

tortuosité ne peut être considéré.

Des essais mécaniques de compression ont été réalisés sur les composites avec des granulats sphériques à différentes échéances de lixiviation. Ces essais montrent que la dégradation d'origine chimique provoque non seulement une diminution de la force à la rupture et de la raideur en compression mais également une modification du comportement du composite. En effet, on observe un changement du comportement mécanique du composite, passant progressivement de fragile à ductile à mesure que la réaction de lixiviation progresse, comme ça semble être le cas pour le béton à l'échelle macroscopique.

Identification de paramètres de modèle (zone cohésive) :

Un verrou scientifique majeur dans le développement d'outils de prédiction du comportement macroscopique de matériaux hétérogènes, par une approche micromécanique, réside dans la méconnaissance de lois d'interaction locales. C'est d'autant plus vrai si la microstructure du matériau est complexe, et que les phénomènes présents sont multiphysiques. Dans le cas du béton, de multiples approches micromécaniques peuvent être nourries par de telles lois d'interaction. Dans le cas de l'approche par modèle de zone cohésive, l'apport de l'expérimentation directe à l'échelle de l'interphase, la caractérisation de lois d'interaction à cette échelle et l'identification des paramètres du modèle à partir de résultats d'essais locaux, constitue une avancée majeure. C'est dans ce contexte que s'inscrit ce premier rapprochement de l'expérimentation locale et de la simulation numérique. L'outil numérique utilisé est implémenté dans la plateforme logicielle LMGC90. Une simulation des résultats de l'essai de traction par le modèle de zone cohésive a permis d'identifier les paramètres "matériau" qui caractérisent la liaison mécanique pâte de ciment - granulat au niveau de l'interphase. Cette identification a été étendue aux différentes échéances d'hydratation, d'une part, et de lixiviation, d'autre part. Ceci a permis de représenter l'évolution de ces paramètres de la loi d'interaction locale dans le modèle de zone cohésive. Les résultats numériques montrent, à travers la qualité du calage, que le modèle de zone cohésive est bien approprié pour intégrer les résultats expérimentaux de cette étude. Par ailleurs, les paramètres identifiés ont permis la définition d'une surface de contact équivalente, rattachée à l'interphase. Les premiers résultats montrent que cette surface équivalente de contact ne varie pas au cours de l'hydratation. Par contre, elle diminue au cours de la lixiviation. Ce résultat préliminaire semble en cohérence avec l'augmentation de la porosité de l'interphase lors de la lixiviation.

Perspectives

Les résultats de ce travail de recherche suggèrent de nombreuses pistes de développement aussi bien sur l'aspect expérimental que numérique. Une des perspectives à court terme est d'élargir le champ d'investigation expérimentale sur les propriétés mécaniques de l'interphase et sur leur sensibilité à différents mécanismes de dégradation. Ceci peut concerner le matériau en considérant d'autres types de ciments, d'autres rapports E/C et d'autres états de surface des

granulats (rugosité), mais également d'autres mécanismes de dégradation de type thermique, gel/dégel, fatigue, ...

Un autre créneau de progression pourrait concerner l'amélioration des dispositifs d'observation et de mesure des grandeurs expérimentales au cours des essais. Par exemple, ce travail a mis en évidence une rupture des composites au niveau de l'interphase, mais sans moyen de localiser cette rupture de façon précise (dans le film duplex, dans la zone intermédiaire ou à l'interface entre le granulat et le film duplex). Il serait intéressant d'effectuer des essais de traction sous environnement MEB en vue de localiser précisément la rupture à l'interphase. La localisation de la rupture permettra de mieux cerner les paramètres influençant les propriétés mécaniques. Par ailleurs, les techniques d'imagerie utilisées montrent une certaine limite quant à la résolution des images en rapport avec la dimension de l'éprouvette et la granularité des mouchetis. Ces techniques, encore perfectibles, nécessiteraient une meilleure adaptation du protocole expérimental afin de l'appliquer aux essais locaux.

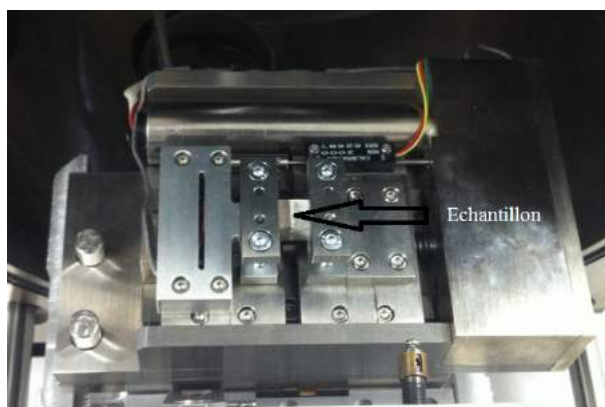


Photo d'un échantillon en environnement MEB destiné à la réalisation d'un essai de traction

L'essai de dégradation chimique par le Nitrate d'Ammonium (6M) a montré qu'il y a un effet très important de la lixiviation de l'interphase sur les propriétés mécaniques. En outre, l'épaisseur dégradée de la liaison cimentaire, mesurée avec la phénolphthaléine, ne reflète pas l'épaisseur réelle dégradée de l'interphase compte tenu de la porosité et de la concentration de la portlandite élevées dans cette zone. Il serait intéressant de visualiser l'épaisseur dégradée à l'interphase en environnement MEB, de façon à mieux préciser la cinétique "vraie" de la lixiviation au niveau de la zone d'interphase et la relier directement à la dégradation des propriétés mécaniques de cette zone.

Enfin, comme il a été dit plus haut, le développement d'outils de prédiction du comportement macroscopique de matériaux hétérogènes, par une approche micromécanique, nécessite la connaissance de lois d'interaction locales. Dans le cadre de l'approche par modèle de zone cohésive, la caractérisation de lois d'interaction à l'échelle de l'interphase et l'identification de ses paramètres "matériau" constituerait une avancée majeure. Une méthodologie de validation de ces outils à l'échelle macroscopique du VER est, bien évidemment, un préalable

à leur utilisation. Le développement de cette méthodologie, mettant en œuvre une série de benchmarks, constituerait une réalisation très utile pour mettre à l'épreuve différents modèles micromécaniques d'étude du comportement mécanique et de la rupture des matériaux solides hétérogènes.

Bibliographie

- [1] Gao Y., De Schutter G., Ye G., Huang H., Tan Z. et Wu K. : Characterization of itz in ternary blended cementitious composites : experiment and simulation. *Construction and building Materials*, 41:742–750, 2013.
- [2] Therrien J., Bissonnette B., Cloutier A., Baroghel-Bouny V. et Aïtcin P. C. : Early-age evolution of the mass transfer properties in mortar and its influence upon ultimate shrinkage. In *International RILEM workshop on shrinkage of concrete (Shrinkage 2000)*, pages 247–268, 2000.
- [3] Camps G. : *Etude des interactions chemo-mécaniques pour la simulation du cycle de vie d'un élément de stockage en béton*. Thèse de doctorat, Université Toulouse III-Paul Sabatier, 2008.
- [4] Neville A. : *Propriété des bétons*. Eyrolles, 2000.
- [5] Sidney D. : Considerations in image analysis as applied to investigations of the itz in concrete. *Cement and Concrete Composites*, 23:171–178, 2001.
- [6] Ollivier J. P., Maso J. C. et Bourdette B. : Interfacial transition zone in concrete. *Advanced Cement Based Materials*, 2(1):30–38, 1995.
- [7] Farran J. : *Contribution minéralogique à l'étude de l'adhérence entre les constituants hydratés des ciments et les matériaux enrobés*. Centre d'Etudes et de Recherches de l'Industrie des Liants Hydrauliques, 1956.
- [8] Mehta P. K. : Hardened cement paste—microstructure and its relationship to properties. In *Proceedings of 8th International Congress on the Chemistry of Cement. Rio de Janeiro*, pages 113–121, 1986.
- [9] Hoshino M. : Relation between bleeding, coarse aggregate, and specimen height of concrete. *Materials Journal*, 86(2):185–190, 1989.
- [10] Baroghel-Bouny V. : *Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1994.

- [11] Scrivener K. L. et Pratt P. L. : Characterization of interfacial microstructure. *In Interfacial transition zone in concrete*, volume 11, pages 3–17. E and FN Spon London, 1996.
- [12] Bentz D. P. et Garboczi E. J. : Digitized simulation model for microstructural development. *Ceramic Transactions*, 211:16, 1991.
- [13] Diamond S. et Huang J. : The interfacial transition zone : reality or myth ? *In Rilem proceedings*, pages 3–42, 1998.
- [14] Barnes B. D., Diamond S. et Dolch W. L. : The contact zone between portland cement paste and glass “aggregate” surfaces. *Cement and Concrete Research*, 8(2):233–243, 1978.
- [15] Zimbelmann R. : A contribution to the problem of cement-aggregate bond. *Cement and Concrete Research*, 15(5):801–808, 1985.
- [16] Monteiro P. J. M. et Mehta P. K. : Improvement of the aggregate-cement paste transition zone by grain refinement of hydration products. *In Proceedings of the 8th international congress on the chemistry of cement, Rio de Janeiro*, volume 2, pages 433–437, 1986.
- [17] Suzuki M. et Mizukami K. : Bond strength between cement paste and aggregate. *In Rev. 29th Gen. Mtg.*, pages 94–96. Cem. Assoc Japan, 1975.
- [18] Hadley D. W. : The nature of the past-aggregate interface : Interim report. 1972.
- [19] Barnes B. D., Diamond S. et Dolch W. L. : Micromorphology of the interfacial zone around aggregates in portland cement mortar. *Journal of the American Ceramic Society*, 62(1-2):21–24, 1979.
- [20] Iwasaki N. et Tomiyama Y. : Bond strength between cement paste and aggregate. *In Rev. 28th Gen. Mtg.*, pages 122–125. Cem. Assoc Japan, 1974.
- [21] Iwasaki N. et Tomiyama Y. : Microstructures and strength of interface between cement paste and aggregate. *In Rev. 29th Gen. Mtg.*, pages 88–91. Cem. Assoc Japan, 1975.
- [22] Iwasaki N. et Tomiyama Y. : Bond and fracture mechanism of interface between cement paste and aggregate. *In Rev. 30th Gen. Mtg.*, pages 213–215. Cem. Assoc Japan, 1976.
- [23] Diamond S. : Cement paste microstructure in concrete. *In MRS Proceedings*, volume 85, page 21. Cambridge Univ Press, 1986.
- [24] Bentur A., Goldman A. et Cohen M. D. : The contribution of the transition zone to the strength of high quality silica fume concretes. *In MRS Proceedings*, volume 114, page 97. Cambridge Univ Press, 1987.
- [25] Malier Y. : L’utilisation du bhp dans une approche “système” de la construction”, les bétons à hautes performances. *Caractérisation, durabilité, applications, Y. Malier (ed.)*, Presses Ponts et chaussées, Paris, pages 3–24, 1992.
- [26] Kamali S., Keinde D. et Bernard F. : Effect of aggregate type on the concrete matrix/aggregates interface and its influence on the overall mechanical behavior. a numerical study. *In Key Engineering Materials, Switzerland*, volume 617, pages 14–17. Trans Tech Publ, 2014.
- [27] Alexander K. M., Gilbert D. J. et Wardlaw J. : Aggregate-cement bond, cement paste strength and the strength of concrete. 1968.
- [28] Schwiete H. E., Ludwig U. et Albeck J. : Die bindung von zuschlagstoffen an zementstein. *Wiss. Z. Tech. Univ. Dresden*, 17(6):1587–1590, 1968.

- [29] Chatterji S. et Jeffery J. W. : The nature of the bond between different types of aggregates and portland cement. *Indian Concrete Journal*, 45(8), 1971.
- [30] Buck A. D. et Dolch W. L. : *Investigation of a reaction involving nondolomitic limestone aggregate in concrete*. Defense Technical Information Center, 1966.
- [31] Lyubimova T. Y. et Pinus E. R. : Crystallization structure in the contact zone between aggregate and cement in concrete. *Colloid J. USSR*, 24(5):491–498, 1962.
- [32] Conjeaud M., Lelong B. et Cariou B. : Liaison pâte de ciment portland-granulets naturel. *In Proc, 7th International Congress on the Chemistry of Cement, Paris*, volume 3, 1980.
- [33] Langton C. A. et Roy D. M. : Morphology and microstructure of cement paste/rock interfacial regions. *In Proceedings of the 7th International Congress on the Chemistry of Cement, Paris*, volume 3, pages 127–132, 1980.
- [34] Aitcin P. C. : The durability characteristics of high performance concrete : a review. *Cement and Concrete Composites*, 25(4):409–420, 2003.
- [35] Elsharief A., Cohen M. D. et Olek J. : Influence of lightweight aggregate on the microstructure and durability of mortar. *Cement and Concrete research*, 35(7):1368–1376, 2005.
- [36] Scrivener K. : Characterisation of the itz and its quantification by test methods. *Rilem report*, pages 3–18, 1999.
- [37] Cortas R., Rozière E. et Loukili A. : Effet du taux de saturation des granulats sur le retrait du béton. *In XXVIIIèmes Rencontres Universitaires de Génie Civil. La Bourboule*, pages 642–651, 2010.
- [38] Lo T. Y. et Cui H. Z. : Effect of porous lightweight aggregate on strength of concrete. *Materials Letters*, 58(6):916–919, 2004.
- [39] Ollivier J. P. : *Contribution à l'étude de l'hydratation de la pâte de ciment Portland au voisinage des granulats*. Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 1981.
- [40] Scrivener K. L. et Nemat K. M. : The percolation of pore space in the cement paste/aggregate interfacial zone of concrete. *Cement and Concrete Research*, 26(1):35–40, 1996.
- [41] Yang S., Zhongzi X. et Mingshu T. : Improving the structure of the interfacial zone and its influence on the long-term behavior of mortars. *Materials and Structures*, 31(4):230–234, 1998.
- [42] Lo Y., Gao X. F. et Jeary A. P. : Microstructure of pre-wetted aggregate on lightweight concrete. *Building and Environment*, 34(6):759–764, 1999.
- [43] Larbi J. A. : *The cement paste-aggregate interfacial zone in concrete*. Thèse de doctorat, TU Delft, Delft University of Technology, 1991.
- [44] Yuan C. Z. et Odler I. : The interfacial zone between marble and tricalcium silicate paste. *Cement and Concrete Research*, 17(5):784–792, 1987.
- [45] Crumbie A. K. : *Characterisation of the microstructure of concrete*. Thèse de doctorat, Imperial College London (University of London), 1994.
- [46] Pope A. W. et Jennings H. M. : The influence of mixing on the microstructure of the cement paste/aggregate interfacial zone and on the strength of mortar. *Journal of materials science*, 27(23):6452–6462, 1992.
- [47] Mindess S. : Tests to determine the mechanical properties of the interfacial zone. *RILEM*

- report, pages 47–63, 1996.
- [48] Diamond S. et Huang J. : The itz in concrete a different view based on image analysis and sem observations. *Cement and concrete composites*, 23(2):179–188, 2001.
 - [49] Diamond S. : The microstructure of cement paste and concrete—a visual primer. *Cement and Concrete Composites*, 26(8):919–933, 2004.
 - [50] Scrivener K. L., Crumbie A. K. et Laugesen P. : The interfacial transition zone (itz) between cement paste and aggregate in concrete. *Interface Science*, 12:411–421, 2004.
 - [51] Scrivener K. L. et Pratt P. L. : A preliminary study of the microstructure of the cement/sand bond in mortars. In *Proceedings of the 8th International Congress on the Chemistry of Cement, Rio de Janeiro*, volume 3, pages 466–471, 1986.
 - [52] Scrivener K. L. et Gartner E. M. : Microstructural gradients in cement paste around aggregate particles. In *MRS Proceedings*, volume 114, page 77. Cambridge Univ Press, 1987.
 - [53] Scrivener K. L., Bentur A. et Pratt P. L. : Quantitative characterization of the transition zone in high strength concretes. *Advances in Cement Research*, 1(4):230–237, 1988.
 - [54] Garboczi E. J. et Bentz D. P. : Digital simulation of the aggregate–cement paste interfacial zone in concrete. *Journal of Materials Research*, 6(01):196–201, 1991.
 - [55] Brough A. R. et Atkinson A. : Automated identification of the aggregate–paste interfacial transition zone in mortars of silica sand with portland or alkali-activated slag cement paste. *Cement and Concrete Research*, 30(6):849–854, 2000.
 - [56] Scrivener K. L. : Backscattered electron imaging of cementitious microstructures : understanding and quantification. *Cement and Concrete Composites*, 26(8):935–945, 2004.
 - [57] Basheer L., Basheer P. A. M. et Long A. E. : Influence of coarse aggregate on the permeation, durability and the microstructure characteristics of ordinary portland cement concrete. *Construction and Building Materials*, 19(9):682–690, 2005.
 - [58] Leemann A., Münch B., Gasser P. et Holzer L. : Influence of compaction on the interfacial transition zone and the permeability of concrete. *Cement and Concrete Research*, 36(8):1425–1433, 2006.
 - [59] Hemavibool S. : *The microstructure of synthetic aggregate produced from waste materials and its influence on the properties of concrete*. Thèse de doctorat, University of Leeds, School of Civil Engineering, 2007.
 - [60] Head M. K., Wong H. S. et Buenfeld N. R. : Characterising aggregate surface geometry in thin-sections of mortar and concrete. *Cement and Concrete Research*, 38(10):1227–1231, 2008.
 - [61] Snyder K. A., Bentz D. P., Garboczi E. J. et Winslow D. N. : Interfaces in cementitious composites. In *Rilem proceedings. Conf. Toulouse ; Maso, J.C., Ed. 1992*, pages 259–268, 1992.
 - [62] Fouré B. : *Granulats et bétons légers. Bilan de 10 ans de recherches*. Presses de l’ENPC, 1986.
 - [63] Torrenti J. : *Propriétés des bétons*. Hermès, 2002.
 - [64] Hsu T. T. C., Slate F. O., Sturman G. M. et Winter G. : Microcracking of plain concrete and the shape of the stress-strain curve. In *Journal Proceedings*, volume 60, pages 209–224, 1963.

- [65] Saito M. : Characteristics of microcracking in concrete under static and repeated tensile loading. *Cement and concrete research*, 17(2):211–218, 1987.
- [66] Affes R. : *Relations microstructure-fissuration-perméabilité dans les milieux granulaires cimentés*. Thèse de doctorat, Université Montpellier 2, 2012.
- [67] Nagai K., Sato Y. et Ueda T. : Mesoscopic simulation of failure of mortar and concrete by 2d rbsm. *Journal of Advanced Concrete Technology*, 2(3):359–374, 2004.
- [68] Liu J. X., Zhao Z. Y., Deng S. C. et Liang N. G. : Numerical investigation of crack growth in concrete subjected to compression by the generalized beam lattice model. *Computational Mechanics*, 43(2):277–295, 2009.
- [69] Shah S. P. et Slate F. O. : Internal microcracking, mortar-aggregate bond and the stress-strain curve of concrete. *Cement and Concrete Assoc, London UK*, 1968.
- [70] Hsu T. T. C. et Slate F. O. : Tensile bond strength between aggregate and cement paste or mortar. *Journal of the American Concrete Institute*, 60(4):465–486, 1963.
- [71] Kosaka Y., Tanigawa Y. et Kawakami M. : Effect of coarse aggregate on fracture of concrete (part 1). *Journal of AIJ*, 228:1–11, 1975.
- [72] Gu X., Hong L., Wang Z. et Lin F. : Experimental study and application of mechanical properties for the interface between cobblestone aggregate and mortar in concrete. *Construction and Building Materials*, 46:156–166, 2013.
- [73] Alexander K. M. et Taplin J. H. : Analysis of the strength and fracture of concrete based on an unusual insensitivity of cement-aggregate bond to curing temperature. *Australian Journal of Applied Science*, 15(3):160–170, 1964.
- [74] Akçaoğlu T., Tokyay M. et Çelik T. : Effect of coarse aggregate size and matrix quality on itz and failure behavior of concrete under uniaxial compression. *Cement and concrete composites*, 26(6):633–638, 2004.
- [75] Patten B. J. F. : The effects of adhesive bond between coarse aggregate and mortar on the physical properties of concrete. *Institution of Engineers (Australia) Civ Eng Trans*, (1, 2), 1973.
- [76] Oztekin E. : La résistance du béton en relation avec la résistance du mortier et l'adhérence mortier-granulat. *Porosité et propriétés des matériaux. Premier congrès international de la RILEM*, 1987.
- [77] Kawakami H. : Effect of aggregate type on the mechanical behaviour of concrete. *In International union of testing and research laboratories for materials and construction, Toulouse.*, pages 179–186, 1992.
- [78] Husem M. : The effects of bond strengths between lightweight and ordinary aggregate-mortar, aggregate-cement paste on the mechanical properties of concrete. *Materials Science and Engineering : A*, 363(1):152–158, 2003.
- [79] Fagerlund G. : Strength and porosity of concrete. *In Proceedings of the International Symposium RILEM/IUPAC on Pore Structure and Properties of Materials, Prague*, pages D51–D141, 1973.
- [80] Sedran T., De Larrard F. et Angot D. : Prédiction de la compacité des mélanges granulaires par le modèle de suspension solide. ii-validation, cas des mélanges confinés. *Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Paris*, (194):59–70, 1994.
- [81] Rangaraju P. R., Olek J. et Diamond S. : An investigation into the influence of inter-

- aggregate spacing and the extent of the itz on properties of portland cement concretes. *Cement and Concrete Research*, 40(11):1601–1608, 2010.
- [82] Mindess S., Odler I. et Skalny J. : Significance to concrete performance of interfaces and bond : challenges of the future. In *Proceedings of the 8th International Congress on the Chemistry of Cement, Abila, Rio de Janeiro*, volume 1, pages 151–157, 1986.
- [83] Wakeley L. D. et Roy D. M. : A method for testing the permeability between grout and rock. *Cement and Concrete Research*, 12(4):533–534, 1982.
- [84] Malek R. et Roy D. M. : The permeability of chloride ions in fly ash-cement pastes, mortars and concrete. In *MRS Proceedings*, volume 114, page 325. Cambridge Univ Press, 1987.
- [85] Valenta O. : Durability of concrete. In *Proc. of the 5th Symposium on Chemistry of Cement. Tokio*, page 193, 1968.
- [86] Tognon G. P. et Cangiano S. : Interface phenomena and durability of concrete. In *Proc. 7th International Congress of the Chemistry of Cement. Paris*, volume 7, pages 133–138, 1980.
- [87] Torrenti J. M., Dantec P., Boulay C. et Semblat J. F. : Projet de processus d’essai pour al détermination du module de déformation longitudinale du béton. *Bulletin-Laboratoires des ponts et chaussées, Paris*, pages 79–81, 1999.
- [88] Revertegat E., Richet C. et Gegout P. : Effect of ph on the durability of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 22(2):259–272, 1992.
- [89] Carde C., François R. et Torrenti J. M. : Leaching of both calcium hydroxide and csh from cement paste : Modeling the mechanical behavior. *Cement and concrete research*, 26(8):1257–1268, 1996.
- [90] Berner U. R. : Evolution of pore water chemistry during degradation of cement in a radioactive waste repository environment. *Waste Management*, 12(2):201–219, 1992.
- [91] Tognazzi C. : *Couplage fissuration- dégradation chimique dans les matériaux cimentaires : caractérisation et modélisation*. Thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Toulouse, 1998.
- [92] Taylor H. F. W : *Cement chemistry*, london, 1990.
- [93] Adenot F. et Buil M. : Modelling of the corrosion of the cement paste by deionized water. *Cement and Concrete Research*, 22(2-3):489–496, 1992.
- [94] Mainguy M. et Coussy O. : Propagation fronts during calcium leaching and chloride penetration. *Journal of Engineering Mechanics*, 126(3):250–257, 2000.
- [95] Coussy O. et Ulm F. J. : Elements of durability mechanics of concrete structures. *Creep, Shrinkage and Durability Mechanics of Concrete and other Quasi-Brittle Materials*, pages 3993–4009, 2001.
- [96] Bajza A., Rousekeva I. et Vrana O. : Corrosion of hardened cement paste by ammonium nitrate. In *8th International Congress of the chemistry of cement, Rio de Janeiro*, volume 5, pages 99–103, 1986.
- [97] Adenot F., Faucon P., Bournazel J. P. et Malier Y. : Modélisation du comportement à long terme des bétons utilisés dans le stockage des déchets radioactifs. In *International RILEM Conference on Concrete : from Material to Structure*, pages 277–288. RILEM Publications SARL, 1996.

- [98] Bourdette B. : *Durabilité du mortier : prise en compte des auréoles de transition dans la caractérisation et la modélisation des processus physiques et chimiques d'altération*. Thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Toulouse, 1994.
- [99] Gérard B. : *Contribution des couplages mécanique-chimie-transfert dans la tenue à long terme des ouvrages de stockage de déchets radioactifs*. Thèse de doctorat, Ecole normale supérieure, Cachan., 1996.
- [100] Saito H., Nakane S., Ikari S. et Fujiwara A. : Preliminary experimental study on the deterioration of cementitious materials by an acceleration method. *Nuclear Engineering and Design*, 138(2):151–155, 1992.
- [101] Kamali S., Gérard B. et Moranville M. : Modelling the leaching kinetics of cement-based materials—influence of materials and environment. *Cement and Concrete Composites*, 25(4):451–458, 2003.
- [102] Le Bellégo C., Gérard B. et Pijaudier-Cabot G. : Mechanical analysis of concrete structures submitted to an aggressive water attack. In *Fourth International Conference on Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures, Paris*, pages 239–246, 2001.
- [103] Heukamp F. H., Ulm F. J. et Germaine J. T. : Poroplastic properties of calcium-leached cement-based materials. *Cement and concrete research*, 33(8):1155–1173, 2003.
- [104] Burlion N., Bernard D. et Chen D. : X-ray microtomography : application to microstructure analysis of a cementitious material during leaching process. *Cement and Concrete Research*, 36(2):346–357, 2006.
- [105] Kamali S., Moranville M. et Leclercq S. : Material and environmental parameter effects on the leaching of cement pastes : experiments and modelling. *Cement and Concrete Research*, 38(4):575–585, 2008.
- [106] Mohr A. : Über die einwirkung von ammoniumsalslösungen auf beton. *Der Bauingenieur*, 6(8):284–293, 1925.
- [107] Lea F. M. : The action of ammonium salts on concrete. *Magazine of concrete research*, 17(52):115–116, 1965.
- [108] Lea F. M. : *The chemistry of cement and concrete*. 1970.
- [109] Nguyen V. H. : *Couplage dégradation chimique-comportement en compression du béton*. Thèse de doctorat, , Ecole des Ponts ParisTech, France, 2005.
- [110] Lobet A. : *Influence des paramètres de composition des matériaux cimentaires sur les propriétés de transfert*. Thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Toulouse, 2003.
- [111] Carde C. et François R. : Effect of the leaching of calcium hydroxide from cement paste on mechanical and physical properties. *Cement and Concrete Research*, 27(4):539–550, 1997.
- [112] Gjorv O. E., Monteiro P. J.M. et Mehta P. K. : Effect of condensed silica fume on the steel-concrete bond. *Materials Journal*, 87(6):573–580, 1990.
- [113] Buzzi O., Boulon M., Hervé M. et Su K. : Leaching of rock-concrete interfaces. *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 41(3):445–466, 2008.
- [114] Danèse S. : Etude du couplage fissuration dégradation chimique des bétons : fissure modèle sur pâte de ciment. *End-of-Studies Project, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Industries de Strasbourg*, 1997.

- [115] Torrenti J. M., Adenot F., Tognazzi C., Danese S. et Poyet S. : Application du modèle de dégradation du béton au cas des milieux fissurés et au couplage avec la mécanique. *In Material science and concrete properties. International meeting, Toulouse*, pages 189–196, 1998.
- [116] Le Bellégo C. : *Couplages chimie-mécanique dans les structures en béton attaquées par l'eau : étude expérimentale et analyse numérique*. Thèse de doctorat, École normale supérieure de Cachan, 2001.
- [117] Feldman R. F. : Significance of porosity measurements on blended cement performance. *ACI*, 79:415–434, 1983.
- [118] Thomas M. D. A., Shehata M. H., Shashiprakash S. G., Hopkins D. S. et Cail K. : Use of ternary cementitious systems containing silica fume and fly ash in concrete. *Cement and concrete research*, 29(8):1207–1214, 1999.
- [119] Hannawi K., Prince W. et Kamali S. : Effect of thermoplastic aggregates incorporation on physical, mechanical and transfer behaviour of cementitious materials. *Waste and Biomass Valorization*, 1(2):251–259, 2010.
- [120] Kamali S. : *Comportement et simulation des matériaux cimentaires en environnement agressifs : lixiviation et température*. Thèse de doctorat, Ecole normale supérieure, Cachan., 2003.
- [121] Powers T. C. et Brownyard T. L. : Studies of the physical properties of hardened portland cement paste. *ACI*, 22:101–132, 1946.
- [122] Delagrave A. : *Mechanisms of chloride ion penetration of normal and high performance cement based systems*. Thèse de doctorat, Université de Laval, Canada, 1996.
- [123] Richet C. : *Etude de la migration des radioéléments dans les liants hydrauliques. Influence du vieillissement des liants sur les mécanismes et la cinétique des transferts*. Thèse de doctorat, Université de Paris 11, Orsay, 1992.
- [124] Heukamp F. H. : *Chemomechanics of calcium leaching of cement-based materials at different scales : The role of CH-dissolution and CSH degradation on strength and durability performance of materials and structures*. Thèse de doctorat, Massachusetts Institute of Technology, 2003.
- [125] Matte V. et Moranville M. : Durability of reactive powder composites : influence of silica fume on the leaching properties of very low water/binder pastes. *Cement and Concrete Composites*, 21(1):1–9, 1999.
- [126] De Larrard F. : *Concrete mixture proportioning. A scientific approach*. E & FN SPON. London, 1991.
- [127] Saito M. et Kawamura M. : Resistance of the cement-aggregate interfacial zone to the propagation of cracks. *Cement and Concrete Research*, 16(5):653–661, 1986.
- [128] Mielniczuk B., Jebli M., Jamin F., El Youssoufi M. S., Pelissou C. et Monerie Y. : Characterization of behavior and cracking of a cement paste confined between spherical aggregate particles. *Cement and Concrete Research*, 79:235–242, 2016.
- [129] British Standards INSTITUTION : *Eurocode 2 : Design of Concrete Structures : Part 1-1 : General Rules and Rules for Buildings*. British Standards Institution, 2004.
- [130] Chanvillard G. : *Le matériau béton : connaissances générales*. Aléas, 1999.
- [131] Jebli M., Jamin F., Garcia-Diaz E., El Omari M. et El Youssoufi M. S. : Influence

- of leaching on the local mechanical properties of an aggregate-cement paste composite. *Cement and Concrete Composites*, 12(73):241–250, 2016.
- [132] Sutton M. A., Wolters W. J., Peters W. H., Ranson W. F. et McNeill S. R. : Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and vision computing*, 1(3):133–139, 1983.
- [133] Sutton M. A., Mingqi C., Peters W. H., Chao Y. J. et McNeill S. R. : Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis. *Image and Vision Computing*, 4(3):143–150, 1986.
- [134] Wattrisse B., Chrysochoos A., Muracciole J. M. et Némot-Gaillard M. : Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 41(1):29–39, 2001.
- [135] Chrysochoos A., Wattrisse B., Muracciole J. M. et El Kaïm Y. : Fields of stored energy associated with localized necking of steel. *Journal of Mechanics of Materials and Structures*, 4(2):245–262, 2009.
- [136] Odler I. et Rößler M. : Investigations on the relationship between porosity, structure and strength of hydrated portland cement pastes. ii. effect of pore structure and of degree of hydration. *Cement and Concrete Research*, 15(3):401–410, 1985.
- [137] Ramesh G., Sotelino E. D. et Chen W. F. : Effect of transition zone on elastic moduli of concrete materials. *Cement and Concrete Research*, 26(4):611–622, 1996.
- [138] Mohamed A. R. et Hansen W. : Micromechanical modeling of crack-aggregate interaction in concrete materials. *Cement and Concrete Composites*, 21(5):349–359, 1999.
- [139] Prokopski G. et Halbiniak J. : Interfacial transition zone in cementitious materials. *Cement and Concrete Research*, 30(4):579–583, 2000.
- [140] Malachanne E., Sassine R., Garcia-Diaz E. et Dubois F. : Numerical model for mechanical behavior of lightweight concrete and for the prediction of local stress concentration. *Construction and Building Materials*, 59:180–187, 2014.
- [141] Neubauer C. M., Jennings H. M. et Garboczi E. J. : A three-phase model of the elastic and shrinkage properties of mortar. *Advanced Cement Based Materials*, 4(1):6–20, 1996.
- [142] Lee K. M. et Park J. H. : A numerical model for elastic modulus of concrete considering interfacial transition zone. *Cement and Concrete Research*, 38(3):396–402, 2008.
- [143] Grondin F. et Matallah M. : How to consider the interfacial transition zones in the finite element modelling of concrete ? *Cement and Concrete Research*, 58:67–75, 2014.
- [144] Elices M., Guinea G. V., Gomez J. et Planas J. : The cohesive zone model : advantages, limitations and challenges. *Engineering fracture mechanics*, 69(2):137–163, 2002.
- [145] Moroni F. et Pirondi A. : Cohesive zone model simulation of fatigue debonding along interfaces. *Procedia Engineering*, 10:1829–1834, 2011.
- [146] Elices M., Planas J. et Guinea G. V. : Fracture mechanics applied to concrete. *European Structural Integrity Society*, 26:183–210, 2000.
- [147] Roesler J., Paulino G. H., Park K. et Gaedicke C. : Concrete fracture prediction using bilinear softening. *Cement and Concrete Composites*, 29(4):300–312, 2007.
- [148] De Borst R., Remmers J. J. C. et Needleman A. : Mesh-independent discrete numerical representations of cohesive-zone models. *Engineering fracture mechanics*, 73(2):160–177, 2006.

- [149] Raous M., Cangémi L. et Cocu M. : A consistent model coupling adhesion, friction, and unilateral contact. *Computer methods in applied mechanics and engineering*, 177(3): 383–399, 1999.
- [150] Talon C. et Curnier A. : A model of adhesion coupled to contact and friction. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 22(4):545–565, 2003.
- [151] Bretelle A. S., Cocou M. et Monerie Y. : Unilateral contact with adhesion and friction between two hyperelastic bodies. *International journal of engineering science*, 39(18): 2015–2032, 2001.
- [152] Halphen B. et Quoc Son N. : Plastic and visco-plastic materials with generalized potential. *Mechanics Research Communications*, 1(1):43–47, 1974.
- [153] Frémond M. : Equilibre des structures qui adhèrent à leur support. *CR Acad. Sci. Paris*, 295(Série II):913–916, 1982.
- [154] Dubois F., Jean M., Renouf M., Mozul R., Martin A. et Bagnéris M. : Lmgc90. In *10e colloque national en calcul des structures*, Giens, 2011.
- [155] Mason P. J. : The effects of aggressive water on dam concrete. *Construction and Building Materials*, 4(3):115–118, 1990.
- [156] Heukamp F. H., Ulm F. J. et Germaine J. T. : Mechanical properties of calcium-leached cement pastes : triaxial stress states and the influence of the pore pressures. *Cement and Concrete Research*, 31(5):767–774, 2001.

