



HAL
open science

Apport de l'expérimentation multi-physique et multi-échelle à l'étude de certaines pathologies d'ouvrages en géomatériaux

Frédéric Jamin

► **To cite this version:**

Frédéric Jamin. Apport de l'expérimentation multi-physique et multi-échelle à l'étude de certaines pathologies d'ouvrages en géomatériaux. Géotechnique. Université de Montpellier, 2020. tel-02934621

HAL Id: tel-02934621

<https://hal.science/tel-02934621>

Submitted on 9 Sep 2020

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.



UNIVERSITE de MONTPELLIER

Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches

**Apport de l'expérimentation multi-physique et multi-échelle
à l'étude de certaines pathologies
d'ouvrages en géomatériaux**

Présenté par :

Frédéric JAMIN

Soutenu le 1^{er} juillet 2020 devant le jury composé de :

M. Yann MONERIE	Professeur de l'Université de Montpellier Laboratoire de Mécanique et Génie Civil	Président
M. Tomasz HUECKEL	Professor à Duke University Department of Mechanical Engineering and Materials Science	Rapporteur
M. Ahmed LOUKILI	Professeur à l'École Centrale de Nantes Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique	Rapporteur
M. Saïd TAÏBI	Professeur à l'Université de Le Havre Laboratoire Ondes et Milieux Complexes	Rapporteur
M. Alain SELLIER	Professeur à l'Institut National des Sciences Appliquées Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions	Examineur
M. François NICOT	Directeur de Recherches Institut National de Recherche pour l'Agriculture, l'Alimentation et l'Environnement	Examineur
M. Éric GARCIA DIAZ	Professeur de l'Institut des Mines Télécom d'Alès Matériaux et Structures du Génie Civil	Examineur
M. Moulay Saïd EL YOUSOUFI	Professeur de l'Université de Montpellier Laboratoire de Mécanique et Génie Civil	Examineur

AVANT-PROPOS

Après cinq années d'expérience en qualité d'ingénieur en contrôle technique des constructions dans le secteur privé suite à mon doctorat, il a fallu convaincre ardemment de ma détermination et de ma volonté d'exercer la fonction d'enseignant-chercheur. Si mes compétences n'étaient pas remises en cause sur le profil enseignement, des doutes sur mes capacités à reprendre des activités de recherche étaient manifestes. J'espère qu'aujourd'hui, par la remise du présent mémoire, les membres du comité de sélection pour le poste 60MCF0290 de l'Université de Montpellier présidé par René Motro n'auront pas de regret pour ce recrutement. Qu'ils trouvent ici toute ma reconnaissance et ma gratitude pour m'avoir donné l'opportunité d'exercer la fonction d'enseignant-chercheur au sein du département de Génie Civil de l'IUT de Nîmes et du Laboratoire de Mécanique et Génie Civil de l'Université de Montpellier.

La rédaction d'une Habilitation à Diriger des Recherches est un exercice intéressant, surtout lorsque l'objectif est de faire un bilan synthétique exhaustif de nos activités de recherche. A mon sens, le plus délicat dans ce travail reste de dégager un fil conducteur sur l'ensemble des travaux de recherche menés sur plusieurs années. Pour ma part, basée sur la volonté et le désir de me remettre en question scientifiquement d'un point de vue professionnel mais aussi personnel, cette étape dans la carrière d'un enseignant-chercheur permet d'enrichir notre réflexion en mettant parfois en doute ce que l'on a pu penser au moment de la rédaction de nos propres publications scientifiques. C'est pourquoi les lecteurs de ce mémoire risquent d'être surpris de ne pas retrouver avec exactitude les mêmes figures que dans les articles publiés notamment en termes de modélisation des résultats. J'ai profité de l'écriture de ce mémoire pour reprendre chaque résultat expérimental en remplaçant les interprétations scientifiques dans le contexte des avancées récentes.

Si le mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches a pour objet de décrire son parcours scientifique et de dégager des perspectives par une réflexion très personnelle de ce qu'il reste à poursuivre dans un avenir plus ou moins proche, les activités de recherche présentées dans ce mémoire ne sont pas le fruit du travail d'une seule personne mais elles résultent d'un travail collectif interne et externe au laboratoire où chacun amène ses propres compétences. Loin d'avoir des connaissances universelles sur l'ensemble des domaines que j'ai pu aborder, il me semble important de remercier les différents collègues avec qui j'ai eu l'occasion de travailler dans le passé et avec qui je travaille actuellement.

Tout d'abord, mes remerciements vont aux étudiants de Master, de thèse de Doctorat et de post-doctorat qui sont en première ligne pour réaliser le travail scientifique dans le cadre de leurs formations. J'ai eu le plaisir de pouvoir les conseiller et les orienter dans leurs recherches en leur soumettant mes convictions ou mes incertitudes sur les choix qu'ils souhaitaient prendre. Parmi eux, je remercie Mouad Jebli, Fatima El Korchi, Boleslaw Mielniczuk, Youssef El Bitouri, Ali Ouguemat, Abdelkhalek Bouziane, Andréï Girboveanu, Nesrine Salah, Joffrey Lhonneur, Mohamed Benjelloun et Tala Tlaji.

Ensuite, je souhaite remercier l'ensemble des collègues du Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (chercheurs et enseignants-chercheurs) et du département Génie Civil de l'IUT de Nîmes (enseignants-chercheurs, PRAG, ATER et vacataires) ainsi que des personnels techniques et administratifs de ces deux structures pour les nombreux échanges professionnels et personnels. Ces remerciements vont plus particulièrement à l'équipe SIGECO et notamment Moulay Saïd El Youssoufi qui n'a jamais douté de mes compétences, Bernard Maurin et Jean-François Dubé qui occupent de hautes responsabilités mais sont toujours disponibles pour échanger ainsi que Julien Averseng et Jérôme Quirant qui m'ont initié à leurs recherches sur les structures de tenségrité pliables.

Puis, je tiens aussi à remercier les chercheurs de l'Institut des Mines Télécom d'Alès et de l'Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire de Cadarache et de Fontenay aux Roses qui m'ont permis de m'ouvrir sur la thématique du vieillissement et de la durabilité des bétons. Au cours de mes études universitaires en Génie Civil, j'ai toujours appréhendé le matériau béton à reculons du fait de la complexité des phénomènes physico-chimiques à maîtriser, ce qui m'avait d'ailleurs incité à refuser un sujet de thèse de doctorat après l'obtention de mon DEA au Laboratoire de Génie Civil de Nantes / Saint-Nazaire (GeM – Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique). Grâce à nos collaborations, j'ai énormément appris à leur côté sur les problématiques liées aux bétons où chacun a apporté ses compétences dans le cadre de nos collaborations.

Enfin, je remercie surtout mon épouse Naïma ainsi que mes deux enfants Mathilde et Naël qui me soutiennent au quotidien et qui m'ont permis de réaliser ce mémoire en toute sérénité. En effet, il n'est pas évident de concilier vie de famille et vie professionnelle en contentant les deux en même temps surtout quand la vie professionnelle comporte une activité d'enseignement délocalisée de l'activité de recherche. La demande et l'obtention d'un congé de recherche ou de conversion thématique d'un semestre a été déterminante dans la finalisation de la rédaction, et bénéfique pour mener à bien ce projet. Je remercie Stéphane Pagano, directeur du LMGC, et Jean-François Dubé, directeur de l'IUT de Nîmes, pour avoir soutenu ma demande.

J'aimerais honorer la mémoire de deux personnes qui m'ont été d'une grande inspiration et qui m'ont aidé dans la réalisation de projets qui me tenaient à cœur au cours de ma carrière à savoir :

- Jean-Claude Bénet qui nous a quittés subitement le 30 juillet 2019, avec qui j'ai eu des discussions parfois passionnées, mais tellement enrichissantes, sur la thermodynamique des milieux poreux,
- Claude Campagne qui nous a quittés le 1^{er} octobre 2016 avec lequel j'ai pu concrétiser notre plateforme technique le Bâtim'Handicap au sein du département Génie Civil de l'IUT de Nîmes.

J'aimerais dédier ce mémoire à ma petite sœur Estelle qui a choisi malheureusement le 2 mai 2019 à l'âge de 31 ans de s'envoler vers d'autres cieux en laissant ses deux enfants orphelins (Léon 5 ans et Juline 3 ans).

Le présent mémoire est organisé en deux parties selon les modalités demandées pour déposer le dossier d'Habilitation à Diriger des Recherches.

La première partie est consacrée à une présentation de mes activités de recherche intitulée « Apport de l'expérimentation multi-physique et multi-échelle à l'étude de certaines pathologies d'ouvrages en géomatériaux ». Il s'agit d'une présentation de deux thématiques de recherche auxquels j'ai pu participer où une sélection de quatre articles est proposée en annexe, en fin de mémoire, permettant d'éclaircir certains points abordés.

La seconde partie a un caractère plutôt administratif et correspond à la notice individuelle présentant de façon synthétique les différents volets de mes activités professionnelles aussi bien de recherche que d'enseignement. Si quelques interrogations subsistent au cours de la lecture du mémoire sur mes activités de recherche, il est possible d'obtenir plus de détails en consultant les différents travaux associés aux deux axes de recherche (articles, actes de congrès...) en cliquant sur les liens actifs en-dessous de chaque publication.

SOMMAIRE

RAPPORT SCIENTIFIQUE.....	3
INTRODUCTION GENERALE	5
1. INSTABILITES DES SOLS SOUS SOLlicitATIONS MULTI-PHYSIQUES.....	7
1.1. CADRE GENERAL	8
1.1.1. PHENOMENES OBSERVABLES	8
1.1.2. PHENOMENES ETUDIES.....	10
1.1.3. MATERIAUX D'ETUDES.....	11
1.2. GONFLEMENT ET EFFONDREMENT SOUS IMBIBITION D'EAU	13
1.2.1. CAS DU COMPACTAGE A FAIBLE TENEUR EN EAU DES SOLS FINS.....	13
1.2.2. EFFET DES PONTS CAPILLAIRES DANS LES SOLS GRANULAIRES	18
1.2.3. EFFONDREMENT D'ORIGINE CAPILLAIRE DES SOLS	24
1.3. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA CONSOLIDATION MECANIQUE.....	26
1.3.1. RESULTATS EN CONDITIONS PROCHES DE LA SATURATION.....	30
1.3.2. RESULTATS EN PRESENCE DE PONTS CAPILLAIRES.....	31
1.3.3. INFLUENCE DE LA SUCCION ET DE LA TEMPERATURE SUR LES PONTS CAPILLAIRES.....	33
1.4. TRANSPORT D'EAU DE L'ETAT SATURE A L'ETAT QUASIMENT SEC.....	36
1.4.1. MODELE GENERAL DE TRANSPORT D'EAU	37
1.4.2. APPLICATION POUR UN SOL GRANULAIRE	40
1.4.3. LIEN ENTRE L'ETAT HYDRIQUE ET LE TRANSPORT D'EAU	43
1.5. ROLE DES PONTS LIQUIDES ENTRE GRAINS	45
1.5.1. CAS DE L'IMBIBITION	47
1.5.2. CAS DE L'EVAPORATION.....	48
1.5.3. TRANSITION ECHELLE LOCALE / ECHELLE MACROSCOPIQUE	49
1.6. CONCLUSION.....	51
2. VIEILLISSEMENT ET DEGRADATIONS DES MATERIAUX CIMENTAIRES	53
2.1. CADRE GENERAL	55
2.1.1. INTERFACE PATE DE CIMENT / GRANULAT	56
2.1.2. DEGRADATIONS DES BETONS	57
2.1.3. MATERIAUX D'ETUDES.....	60
2.2. PROTOCOLES EXPERIMENTAUX DEVELOPPES A L'ECHELLE LOCALE.....	62
2.2.1. PREPARATION DES ECHANTILLONS	62
2.2.2. DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX ET EQUIPEMENTS SPECIFIQUES	64
2.2.3. METHODES D'ACCELERATION ET DE CARACTERISATION DES DEGRADATIONS	67
2.3. EFFET DE L'HYDRATATION.....	73
2.3.1. COMPOSITES A GRANULATS SPHERIQUES	73
2.3.2. COMPOSITES A GRANULATS PARALLELEPIPEDIQUES.....	77
2.3.3. BILAN SUR L'ECHELLE LOCALE.....	81
2.4. ÉTUDE DE QUELQUES CAS DE DEGRADATIONS.....	82
2.4.1. DEGRADATION D'ORIGINE THERMIQUE.....	82
2.4.2. DEGRADATION PAR LIXIVIATION.....	84
2.4.3. DEGRADATION PAR REACTION SULFATIQUE INTERNE.....	87
2.5. CONCLUSION.....	90
3. CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	91
3.1. RESULTATS EXPERIMENTAUX VERSUS MODELISATION NUMERIQUE	93
3.1.1. CAPILLARITE ENTRE GRAINS.....	93
3.1.2. CIMENTATION A L'INTERFACE PATE / GRANULAT.....	93

3.2.	INVESTIGATIONS MULTI-ECHELLES	96
3.2.1.	FORCE CAPILLAIRE ENTRE GRAINS	96
3.2.2.	FORCES D'ADHESION ET DE COHESION ENTRE UNE PATE DE CIMENT ET UN GRANULAT	96
3.3.	AUTRES PROJETS PONCTUELS.....	99
3.4.	DEFIS A RELEVER.....	100
BIBLIOGRAPHIE		101
NOTICE INDIVIDUELLE		113
1.	CURRICULUM VITAE	115
2.	ACTIVITES DE RECHERCHE	117
2.1.	THEMATIQUES DE RECHERCHE.....	117
2.2.	COLLABORATIONS SCIENTIFIQUES.....	118
2.3.	RESPONSABILITES ADMINISTRATIVES ET COLLECTIVES	119
2.3.1.	CONTRATS DE RECHERCHE SCIENTIFIQUE.....	119
2.3.2.	LABORATOIRE	119
2.3.3.	MEMBRE DE COMITES D'ORGANISATION	119
2.3.4.	EXPERTISES	119
2.4.	PUBLICATIONS SCIENTIFIQUES.....	120
2.4.1.	ARTICLES DANS DES REVUES INTERNATIONALES À COMITE DE LECTURE	120
2.4.2.	ARTICLES DANS DES REVUES NATIONALES A COMITE DE LECTURE	121
2.4.3.	OUVRAGES – CHAPITRE D'OUVRAGES.....	121
2.4.4.	BREVETS D'INVENTION.....	121
2.4.5.	CONGRES INTERNATIONAUX AVEC ACTES.....	121
2.4.6.	CONGRES NATIONAUX AVEC ACTES.....	122
2.4.7.	COLLOQUES, SYMPOSIUMS ET SEMINAIRES SANS ACTE.....	123
2.4.8.	MEMOIRES.....	124
2.5.	ENCADREMENTS SCIENTIFIQUES.....	125
2.5.1.	POST-DOCTORATS.....	125
2.5.2.	THESES DE DOCTORAT.....	126
2.5.3.	STADE DE MASTER 2 RECHERCHE.....	128
3.	ACTIVITES D'ENSEIGNEMENT ET DE FORMATION.....	130
3.1.	INTERVENTIONS PEDAGOGIQUES	130
3.2.	RESPONSABILITES PEDAGOGIQUES ET PARA-PEDAGOGIQUES.....	131
3.2.1.	PROJETS ACCESSIBILITE DU CADRE BATI.....	131
3.2.2.	LABORATOIRES D'ACOUSTIQUE ET DE GEOTECHNIQUE	132
3.2.3.	STAGES DE DUT GENIE CIVIL.....	132
3.3.	SYNERGIE RECHERCHE / ENSEIGNEMENT	133
4.	SELECTION D'ARTICLES	135
4.1.	CHARACTERIZATION OF BEHAVIOR AND CRACKING OF A CEMENT PASTE CONFINED BETWEEN SPHERICAL AGGREGATE PARTICLES.....	135
4.2.	COLLAPSE PHENOMENA DURING WETTING IN GRANULAR MEDIA.....	143
4.3.	TENSILE AND SHEAR STRENGTH OF THE CEMENT PASTE-AGGREGATE INTERFACE SUBJECTED TO HIGH TEMPERATURE	159
4.4.	LEACHING EFFECT ON MECHANICAL PROPERTIES OF CEMENT-AGGREGATE INTERFACE.....	169

PREMIERE PARTIE

*** * * * ***

RAPPORT SCIENTIFIQUE

Introduction générale

Les travaux de recherche présentés dans ce rapport scientifique ont été réalisés au sein de l'équipe « Structures Innovantes, Géomatériaux, ÉcoCONstruction » du Laboratoire de Mécanique et Génie Civil de l'Université de Montpellier. Ils s'inscrivent dans l'axe de recherche « Géomatériaux » portant sur l'étude expérimentale du comportement thermo-chimio-hydro-mécanique des géomatériaux.

L'expérimentation sur les géomatériaux est une nécessité si l'on souhaite observer les pathologies des ouvrages afin de comprendre les mécanismes, souvent multi-physiques, régissant leurs apparitions. Ce volet scientifique requiert, pour celui qui s'y attèle, des qualités telles que la rigueur, la patience et la persévérance, mais également l'inventivité afin de concevoir, de réaliser et de mettre au point des dispositifs expérimentaux de précision à différentes échelles d'observation. Si dans certains cas, des dispositifs expérimentaux « traditionnels » peuvent suffire aux investigations souhaitées, le développement de nouveaux outils expérimentaux, souvent spécifiques, est en permanence associé à la mission de l'expérimentateur pour explorer de nouveaux horizons et se projeter vers de nouvelles perspectives dans la compréhension et la caractérisation expérimentale des phénomènes.

Les géomatériaux étudiés dans le cadre de ces recherches sont les sols et les matériaux cimentaires qui sont des matériaux granulaires multiphasiques formés de grains solides, dont la taille, la forme et la nature sont variées, et comprenant un espace poral rempli de fluides aux propriétés physico-chimiques diverses. Ces milieux multiphasiques subissent le plus souvent des sollicitations extérieures multiples (mécaniques, hydrauliques ou hydriques, thermiques, chimiques, etc.) avec des couplages plus ou moins forts entraînant inéluctablement des déformations liées à des réarrangements de grains solides ou à leurs déformations. Un des défis pour l'expérimentateur est d'être en mesure d'observer chaque phénomène et de comprendre son action au sein des géomatériaux afin de prédire le comportement des ouvrages notamment lorsqu'il devient critique vis-à-vis de la stabilité, et donc de la sécurité.

Dans le cas des sols, les instabilités sont souvent liées aux variations de teneur en eau qui modifient les contraintes internes pouvant engendrer des mécanismes de retrait ou de gonflement, de tassement voire, dans les cas extrêmes, d'effondrement. Les phénomènes de retrait ou de gonflement, observables lors du séchage ou de l'imbibition d'eau, sont liés à la nature argileuse des sols dont le comportement dépend de l'état initial (densité sèche et teneur en eau initiales) ainsi que des contraintes mécaniques extérieures appliquées aux sols. Le phénomène de tassement est imputable aux variations de contraintes mécaniques dans les sols qui engendrent des réarrangements granulaires plus ou moins importants précédant le mouvement de l'eau au sein de l'espace poral. Le phénomène d'effondrement peut survenir avec ou sans application de contraintes mécaniques extérieures dès lors que les sols présentent une perte généralisée de cohésion locale entre les particules solides qui assurait la stabilité de l'ensemble. Ces phénomènes peuvent être plus ou moins amplifiés si les conditions thermiques varient également.

Dans le cas des matériaux cimentaires, le vieillissement peut s'accompagner d'une dégradation qui dépend fortement des conditions extérieures, mais également de la composition chimique des granulats et de la pâte de ciment. Si au cours de l'hydratation, on observe une amélioration des propriétés mécaniques, les ouvrages en service subissent des actions externes ou internes en fonction de leurs conditions d'utilisation ou de réalisation pouvant occasionner ou favoriser des dégradations irréversibles. Ces actions peuvent être d'origine thermique ou chimique entraînant la dissolution des composés du ciment ou l'expansion des hydrates modifiant les contraintes internes. Parmi les origines des dégradations, on peut citer les fortes températures, la lixiviation ou la réaction sulfatique interne. L'élévation de température induit des déséquilibres hydriques responsables de l'augmentation de pression de fluides dans les pores mais génère aussi des déséquilibres mécaniques liés aux dilatations différentielles entre les granulats et la pâte de ciment provoquant une fissuration au niveau des interfaces pâte de ciment / granulat. La lixiviation engendre un lessivage des hydrates de la pâte de ciment qui se traduit par une perte des propriétés mécaniques du ciment mais aussi et surtout des interfaces pâte de ciment / granulat. La réaction sulfatique interne correspond à la formation différée d'ettringite qui, par son expansion dans les pores, modifie les contraintes internes et notamment au niveau des interfaces pâte de ciment / granulat où la porosité est le plus souvent élevée.

Dans ce contexte, mes travaux de recherche visent une contribution à la caractérisation des propriétés et du comportement mécaniques des géomatériaux en apportant mes compétences pour le développement et l'utilisation de techniques expérimentales permettant de mettre en exergue les différents mécanismes entraînant certaines pathologies des ouvrages. Une des originalités de la méthodologie expérimentale générale est d'associer des mesures locales à l'échelle des grains et des interfaces, à des mesures macroscopiques à l'échelle d'un volume élémentaire représentatif, en passant par des mesures mésoscopiques à l'échelle de quelques grains. L'échelle locale s'intéresse aux interactions entre un ou plusieurs grains reliés par des ponts liquides ou solides, à leur caractérisation et à leur modélisation expérimentale. L'échelle mésoscopique permet de vérifier la pertinence des outils numériques développés en interne au LMGC, pour assurer la transition d'échelles, sur une situation expérimentale bien maîtrisée en termes de formulation et de microstructure. Les mesures à l'échelle macroscopique permettent de valider les outils de prédiction développés sur un volume suffisamment important pour que son comportement soit représentatif d'un comportement global équivalent.

Le présent mémoire est structuré en deux parties traitant respectivement des sols et des matériaux cimentaires. Chacune de ces parties peut être abordée indépendamment de l'autre, dans la mesure où une introduction et un premier chapitre présentant le cadre général, sont placés au début de chaque partie. La première partie développe les études expérimentales effectuées dans le cas des sols où l'on aborde les problématiques liées à l'effondrement sous imbibition d'eau, à la consolidation mécanique sous l'influence de la température et du transport d'eau, et ce sur toute la plage de teneurs en eau de l'état saturé à l'état quasiment sec. Afin de comprendre la genèse locale des résultats présentés, une étude expérimentale sur le rôle des ponts liquides entre grains est proposée. La seconde partie présente les études expérimentales dans le cas des matériaux cimentaires en s'attachant plus particulièrement aux évolutions des propriétés de l'interface pâte de ciment / granulat à l'échelle locale au cours de l'hydratation et pour des processus de dégradations sous l'action de fortes températures, de lixiviation et de réaction sulfatique interne. Une conclusion dresse un état d'avancement sur les problématiques scientifiques abordées au cours de mon parcours de recherche. Les compétences développées et l'enrichissement de ma réflexion personnelle permettent enfin de proposer de nouvelles perspectives sur la caractérisation expérimentale des propriétés et du comportement mécaniques des géomatériaux avec prise en compte de pathologies diverses.

1. Instabilités des sols sous sollicitations multi-physiques

La maîtrise des couplages thermo-hydro-mécaniques est essentielle dans le développement de nombreuses applications liées à la géotechnique, à la géomécanique, aux sciences des sols et au génie environnemental. Par exemple, les problèmes liés à la stabilité des berges fluviales lors de crues ou décrues, aux phénomènes de retrait/gonflement, souvent liés à la pluviométrie, des sols argileux supports de fondations de bâtiments ou utilisés comme remblais d'infrastructures de transport, au stockage et de récupération de chaleur destinés à la climatisation ou au chauffage de locaux ou bien encore au stockage de déchets nucléaires en formation géologique profonde. L'objectif principal à terme est la maîtrise de l'influence couplée de la succion et de la température sur le comportement mécanique des sols en conditions saturées ou non saturées.

Tout d'abord, le cadre général de mes recherches effectuées dans la thématique des couplages thermo-hydro-mécaniques dans les sols est présenté. Ces recherches ont été menées en considérant le sol comme un milieu hétérogène pouvant être défini, à l'échelle de la modélisation, comme la superposition de milieux continus distincts en équilibre localement et en interaction mutuelle globalement au sein d'un Volume Élémentaire Représentatif. Dans cette description dite « macroscopique », chaque phénomène pouvant agir au sein du VER y est décrit à savoir déformation du squelette, filtration des phases liquide et gazeuse, diffusion des constituants air et vapeur d'eau, changement de phases et conduction de chaleur. La complexité dans l'étude du comportement thermo-hydro-mécanique des sols réside dans la coexistence des phénomènes au sein du milieu ce qui implique de devoir, dans la mesure du possible, isoler les actions couplées. Dans ce manuscrit, trois couplages sont abordés à savoir les couplages hydro-mécanique (à température ambiante), thermo-mécanique (à succion constante) et thermo-hydrique (à contraintes mécaniques extérieures constantes). Une analyse bibliographique succincte est donnée afin de formaliser le cadre sur la recherche fondamentale de chaque couplage. Le travail expérimental nécessite également de choisir en amont des matériaux de référence afin d'analyser et de prédire leurs comportements thermo-hydro-mécaniques.

Ensuite, le couplage hydro-mécanique est abordé à travers une étude expérimentale sur l'optimisation de la réutilisation de sols de site en remblais d'infrastructures de transports en prenant en compte également l'effet du compactage à faible teneur en eau. L'objectif est de pouvoir définir une zone de stabilité vis-à-vis du phénomène de retrait/gonflement d'un sol fin sensible aux variations hydriques selon l'état de compactage initial et l'état de chargement mécanique. Par la suite, on s'attachera plus particulièrement à l'effet de la remontée capillaire sur le phénomène d'effondrement sur des milieux granulaires. Cette étude portera sur les influences de la compacité initiale et de la granulométrie.

Puis, le couplage thermo-mécanique est abordé à partir d'une étude de la rhéologie dans les sols non saturés à différentes températures pour l'application de stockage et de récupération de chaleur dans les sols. L'objectif est de caractériser le comportement mécanique sous l'influence de la température en conditions saturées et non saturées en portant une attention particulière sur le domaine élastique, délimité par une frontière communément appelée surface de charge, qui est une zone privilégiée pour le calcul des ouvrages en géotechnique afin de limiter les tassements sous charge mécanique externe.

Après, le couplage thermo-hydrique est abordé à travers une étude sur la désaturation des sols en fonction de la température pour la compréhension des phénomènes responsables du transport d'eau dans les sols non saturés. L'objectif est d'apporter un éclairage nouveau sur les limites entre les différents domaines hydriques qui sont régis par des mécanismes différents de transport d'eau.

Enfin, à partir d'essais originaux à l'échelle du ménisque capillaire, on tentera d'expliquer les résultats observés pour ces différents couplages à travers une étude expérimentale sur l'évolution de la force capillaire entre des grains solides au cours d'une imbibition (remontée capillaire) et de l'évaporation (séchage) d'eau. L'objectif est de permettre une meilleure compréhension des liens entre les phénomènes observables au niveau des ponts capillaires et les phénomènes observés à l'échelle macroscopique.

1.1. Cadre général

Les sols non saturés sont des milieux triphasiques constitués d'une phase solide, d'une phase liquide et d'une phase gazeuse. Ces phases peuvent être, elles-mêmes, considérées comme constituées d'un ou de plusieurs composants chimiques différents souvent désignés par le terme « constituant ». Ici, le sol est considéré comme la superposition de quatre milieux continus en interaction : une phase solide constituée de grains formant le squelette, une phase liquide (eau) occupant partiellement l'espace poral et une phase gazeuse composée d'un mélange d'air et de vapeur d'eau.

Pour les sols non saturés, il est possible de distinguer trois états hydriques distincts (Figure 1.1) :

- le régime funiculaire où la phase liquide est continue et la phase gazeuse discontinue. Dans ce domaine, la phase liquide peut s'écouler librement au sein de l'espace poral (eau libre). Dans un sol proche de l'état saturé, la phase gazeuse est présente sous forme de bulles d'air occluses,
- le régime pendulaire correspond à un état difficilement identifiable en termes de phases (liquide ou gazeuse) continues ou discontinues. Il est généralement admis que la phase liquide se trouve sous forme de ponts liquides entre les grains solides (eau capillaire). Dans ce domaine, les mouvements de la phase liquide sont fortement réduits au sein de l'espace poral. La pression de vapeur est très proche voire égale à la pression de vapeur saturante,
- le régime hygroscopique où la phase liquide est discontinue et la phase gazeuse continue. Dans ce domaine, la phase liquide est totalement adsorbée à la surface des grains solides et la pression de vapeur est inférieure à la pression de vapeur saturante.

A partir de cette description des sols non saturés, il est possible de faire un bilan des phénomènes observables pouvant agir au sein de ce milieu poreux.

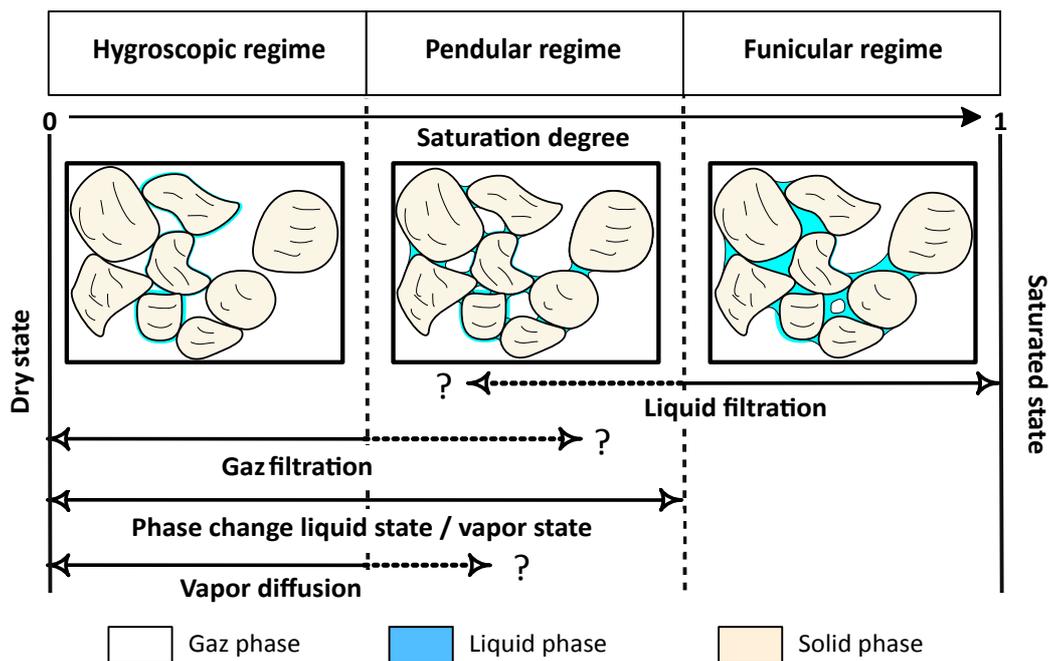


Figure 1.1 – Illustration des états hydriques et des phénomènes observables dans un sol.

1.1.1. Phénomènes observables

Dans ce cadre, on s'intéresse aux cinq phénomènes ci-dessous pouvant agir au sein du Volume Élémentaire Représentatif :

- déformation du squelette,
- filtration des phases liquide et gazeuse à travers le squelette solide,
- diffusion de constituants air et vapeur d'eau au sein de la phase gazeuse,
- changement de phase liquide-vapeur,
- conduction de chaleur.

Une modélisation théorique, prenant en compte ces différents phénomènes, a été réalisée dans le cadre de mes travaux de thèse de doctorat (2003). Cette modélisation a été établie à partir de l'approche phénoménologique macroscopique qui consiste à appliquer les principes de la Thermodynamique des Processus Irréversibles (TPI) et de la Mécanique des Milieux Continus (MMC) afin d'obtenir les relations qui régissent les phénomènes observables. À partir du second principe de la thermodynamique (Guggenheim (1965), Germain (1974 et 1986) et Coussy (1989 et 1991)), l'écriture du bilan d'entropie fait apparaître un terme dissipatif lié au comportement thermo-hydro-mécanique et permet d'obtenir également les lois phénoménologiques de transport (Onsager (1931a et 1931b) et Lebon & Mathieu (1981)) : loi de Fourier (conduction de chaleur), loi de Darcy généralisée (filtration de phases), loi de Fick (diffusion de constituants dans la phase) et loi de changement de phase (Bénet & Jouanna (1982)).

Toute la difficulté de l'expérimentateur, désirant valider des lois de comportement ou identifier les différents coefficients phénoménologiques, est d'imaginer, concevoir, réaliser et mettre au point des dispositifs expérimentaux au laboratoire et de définir des protocoles expérimentaux à des échelles d'étude pertinentes (Figure 1.2) permettant de mesurer les paramètres matériaux de manière directe voire indirecte. Dans cet objectif, on admet des hypothèses en fonction du cadre d'étude. Ces hypothèses permettent par les simplifications qu'elles suggèrent de rendre certaines mesures possibles. Par exemple, pour s'affranchir des phénomènes liés :

- à la conduction de chaleur entre phases, il faudra s'assurer que la température est uniforme (absence de gradient de température) au sein de l'échantillon,
- à la filtration de la phase gazeuse, il conviendra de réguler une humidité relative constante au cours de l'essai,
- au changement de phase liquide-vapeur, il s'agira d'imposer une pression de la phase gazeuse égale à la pression de vapeur saturante du liquide.

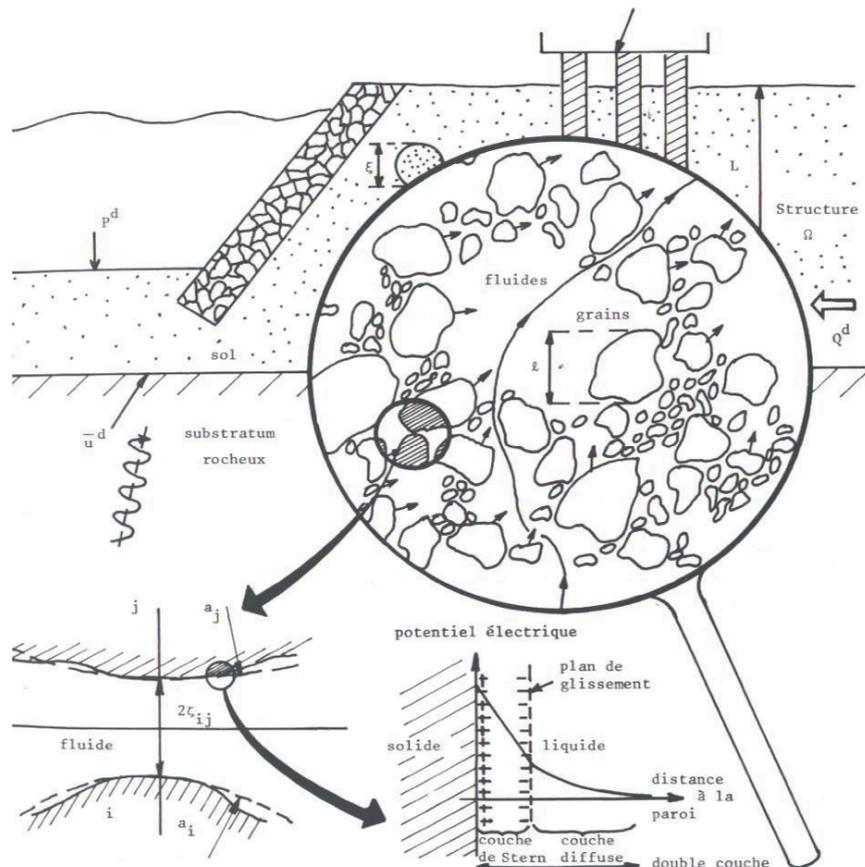


Figure 1.2 – Schématisation des phénomènes à différentes échelles (Gilbert (1987)).

Néanmoins, malgré toutes les précautions expérimentales prises en amont, certains couplages sont difficiles, voire impossibles, à éviter. Par exemple, pour le couplage hydro-mécanique dans le cadre de l'étude de la filtration de la phase liquide en conditions non saturées au sein d'un milieu poreux, l'augmentation de succion engendre des contraintes internes qui génèrent des déformations plus ou moins importantes selon la nature du sol.

1.1.2. Phénomènes étudiés

La variation de la teneur en eau dans un sol, avec ou sans contrainte mécanique extérieure, peut entraîner des déformations (de retrait ou de gonflement), des fissurations et des modifications importantes des propriétés de transport. Un des points importants consiste à étudier la correspondance entre les limites des domaines hydriques et le comportement mécanique.

Le premier phénomène étudié est le gonflement et l'effondrement des sols sous imbibition d'eau. Une des principales causes de désordres au cours de la vie des ouvrages en terre est liée aux variations de l'état hydrique du sol. Ces variations hydriques sont encore plus néfastes lorsque les ouvrages sont construits avec des matériaux sensibles à l'eau. Les variations importantes de l'état hydrique (inondations par exemple) constituent une sollicitation extrême des ouvrages. Une question majeure porte sur le comportement de tels ouvrages face à la multiplicité de ces sollicitations environnementales. Cette question soulève la problématique scientifique de couplage hydro-mécanique dans les sols, et l'importance du chemin de chargement dans ce cadre.

Le deuxième phénomène étudié est la consolidation mécanique des sols sous sollicitations thermo-hydriques. Le secteur du bâtiment est le plus gros consommateur d'énergie en France (46% de la consommation énergétique nationale) et il reste un important contributeur d'émissions de gaz à effet de serre (25% de CO₂). Dans un contexte d'écoconstruction, l'amélioration de la performance énergétique des bâtiments est une priorité. Une des techniques en plein essor pour répondre à cette problématique est la mise en place d'échangeurs thermiques noyés dans les fondations afin de permettre le stockage et la récupération de chaleur dans les sols à faible profondeur. Par conséquent, il est primordial de connaître en amont l'influence de la température sur les contraintes admissibles par les sols en conditions saturées et non saturées.

Le troisième phénomène étudié est le transport d'eau dans les sols non saturés. Les sols peuvent être pollués par des infiltrations continues (fuites de canalisations, stockages de déchets enterrés ou à ciel ouvert, etc.), cycliques (épandages agricoles, retombées d'émissions atmosphériques, etc.) ou accidentels (catastrophe nucléaire de Tchernobyl ou de Fukushima, explosion de l'usine AZF à Toulouse ou incendie de la société Lubrizol à Rouen). La géomécanique environnementale a renforcé la nécessité de clarifier les modèles empiriques, pratiqués par des ingénieurs en géotechnique pendant de nombreuses décennies, notamment dans des projets de construction sur, avec ou dans des sols, dans un formalisme clair et largement partagé. La clarification en question suppose une bonne compréhension des phénomènes de transport de l'eau dans les sols, de l'état saturé à l'état presque sec, ainsi que de leurs actions sur la mécanique de ces milieux. Par exemple, dans le cas des sols fins, les mouvements de l'eau et la répartition de la pression ont une influence déterminante sur l'évolution des contraintes internes, responsables du retrait ou du gonflement. L'étude du comportement mécanique lors de la désaturation, nécessite une bonne connaissance de son évolution hydrique. Il est donc important de pouvoir déterminer facilement les limites hydriques délimitant les différents modes de transport de l'eau (filtration en phase liquide ou gazeuse et diffusion de la vapeur d'eau dans la phase gazeuse) et de savoir si ces limites correspondent à des mécanismes de retrait/gonflement particuliers.

1.1.3. Matériaux d'études

Deux sols naturels utilisés pour l'étude des trois différents types de couplages :

- une argile marneuse provenant de la région de Tizi-Ouzou (Algérie) de classe A_{3ts} afin de caractériser son potentiel de réutilisation comme matériau de remblai compacté à faible teneur en eau,
- un sable limoneux argileux provenant de Saint-Gély-du-Fesc (France) en vue d'étudier son potentiel de stockage et de restitution de chaleur.

L'argile marneuse a fait l'objet d'une étude de caractérisation géotechnique effectuée par le laboratoire central des travaux publics de Tizi-Ouzou. Ce sol, de nature argilo-marneuse, de couleur grisâtre à jaunâtre est issu de l'altération du substratum marneux de la zone de Boukhalfa.

Le sable limoneux argileux a été prélevé sur les berges d'un affluent de l'Hérault. Il est principalement composé de calcite (50%), de quartz (40%) et d'argile (10%) constituée de smectite, chlorite et phyllite.

Les propriétés géotechniques de ces deux sols sont données dans le Tableau 1.1. Les limites d'Atterberg ont été déterminées par les méthodes de la coupelle et du rouleau (NF P94-051), l'optimum Proctor a été évalué par la méthode du Proctor normal (NF P94-093) et les masses volumiques spécifiques des grains solides ont été obtenues par la méthode du pycnomètre (NF P94-054). Les courbes granulométriques des différents sols, présentées à la Figure 1.3, ont été obtenues par la méthode du tamisage à sec (NF P94-056).

		Argile marneuse	Sable limoneux argileux
Limite de liquidité	w_L (%)	51,2	25,0
Limite de plasticité	w_P (%)	24,2	14,5
Pourcentage de tamisât cumulé en masse	Φ_{2mm} (%)	96	100
	$\Phi_{200\mu m}$ (%)	82	90
	$\Phi_{80\mu m}$ (%)	80	60
Coefficient d'uniformité	C_u (/)	-	85
Coefficient de courbure	C_c (/)	-	7,35
Optimum Proctor	Masse volumique sèche	ρ_d^{OPN} (kg/m ³)	1680 ± 5
	Teneur en eau	w_{OPN} (%)	19,7 ± 0,2
Masse volumique spécifique		ρ_s (kg/m ³)	2600 ± 3
			2650 ± 3

Tableau 1.1- Caractéristiques géotechniques de l'argile marneuse de Tizi-Ouzou et du sable limoneux argileux de Saint Gély du Fesc.

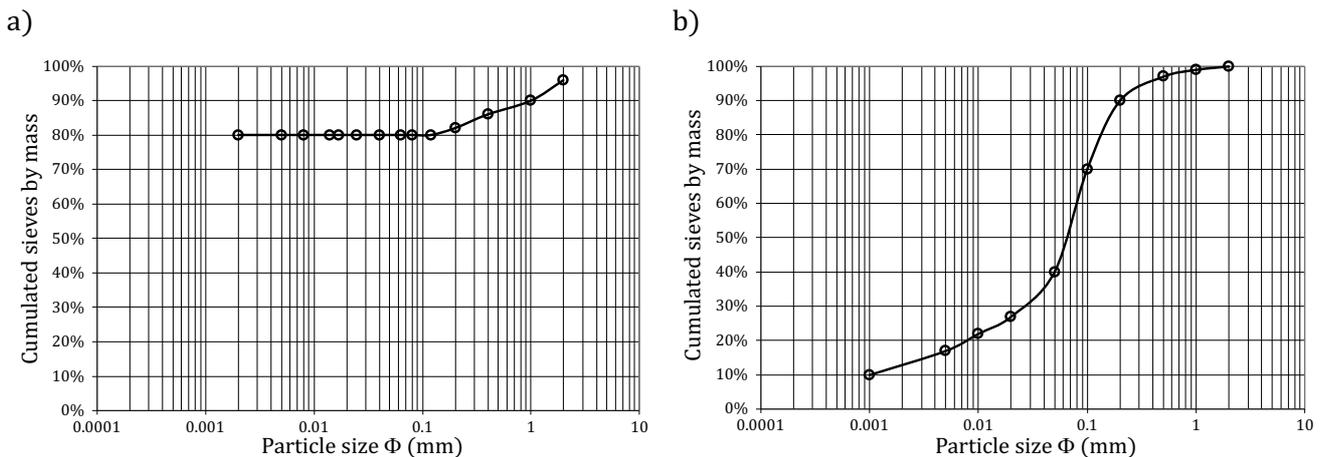


Figure 1.3 – Courbes granulométriques a) de l'argile marneuse de Tizi-Ouzou et b) du sable limoneux argileux de Saint Gély du Fesc.

Deux matériaux modèles dont les grains solides sont considérés indéformables, inertes en présence d'eau et de granularités poly-disperses peu étalées ont été étudiés pour l'étude des effets purement hydriques isolés :

- des billes de verre type S (sodocalcique) de forme quasi-sphérique,
- un sable concassé préalablement lavé.

Les propriétés géotechniques sont données dans le Tableau 1.2. Les limites d'Atterberg ont été déterminées par la méthode du pénétromètre à cône (NF P94-052-1) et les masses volumiques spécifiques des grains solides ont été obtenues par la méthode du pycnomètre (NF P94-054). Des essais de cisaillement direct à la boîte (NF P94-071-1) ont été réalisés sur les matériaux modèles secs pour une compacité initiale $c_0 = 0,57$ pour le sable concassé et $c_0 = 0,59$ pour les billes de verre. Les courbes granulométriques des matériaux modèles, présentées à la Figure 1.4, ont été obtenues par une méthode de traitement d'image numérique par microscope à l'aide des logiciels ImageJ, permettant l'ajustement de luminosité, de contraste et d'intensité des couleurs pour faire apparaître le contour des billes, et Matlab, permettant de déterminer les contours des billes.

Granularité	Φ (μm)	Billes de Verre				Sable Concassé
		< 50	60-100	80-200	300-500	80-400
Sphéricité	S (%)	89	89	89	89	-
Limite de liquidité	w_L (%)	$23,3 \pm 0,3$	$24,7 \pm 0,3$	$24,2 \pm 0,3$	-	$27,2 \pm 0,5$
Coefficient d'uniformité	C_u (/)	1,55	1,20	1,25	1,27	1,76
Coefficient de courbure	C_c (/)	0,90	1,10	1,03	1,03	1,11
Masse volumique spécifique	ρ_s (kg/m^3)	2450 ± 3	2470 ± 3	2480 ± 3	2500 ± 3	2600 ± 3
Cohésion	C (kPa)	0	0	0	0	0
Angle de frottement interne	φ ($^\circ$)	24 ± 3	25 ± 3	26 ± 3	27 ± 3	35 ± 3

Tableau 1.2- Caractéristiques géotechniques des billes de verres et du sable concassé pour différentes granulométries.

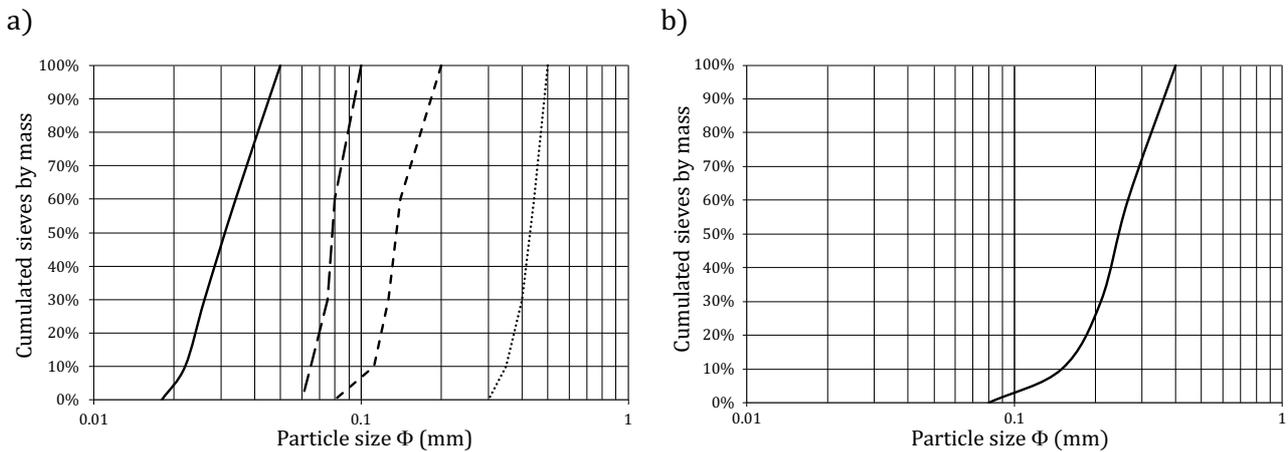


Figure 1.4 – Courbes granulométriques des a) billes de verre et du b) sable concassé.

1.2. Gonflement et effondrement sous imbibition d'eau

Les travaux menés en laboratoire, dans le cas d'une imbibition d'eau à partir d'un état non saturé jusqu'à un état saturé d'un sol, ont pu mettre en évidence les deux phénomènes (gonflement ou effondrement) suivant la nature (notamment la teneur en argile gonflante) et la charge appliquée sur le sol (Barden et al. (1973), Cox (1978), Yudhbir (1982), Lawton et al. (1992), Alonso (1993) et Cuisinier & Masroui (2005)). Ces deux phénomènes, résultant d'un réarrangement des particules solides lors du mouillage, sont antagonistes mais les mécanismes responsables sont liés. Afin d'identifier ces mécanismes, plusieurs chercheurs les ont associés à divers paramètres tels que :

- les limites d'Atteberg (Prikloński (1952), Gibbs & Barra (1962), Ayadat & Ouali (1999) ainsi que Yassien et al. (2015)),
- la densité initiale du sol (Clevenger (1958), Gibbs & Barra (1962), Feda (1966), Barden et al., (1973), Tadepalli et al. (1992), Delage et al. (2005), Ayadat & Hanna (2007) et Mishra et al. (2008)),
- la teneur initiale en eau du sol (Prikloński (1952), Tadepalli et al. (1992), Delage et al. (2005), Ayadat & Hanna (2007) et Delage (2014)).

Pour le gonflement, la nature minéralogique de l'argile et l'arrangement des particules seraient les causes prépondérantes de l'apparition du phénomène (Seed & Chan (1959), Delage et al. (1996), Geremew et al. (2009), Lamara et al. (2009) et Ejjaouani et al. (2013)). Pour l'effondrement, la migration de particules fines au cours de l'imbibition d'eau serait à l'origine de la perte de cimentation entre grains (Barden et al. (1973), Ayadat et al. (1998) et Delage & Fry (2000)).

Mes travaux de recherche se sont attachés à l'étude du gonflement et de l'effondrement des sols sous imbibition d'eau pour une argile marneuse sensible aux variations hydriques, pour un sable concassé et pour un milieu modèle constitué de billes de verre. Pour l'argile marneuse, l'objectif est de savoir dans quelle mesure les variations hydriques en cours de l'imbibition sont néfastes pour la tenue mécanique du sol et s'il est possible de définir un domaine de stabilité en fonction de l'état initial du sol. Pour le sable concassé et les billes de verre, l'objectif est de s'intéresser aux effets purement capillaires sur l'effondrement en prenant en compte la granulométrie, la densité initiale et la teneur en eau initiale des échantillons.

1.2.1. Cas du compactage à faible teneur en eau des sols fins

Dans le cadre des couplages hydro-mécaniques étudiés par Ouguemat (2019) en collaboration avec l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou (Algérie), on s'est intéressé aux phénomènes de retrait/gonflement des sols gonflants sous imbibition d'eau dans l'objectif d'optimiser la réutilisation de sols de site en remblais d'infrastructure de transport. Cette étude a été menée en prenant en compte l'influence du compactage à faible teneur en eau. Pour atteindre cet objectif, plusieurs protocoles œdométriques en laboratoire sont proposés dans la littérature comme les essais d'humidification sous contrainte, le déchargement de type Huder-Amberg, l'essai œdométrique normalisé, l'essai œdométrique non normalisé. Le choix s'est porté sur la méthode d'humidification sous contrainte pour plusieurs états de compactage à faible teneur en eau au sens du GTR. Par la suite, le dispositif expérimental, le protocole expérimental et la mise en évidence des retraits/gonflements lors de l'imbibition pour une argile marneuse sont décrits.

- **Dispositif et protocole expérimentaux**

Une cellule œdométrique conventionnelle a été utilisée en reliant à sa base un contrôleur de pression/volume. Cette cellule œdométrique, permettant de mettre en place des échantillons de diamètre $D_0 = 70 \text{ mm}$ et de hauteur $h_0 = 24 \text{ mm}$, comporte un piston pour appliquer des incréments de charge et un comparateur relié à un système d'acquisition automatique pour obtenir la variation de hauteur $\Delta h = h - h_0$ de l'échantillon. La base et le piston sont munis de pierre poreuse permettant le drainage de l'eau. Le contrôleur de pression/volume est rempli d'eau déminéralisée et désaérée. Ce dispositif permet d'injecter l'eau à un débit constant dans l'échantillon de sol pendant l'imbibition qui a été mesuré en moyenne à $Q = 16 \pm 2 \text{ mm}^3/\text{s}$ pour une pression d'eau maintenue à $u_w = 5 \text{ kPa}$. La figure 1.4a) montre le dispositif expérimental.

Le sol a été fragmenté, homogénéisé et tamisé à 2 mm, puis il a été placé dans une étuve réglée à 105°C pendant au moins 24 heures. Après avoir refroidi le sol à l'air ambiant dans un récipient hermétique, une quantité de sol est humidifiée avec une teneur en eau $w_0 = 0,7 w_{OPN}$. Après le mélange, le sol a été placé dans un récipient hermétique pendant au moins 24 heures afin d'assurer une bonne homogénéisation de la teneur en eau dans le sol. A partir de ce sol humide, un échantillon en forme de cylindre est préparé par compactage statique dans un moule œdométrique à la presse hydraulique avec un diamètre initial $D_0 = 70 \text{ mm}$ et une hauteur initiale $h_0 = 24 \text{ mm}$. Les échantillons ont été compactés à 85%, 90%, 95% et 100% de la densité sèche optimale ρ_d^{OPN} . Le Tableau 1.3 montre les conditions initiales correspondant au plan expérimental défini ci-après.

Diameter	$D_0 \text{ (mm)}$	70			
Height	$h_0 \text{ (mm)}$	24			
Dry mass density	$\rho_{d0} \text{ (kg/m}^3\text{)}$	1428	1512	1596	1680
Water content	$w_0 \text{ (%)}$	13,8			

Tableau 1.3- Conditions initiales pour chaque essai de chargement/humidification.

Au sein de la cellule œdométrique (Figure 1.5a)), l'échantillon subit tout d'abord une sollicitation mécanique pendant 24 heures, correspondant au temps nécessaire pour obtenir un état d'équilibre en déformation, à différentes contraintes σ_{v0} (6, 12, 25, 50, 100, 200, 400 et 800 kPa), en conditions non drainées. Ensuite, une fois l'état d'équilibre en déformation atteint, l'échantillon est humidifié jusqu'à la déformation à d'équilibre correspondant à la saturation. Enfin, à la fin de chaque essai, une fraction d'échantillon est placée dans une étuve réglée à 105°C pendant au moins 24 heures pour déterminer la teneur en eau finale correspondant à la teneur en eau de saturation w_{sat} . Le chemin de chargement est montré sur la Figure 1.5b).

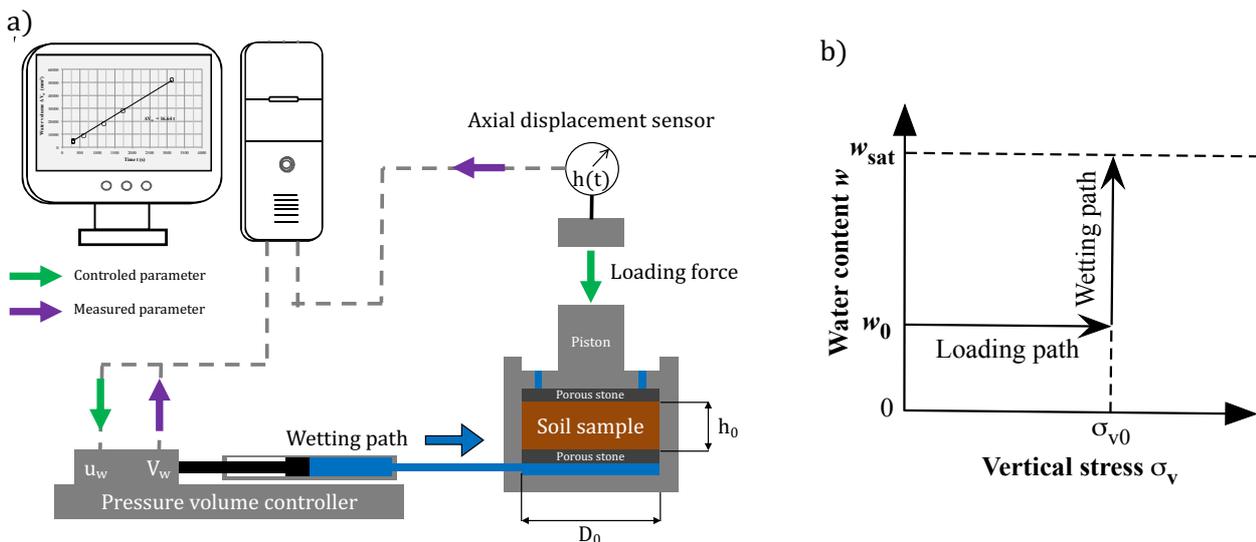


Figure 1.5 -Schématisation de a) la cellule œdométrique avec le contrôleur de pression/volume et b) présentation du chemin de chargement.

A partir de la connaissance des conditions initiales telles que la hauteur h_0 , la masse volumique apparente sèche ρ_{d0} et la teneur en eau w_0 ainsi que des mesures de la variation de hauteur $\Delta h(t)$ et du volume d'eau entrant dans l'échantillon $\Delta V_w(t)$ en fonction du temps t , on peut déterminer l'évolution de l'indice des vides $e(t)$ et du degré de saturation $S_r(t)$ au cours de chaque pas de chargement.

On présente ci-dessous les résultats expérimentaux issus de cette étude au cours de l'humidification pour différentes contraintes mécaniques externes.

- **Résultats expérimentaux**

A différentes contraintes verticales σ_{v0} (25, 200 et 800 kPa), la Figure 1.6 montre un exemple de l'évolution dans le temps de l'indice des vides lors de l'humidification d'un échantillon d'argile marneuse pour différentes masses volumiques sèches initiales.

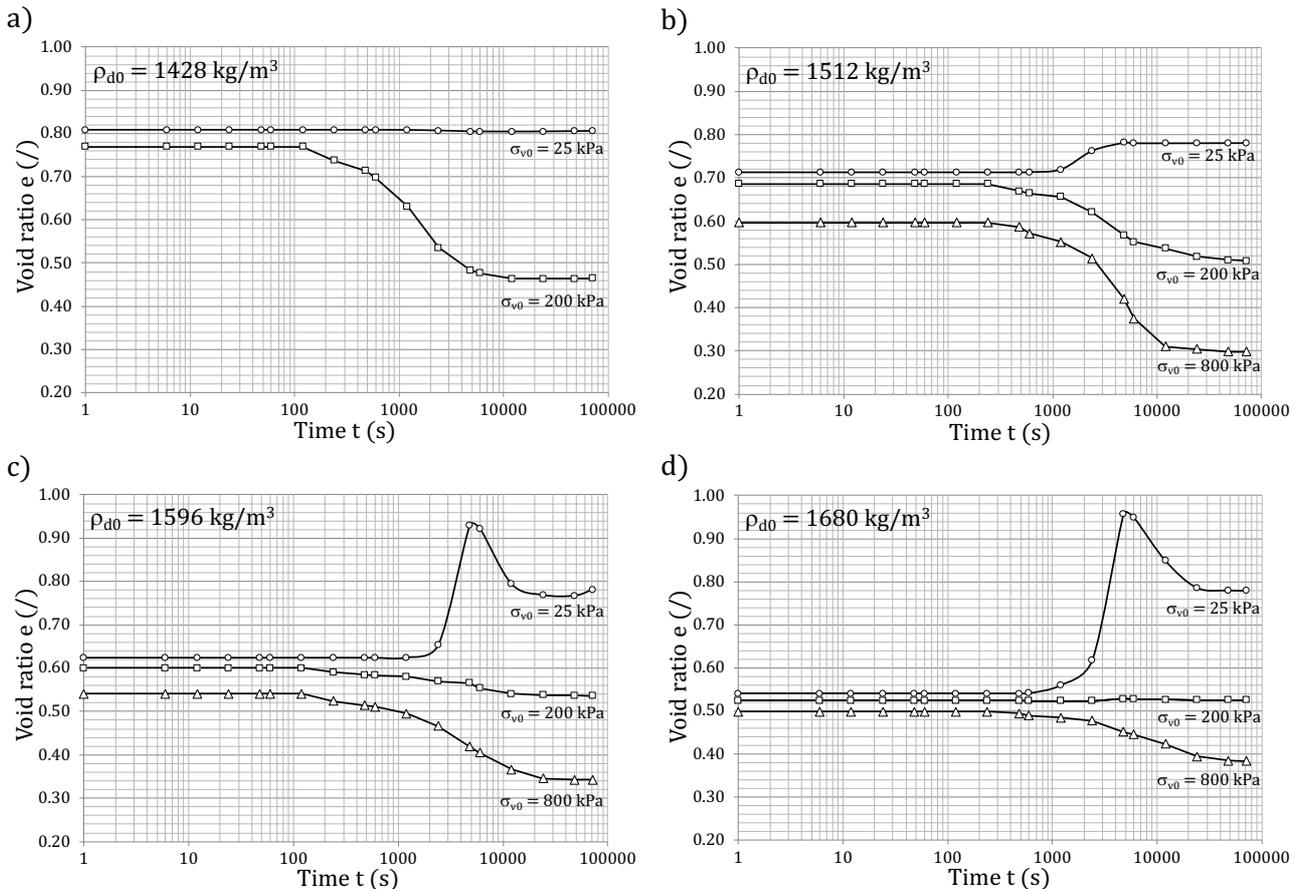


Figure 1.6 – Évolution de l'indice des vides en fonction du temps, durant l'humidification, à différentes contraintes verticales σ_{v0} (25, 200 et 800 kPa) :

a) $\rho_{d0} = 1428 \text{ kg/m}^3$; b) $\rho_{d0} = 1512 \text{ kg/m}^3$; c) $\rho_{d0} = 1596 \text{ kg/m}^3$; d) $\rho_{d0} = 1680 \text{ kg/m}^3$.

A l'état d'équilibre, les résultats mettent en évidence deux comportements distincts : un gonflement pour des valeurs de contrainte faibles et un effondrement pour des valeurs de contraintes élevées. De plus, avec l'augmentation de la compacité, le gonflement est plus important aux faibles contraintes ($\sigma_{v0} = 25 \text{ kPa}$) et l'effondrement est plus faible aux fortes contraintes ($\sigma_{v0} = 800 \text{ kPa}$). Pour quantifier l'état de saturation lorsque le gonflement et l'effondrement se produisent pendant le chemin de l'humidification, pour différentes masses volumiques sèches initiales, la Figure 1.7 montre l'évolution de l'indice des vides et du degré de saturation avec la teneur en eau pour deux contraintes verticales σ_{v0} (12 kPa et 800 kPa).

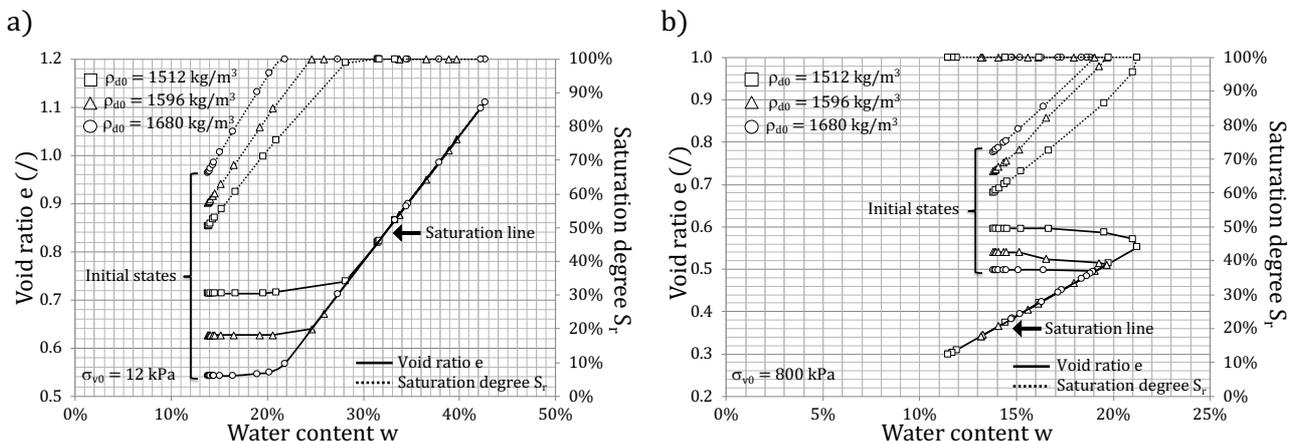


Figure 1.7 – Évolution de l'indice des vides et du degré de saturation pendant l'humidification dans le cas d'un a) gonflement ($\sigma_{v0} = 12 \text{ kPa}$) et d'un b) effondrement ($\sigma_{v0} = 800 \text{ kPa}$).

Ces résultats montrent que les processus de gonflement (Figure 1.7a) et d'effondrement (Figure 1.7b) commencent pour un état de proche de la saturation ($S_r = 95\%$) et l'évolution de l'indice des vides apparaît clairement pendant l'état de saturation ($S_r = 100\%$). La Figure 1.8 présente les résultats obtenus en suivant le protocole de test établi à la Figure 1.5b) après chargement pour toutes les différentes contraintes verticales σ_{v0} d'une part et, après l'humidification jusqu'à l'état de saturation w_{sat} , d'autre part. Chaque point de la Figure 1.8 correspond à un état d'équilibre hydro-mécanique.

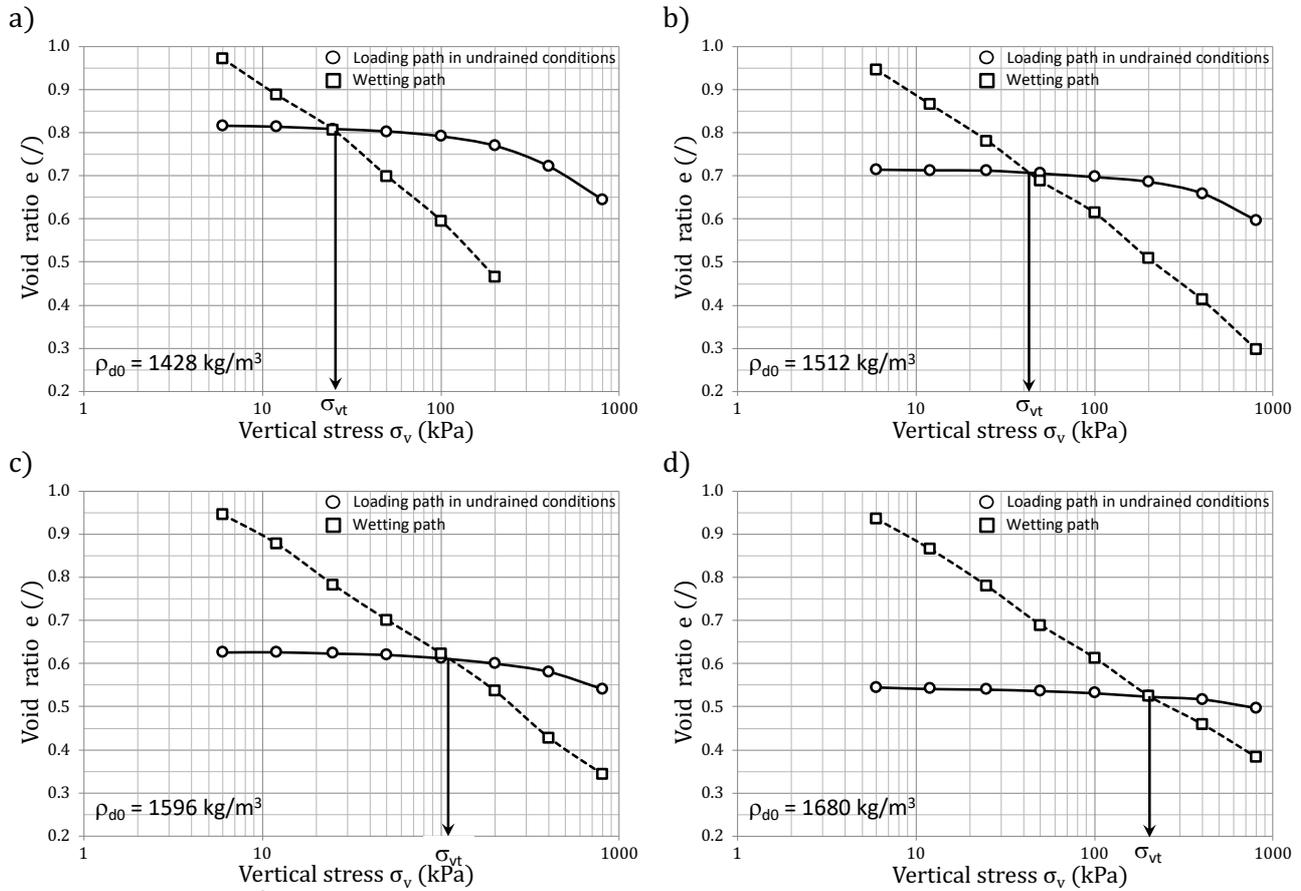


Figure 1.8 – Évolution de l'indice des vides pour chaque état d'équilibre hydro-mécanique

a) $\rho_{d0} = 1428 \text{ kg/m}^3$; b) $\rho_{d0} = 1512 \text{ kg/m}^3$; c) $\rho_{d0} = 1596 \text{ kg/m}^3$; d) $\rho_{d0} = 1680 \text{ kg/m}^3$.

Pour chaque masse volumique apparente sèche initiale, on peut définir une contrainte verticale de transition σ_{vt} entre les comportements de gonflement / effondrement. La Figure 1.9 montre l'évolution de cette contrainte verticale de transition en fonction de la masse volumique apparente sèche initiale ρ_{d0} (Figure 1.9 a) et de l'indice des vides initial e_0 (Figure 1.9 b)).

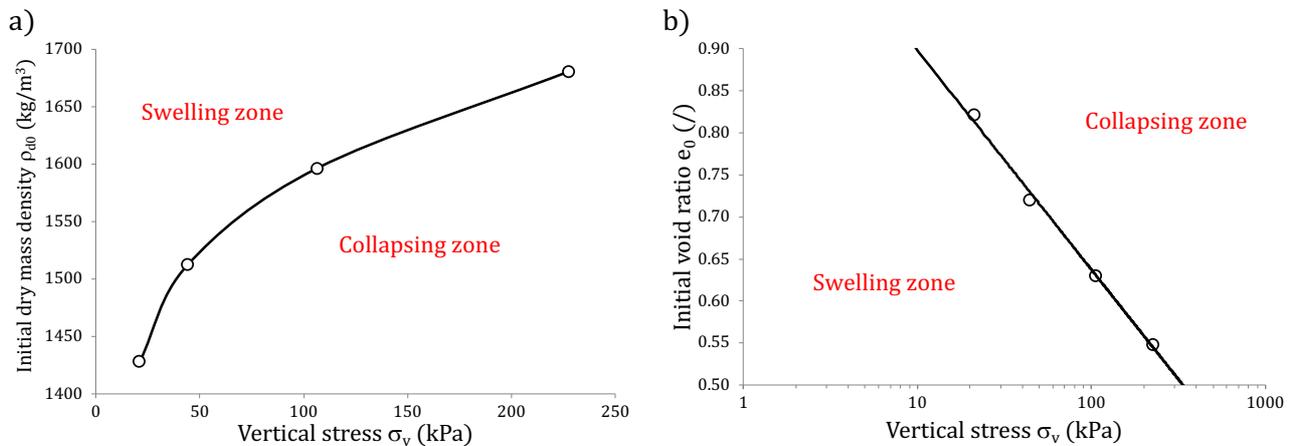


Figure 1.9 – Évolution de la contrainte verticale de transition en fonction de a) la masse volumique sèche initiale ρ_{d0} et de b) l'indice des vides initial e_0 .

Le Tableau 1.4 donne les valeurs de la contrainte verticale de transition σ_{vt} pour différents indices des vides initiaux e_0 .

Initial void ratio	e_0 (/)	0,821	0,720	0,629	0,548
Transition vertical stress	σ_{vt} (kPa)	21,1	44,2	106,6	227,6

Tableau 1.4 – Contrainte verticale de transition en fonction de l'indice des vides initial.

A partir de la Figure 1.9b), la relation entre la contrainte verticale de transition σ_{vt} et l'indice des vides initial e_0 peut-être approchée sous la forme :

$$\sigma_{vt} = \sigma_{vt}^{ref} \exp\left(\frac{e_0^{ref} - e_0}{\alpha}\right) \quad (1.1)$$

où σ_{vt}^{ref} est la contrainte verticale de référence à l'indice des vides initial e_0^{ref} et α est un paramètre de modèle déduit de la pente présentée à la Figure 1.9b).

La Figure 1.10 présente la déformation volumique $\varepsilon = \Delta e / (1 + e_0)$ à la fin du chemin d'humidification (état d'équilibre) en fonction de la masse volumique apparente sèche initiale ρ_{d0} (Figure 1.10a)) et de la contrainte verticale appliquée σ_{v0} (Figure 1.10b)).

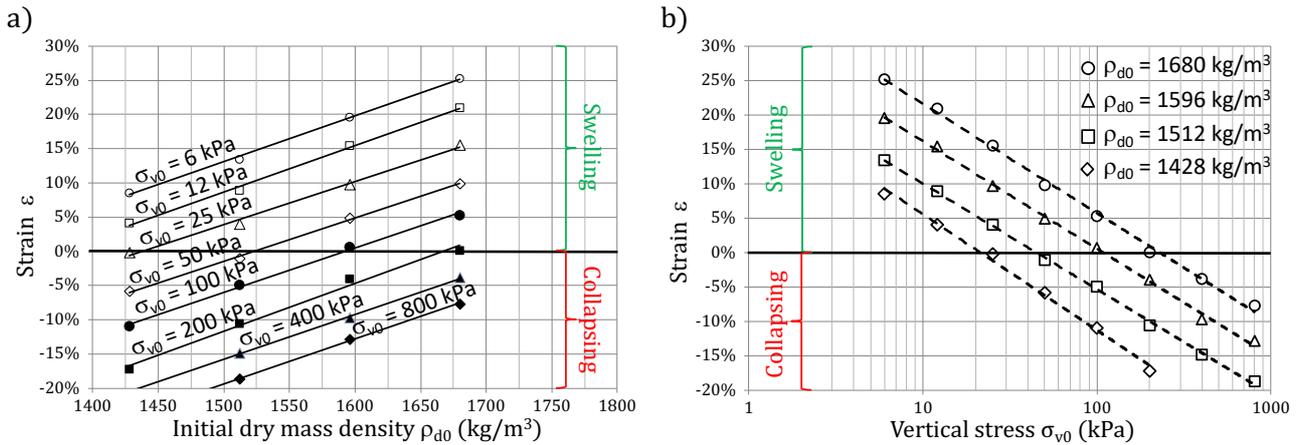


Figure 1.10 – Évolution de la déformation ε à l'état d'équilibre hydro-mécanique en fonction a) de la masse volumique apparente sèche initiale ρ_{d0} et b) de la contrainte verticale appliquée σ_{v0} .

Sur la base des résultats présentés dans la Figure 1.10b), la déformation ε par humidification peut être représentée en fonction de la contrainte verticale appliquée σ_{v0} comme suit :

$$\varepsilon = -\lambda_\varepsilon(0) \ln\left(\frac{\sigma_{v0}}{\sigma_{vt}}\right) \quad (1.2)$$

où $\lambda_\varepsilon(0)$ est la pente de la droite à l'état saturé sous chargement mécanique (Figure 1.10b)).

Les équations (1.1) et (1.2) ont été utilisées pour prédire les résultats de la présente étude expérimentale. Le Tableau 1.5 donne les différents paramètres où les valeurs à l'OPN ont été prises en compte comme valeurs de référence.

Initial void ratio	e_0^{ref}	(/)	0,548
Transition vertical stress	σ_{vt}^{ref}	(kPa)	227,6
Model parameter	α	(/)	0,113
Slope of the saturated virgin consolidation line	$\lambda_\varepsilon(0)$	(/)	0,069

Tableau 1.5 – Paramètres du modèle et valeurs de référence.

La Figure 1.11 montre le résultat de la modélisation à partir des paramètres du modèle. Dès lors, pour prédire le comportement des sols argileux au gonflement et à l'effondrement en fonction de la contrainte verticale appliquée σ_{v0} , il est nécessaire de réaliser quatre essais d'humidification sous deux valeurs de contraintes verticales σ_{v0} (faible et élevée) pour deux indices des vides initiaux e_0 différents afin de déterminer deux contraintes verticales de transition σ_{vt} et le paramètre α .

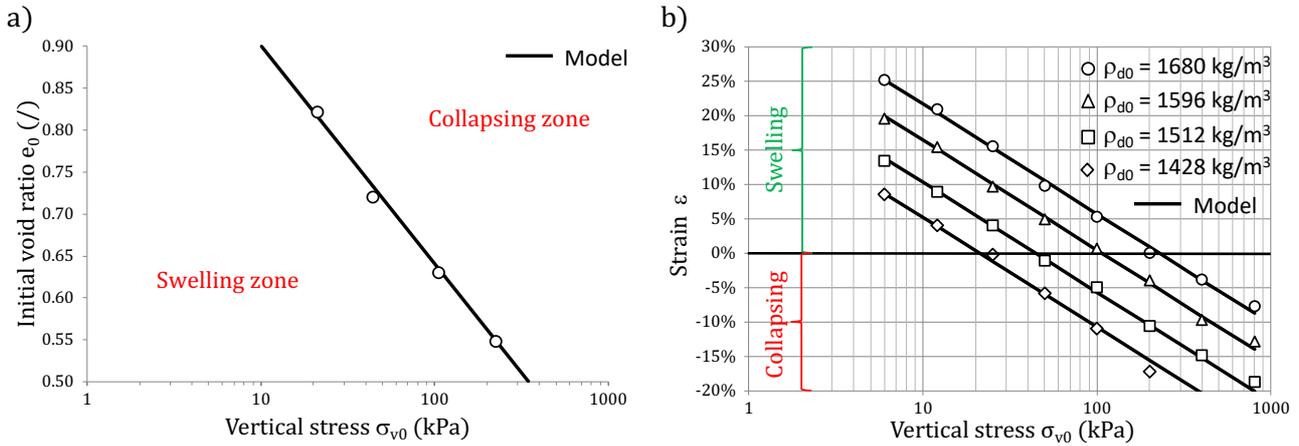


Figure 1.11 – Prédiction du modèle à partir des paramètres du Tableau 1.5 sur a) l'indice des vides initial e_0 et b) la déformation ϵ au cours de l'humidification en fonction de la contrainte verticale appliquée σ_{v0}

1.2.2. Effet des ponts capillaires dans les sols granulaires

L'une des causes possibles de l'effondrement pourrait être la perte de cohésion capillaire dans les milieux granulaires (Soulié et al. (2006a), Gras et al. (2013) et Hueckel et al. (2013)). Dans le cadre de la thèse d'El Korchi (2017) sur l'effondrement capillaire de sols granulaires, on a utilisé deux matériaux dont les grains sont supposés indéformables, à savoir du sable concassé et des billes de verre quasi-sphériques qui possèdent l'avantage de ne pas tenir compte de tous les phénomènes existant dans les sols argileux, notamment les phénomènes de gonflement. Pour ce type de milieux granulaires, la cohésion est essentiellement due aux ponts capillaires entre les particules solides.

Afin de choisir les diamètres appropriés pour l'étude, la première étape consistait à déterminer expérimentalement la teneur en eau de rétention correspondant à la capacité des échantillons à retenir l'eau par capillarité et adsorption. Le test expérimental a consisté à saturer les échantillons pour différentes tailles de grains à une compacité $c_0 = 0,55$ pour le sable concassé et $c_0 = 0,59$ pour les billes de verre. On a placé des échantillons saturés dans des dessiccateurs où l'humidité relative est maintenue à 100% pour éviter le séchage par évaporation. La teneur en eau finale mesurée à l'équilibre correspond à la teneur en eau de rétention w_R du milieu granulaire (Figure 1.12).

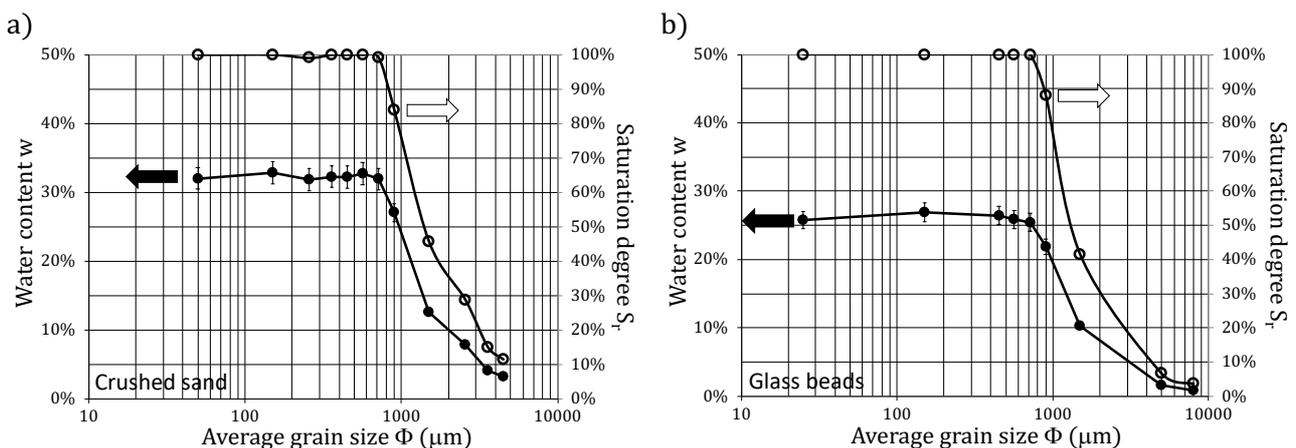


Figure 1.12 – Courbe de rétention d'eau pour différentes granulométries de a) sables concassés ($c_0 = 0,55$) et b) billes de verre ($c_0 = 0,59$).

Pour les deux matériaux étudiés, les résultats expérimentaux (Figure 1.12) montrent que, pour des granulométries inférieures à $700 \mu\text{m}$, la teneur en eau de rétention w_R correspond à un état saturé ($S_r = 100\%$) des échantillons. Pour des granulométries dont le diamètre moyen Φ est inférieur à $700 \mu\text{m}$, les forces électrostatiques et les forces de Van der Waals sont négligeables par rapport à celles de la capillarité (Mitchell & Soga (2005)). On considère donc que la capillarité est la seule source de cohésion pour les matériaux granulaires utilisés. Par conséquent, dans cette étude, on a choisi une granulométrie pour le sable concassé ($80 \mu\text{m} \leq \Phi \leq 400 \mu\text{m}$) et quatre granulométries pour les billes de verre ($\Phi \leq 50 \mu\text{m}$, $60 \mu\text{m} \leq \Phi \leq 100 \mu\text{m}$, $80 \mu\text{m} \leq \Phi \leq 200 \mu\text{m}$ et $300 \mu\text{m} \leq \Phi \leq 500 \mu\text{m}$).

Afin de compléter la caractérisation des milieux modèles en vue d'étudier le phénomène d'effondrement par imbibition d'eau, on a réalisé des essais de désorption et d'adsorption d'eau pour obtenir les courbes caractéristiques du sable concassé et des billes de verre. Les méthodes classiques pour atteindre cet objectif sont les essais au triaxial, qui ont l'avantage de suivre également les déformations au cours de la désorption ou de l'adsorption d'eau, les essais à la plaque de pression dans le régime funiculaire et les essais par la méthode des solutions salines dans le régime hygroscopique. Ces méthodes ont été utilisées dans une première approche mais elles ne sont pas adaptées à nos milieux granulaires pour des raisons de mise en œuvre à la compacité c_0 visée.

Dès lors, on a utilisé une autre méthode indirecte appelée « méthode des papiers filtres – Whatmann 42 » (Hamblin (1981), Bicalho et al. (2007) et Muñoz-Castelblanco et al. (2010)). Cette technique partant du principe qu'à l'équilibre hydrique, la succion matricielle est identique au potentiel matriciel de l'eau du papier filtre, permet de mesurer une large gamme de succion allant de 0 kPa à 10^5 kPa . Les résultats obtenus avec les différentes méthodes montrent une bonne corrélation pour des essais de désorption ; la méthode des papiers filtres restant la plus aisée à utiliser.

Dans le cadre de notre étude, seules les courbes d'imbibition d'eau seront présentées ici à la Figure 1.13.

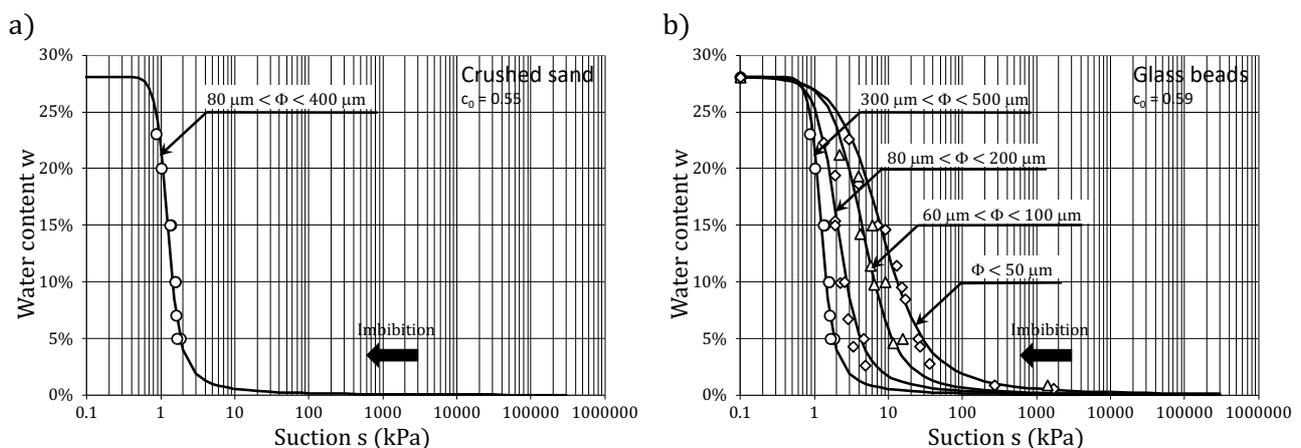


Figure 1.13 – Courbes d'imbibition d'eau pour les différentes granulométries de a) sable concassé ($c_0 = 0,55$) et b) billes de verre ($c_0 = 0,59$).

- **Dispositif et protocole expérimentaux**

Les essais d'humidification sans contrainte de confinement $\sigma_3 \approx 0 \text{ kPa}$ ont été effectués dans un dispositif triaxial de type Bishop Wesley. La Figure 1.14 montre le dispositif expérimental. Un contrôleur de pression/volume a été utilisé pour permettre l'injection d'eau à débit constant au sein de l'échantillon. Pendant les essais, le débit reste constant et a été mesuré en moyenne à $Q = 70 \pm 2 \text{ mm}^3/\text{s}$ pour une pression d'eau maintenue à $u_w = 5 \text{ kPa}$ grâce au contrôleur de pression/volume.

Un capteur de pression d'eau, mis en place à la base du dispositif triaxial, permet de contrôler que la pression d'eau au niveau du piédestal pendant l'humidification reste quasiment nulle pour ne pas induire d'effet de type Renard.

Afin de suivre les déformations axiale et radiale de l'échantillon, des capteurs de déplacement LVDT (deux axiaux et un radial) ont été installés comme indiqué sur la Figure 1.14. Des modifications substantielles ont été apportées sur les systèmes de fixation de ces capteurs afin de ne pas endommager les échantillons.

De même, afin d'assurer la tenue mécanique des échantillons lors de la fabrication, les membranes latex ont été remplacées par des membranes néoprène permettant l'application d'un léger confinement de l'ordre de 2 kPa .

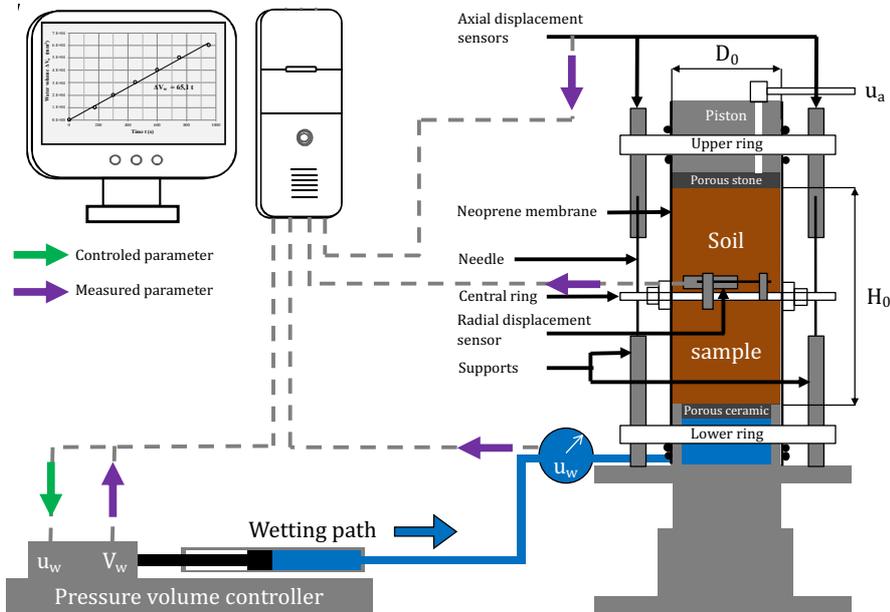


Figure 1.14 – Schématisation de la cellule triaxiale avec le contrôleur de volume et de pression.

Les échantillons sont de forme cylindrique avec une hauteur initiale $H_0 = 94 \text{ mm}$ et un diamètre initial $D_0 = 50 \text{ mm}$. Les échantillons ont été préparés avec une compacité initiale c_0 et une teneur initiale en eau w_0 en mélangeant une masse de billes de verre sèche m_s avec une masse d'eau déminéralisée et désaérée $m_w = m_s w_0$. La préparation de l'échantillon se fait directement dans l'appareil triaxial. Les matériaux modèles humidifiées sont placées dans un moule adapté entouré d'une membrane en néoprène. Ils sont compactés en deux couches à l'aide d'un dispositif spécifique conçu dans notre laboratoire. La teneur initiale en eau w_0 permet de créer au sein des échantillons des ponts capillaires qui sont à l'origine de leurs résistances mécaniques par cohésion. Le Tableau 1.6 montre les conditions initiales correspondant au plan expérimental défini ci-après.

Granularity	Φ (μm)	Glass Beads				Crushed Sand			
		< 50	60-100	80-200	300-500	80-400			
Diameter	D_0 (mm)	50							
Height	h_0 (mm)	94							
Compacity	c_0 (/)	0,59				0,53	0,55	0,57	0,59
Water content	w_0 (%)	5	10	15	5				

Tableau 1.6– Conditions initiales pour chaque essai d'imbibition pour les billes de verre et le sable concassé.

Le protocole d'humidification consiste à imposer une faible pression d'eau ($u_w = 5 \text{ kPa}$) au niveau du contrôleur de pression/volume tout en maintenant la pression atmosphérique au sommet de l'échantillon ($u_a = 0 \text{ kPa}$). Dans ces conditions, l'eau remonte dans l'échantillon par phénomène de capillarité. Les déformations axiale ε_a et radiale ε_r sont déduites des déplacements mesurés par les capteurs LVDT selon les relations suivantes :

$$\varepsilon_a = -\frac{\Delta H}{H_0} \quad (1.3)$$

$$\varepsilon_r = -\frac{\Delta R}{R_0} \quad (1.4)$$

où $\Delta H = H - H_0$ et $\Delta R = R - R_0$ sont respectivement les variations de hauteur et de rayon au centre de l'échantillon. Comme défini respectivement dans les équations (1.3) et (1.4), une déformation axiale positive correspond à une diminution de la hauteur de l'échantillon et une déformation radiale négative correspond à une augmentation de son diamètre.

• Résultats expérimentaux

Pour le sable concassé ($80 \mu\text{m} \leq \Phi \leq 400 \mu\text{m}$) et les billes de verre ($80 \mu\text{m} \leq \Phi \leq 200 \mu\text{m}$), les figures ci-dessous montrent respectivement l'évolution des déformations axiale ε_a et radiale ε_r lors de l'humidification (Figure 1.15 a) et c)) ainsi que les valeurs de pression d'eau u_w (Figure 1.15 b) et d)) à la base de l'échantillon pour les différents états initiaux pris en compte dans l'étude.

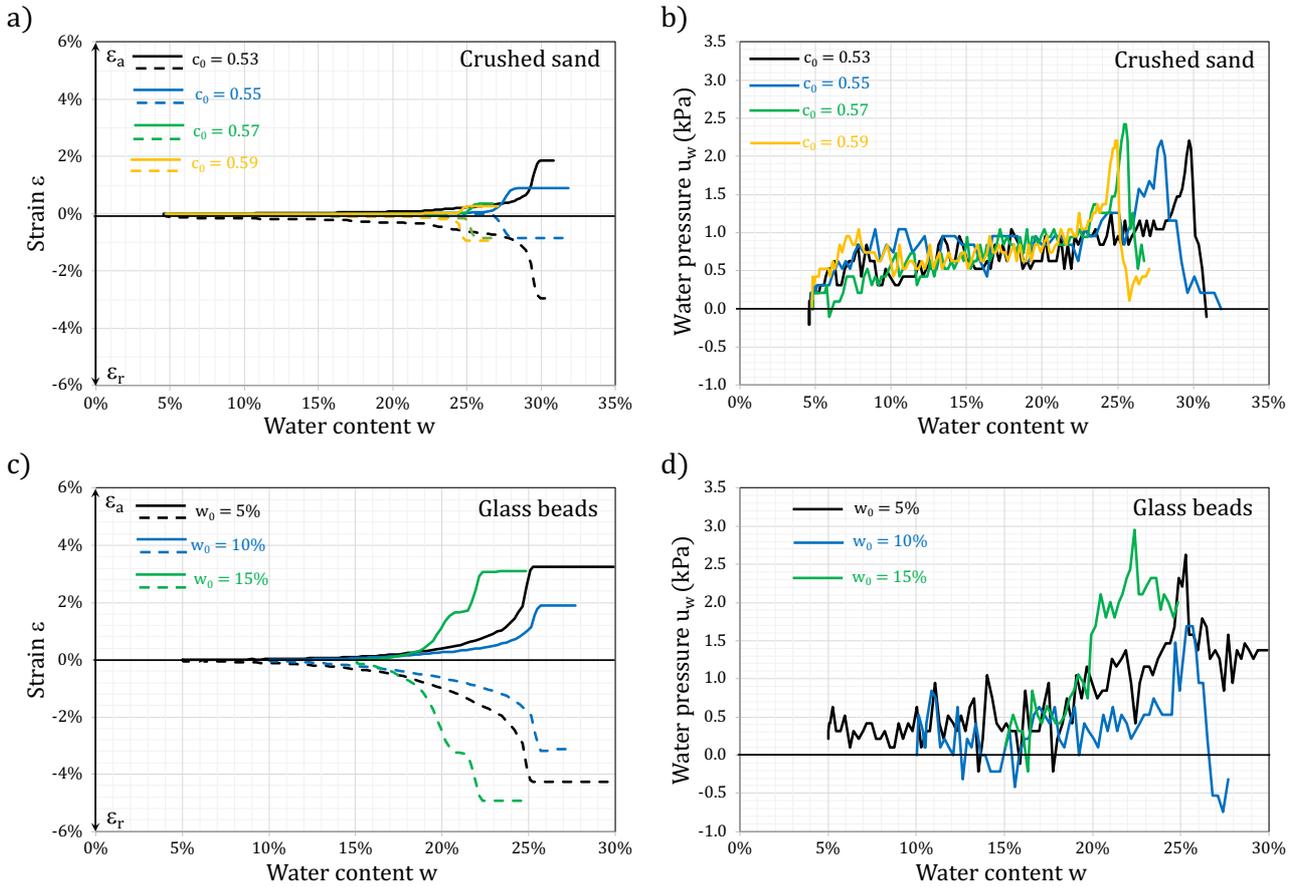


Figure 1.15 – Exemple d'évolution des a) et c) déformations axiale ϵ_a et radiale ϵ_r ainsi que des b) et d) pressions d'eau u_w à la base des échantillons durant l'humidification pour a) et b) le sable concassé et c) et d) les billes de verre.

Lors de l'humidification d'un échantillon granulaire, les déformations axiale ϵ_a et radiale ϵ_r évoluent progressivement (Figure 1.15 a) et c)). Pour une teneur critique en eau, les déformations subissent une variation soudaine attribuée au phénomène d'effondrement qui s'accompagne d'une augmentation de la pression de l'eau interstitielle u_w (Figure 1.15 b) et d)). L'incertitude du capteur de pression d'eau interstitielle est de $\pm 1 \text{ kPa}$, ce qui justifie la faible fluctuation de pression au début de l'humidification. La Figure 1.16 donnent la méthode pour déterminer :

- la teneur en eau critique pour laquelle a lieu le phénomène d'effondrement notée w_{coll} ,
- les déformations axiale et radiale au moment de l'effondrement notées ϵ_a^{imb} et ϵ_r^{imb} ,
- l'amplitude de déformation après la teneur en eau critique notée A .

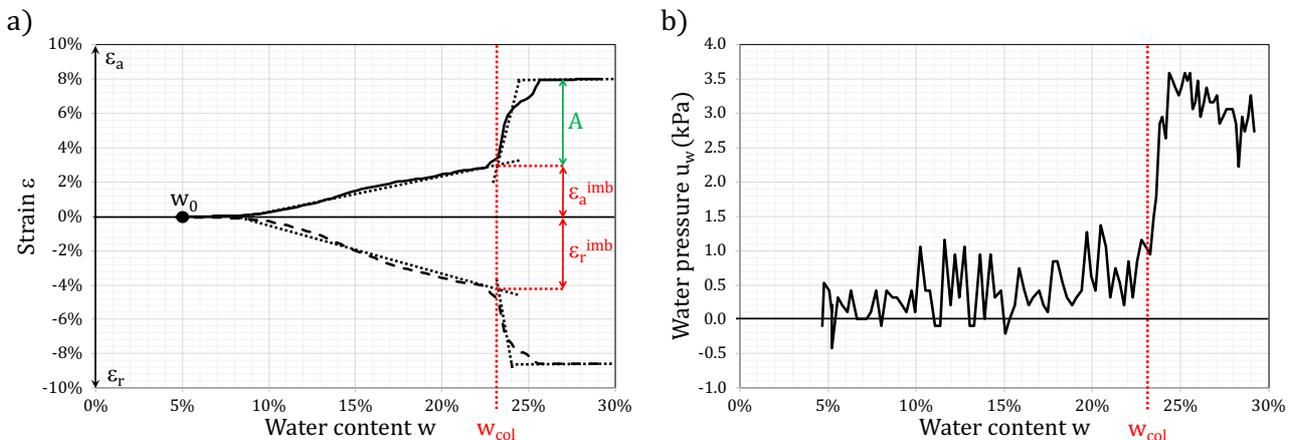


Figure 1.16 – Détermination des différents paramètres expérimentaux par a) l'évolution des déformations et b) la pression d'eau lors d'un essai d'humidification.

Les résultats obtenus pour les différents paramètres sont regroupés dans les figures ci-dessous en fonction de la compacité initiale pour le sable concassé (Figure 1.17 a) et c)) et du diamètre moyen des grains ainsi que de la teneur en eau initiale pour les billes de verre (Figure 1.17 b) et d)). Tous les autres résultats sont disponibles dans la thèse d'El Korchi (2017).

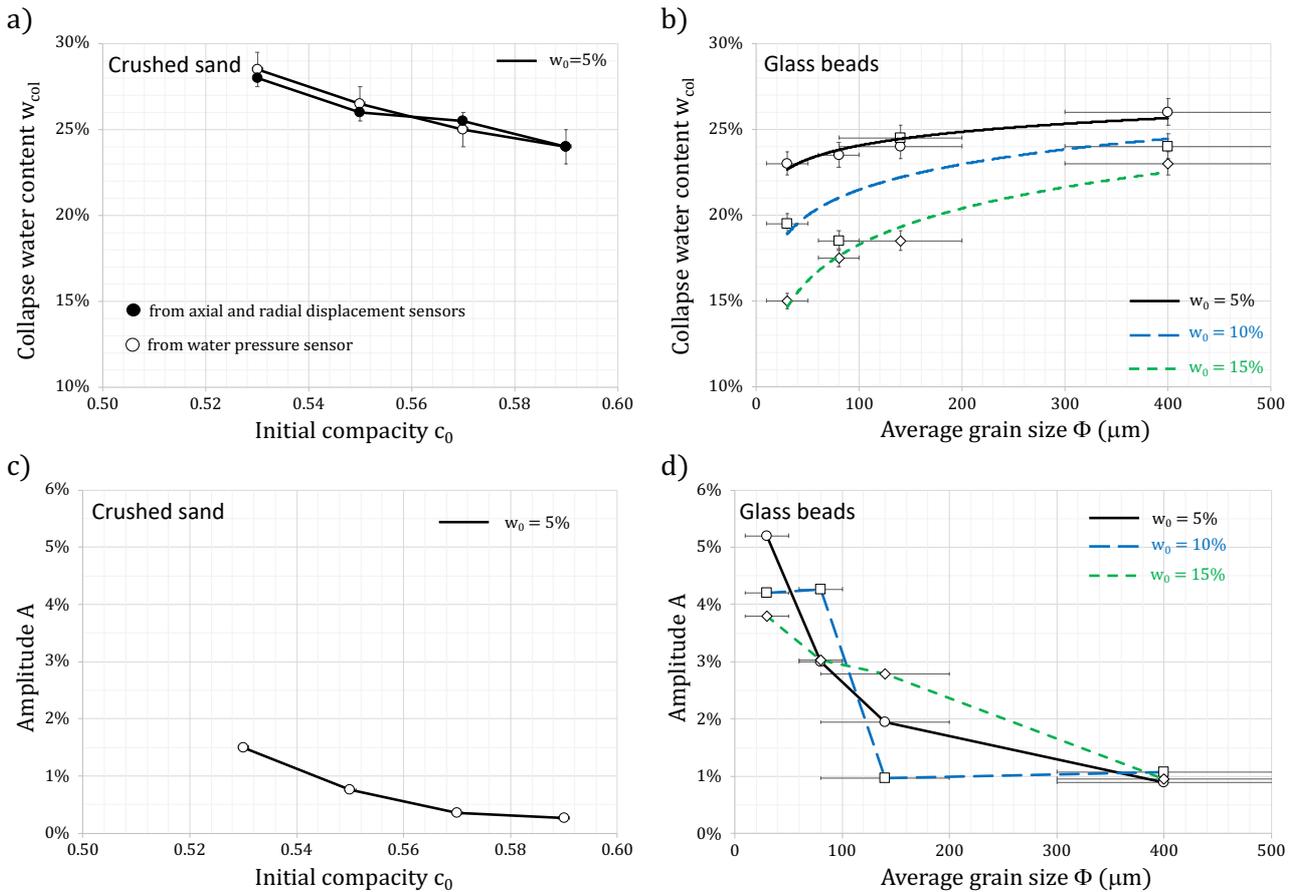


Figure 1.17 – Teneur en eau d'effondrement w_{coll} a) pour le sable concassé et b) pour les billes de verre ainsi que les amplitudes A après effondrement pour c) le sable concassé et d) les billes de verre.

Les résultats permettent de dégager plusieurs tendances sur le phénomène d'effondrement d'origine capillaire :

- la teneur en eau d'effondrement w_{coll} définie à partir des capteurs de déplacement ou du capteur de pression d'eau (Figure 1.16) est identique dans les deux cas (Figure 1.17 a)). L'effondrement s'accompagne d'une augmentation de pression d'eau au sein de l'espace poral,
- plus le sable concassé est dense (compacité élevée), plus la teneur en eau d'effondrement est faible (Figure 1.17 a)) et plus l'amplitude de l'effondrement est réduite (Figure 1.17 c)).
- plus les billes de verre présentent une granularité fine pour une même compacité initiale, plus la teneur en eau d'effondrement est faible (Figure 1.17 b)) quel que soit la teneur en eau initiale et plus l'amplitude de l'effondrement est importante (Figure 1.17 d)).
- plus les billes de verre présentent une teneur en eau initiale importante, plus la teneur en eau d'effondrement est faible (Figure 1.17 b)) quel que soit la granulométrie étudiée.

Néanmoins, la teneur en eau utilisée ici est une teneur en eau moyenne au sein de l'échantillon pendant l'humidification qui ne permet pas de savoir s'il y a un gradient ou non de teneur en eau. Des essais de contrôle indépendants ont été effectués pour le sable à une compacité $c_0 = 0,55$ (Figure 1.18 a)) et pour les billes de verre de diamètre $\Phi \leq 50 \mu m$ (Figure 1.18 b)) pour une teneur en eau initiale $w_0 = 5\%$. Avant l'effondrement, les expériences d'humidification sont arrêtées à différents volumes d'eau injectée. Ensuite, des teneurs en eau (notées w_{mes}) sont réalisées à l'étuve sur des fractions d'échantillon à différentes positions à savoir en haut, au milieu et en bas (Tableau 1.7).

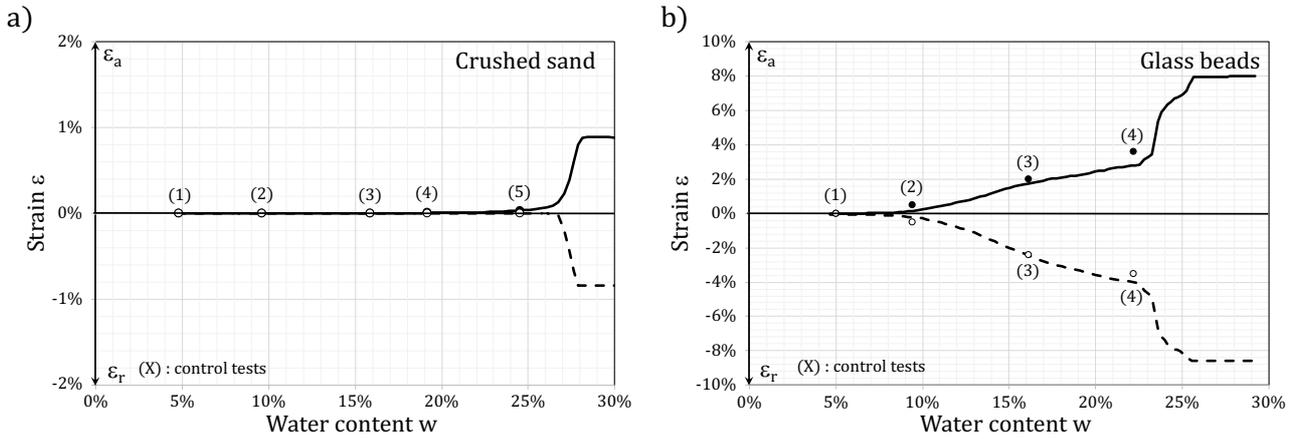


Figure 1.18 – Essais de contrôle au cours de l’humidification des échantillons a) de sable concassé à une compacité $c_0 = 0,55$ et b) de billes de verres de diamètre $\Phi \leq 50 \mu\text{m}$.

		Crushed sand					Glass beads			
		(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(1)	(2)	(3)	(4)
Triaxial test	ϵ_a	0	0	$0,1 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$3,3 \cdot 10^{-4}$	0	$0,5 \cdot 10^{-2}$	$2,0 \cdot 10^{-2}$	$3,6 \cdot 10^{-2}$
	ϵ_r	0	0	$-0,3 \cdot 10^{-3}$	$-1,0 \cdot 10^{-3}$	$-1,4 \cdot 10^{-3}$	0	$-0,5 \cdot 10^{-2}$	$-2,4 \cdot 10^{-2}$	$-3,5 \cdot 10^{-2}$
	$w(t)$	4,8%	10,1%	14,3%	19,6%	25,8%	5,0%	9,4%	16,2%	22,2%
Top	w_{mes}	4,8%	5,0%	6,2%	12,6%	24,0%	4,9%	5,0%	10,9%	23,4%
Middle	w_{mes}	4,8%	9,1%	17,4%	20,9%	24,0%	4,9%	10,9%	20,5%	22,3%
Bottom	w_{mes}	4,8%	15,3%	24,0%	24,0%	25,6%	4,9%	17,2%	21,2%	23,0%
w_{moy}		4,8%	9,8%	15,9%	19,2%	24,5%	4,9%	11,0%	17,5%	22,9%

Tableau 1.7 – Distribution de la teneur en eau sur la hauteur des échantillons de sable concassé et de billes de verre au cours de l’humidification des échantillons.

Les tests de contrôle ont également permis de vérifier la reproductibilité des expériences (Figure 1.18). Les résultats montrent qu’au début de l’humidification, un gradient de teneur en eau important existe au sein de l’échantillon avec une teneur en eau plus élevée au niveau de l’alimentation en eau (base de l’échantillon). Cependant, juste avant l’effondrement, le gradient de teneur en eau devient négligeable, ce qui indique une homogénéisation de la teneur en eau sur toute hauteur d’échantillon. Seulement, la teneur en eau ne donne aucune indication sur l’état de saturation des échantillons au moment de l’effondrement. Les résultats (Figure 1.19) montrent que l’effondrement se produit avant que les échantillons n’atteignent la saturation.

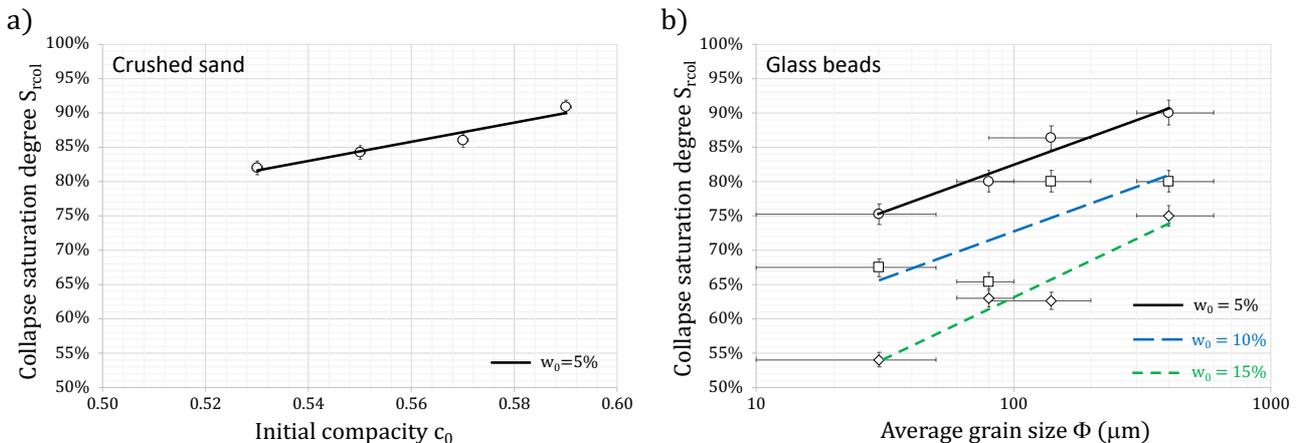


Figure 1.19 – Degré de saturation des échantillons au moment de l’effondrement pour a) le sable concassé et b) les billes de verre.

1.2.3. Effondrement d'origine capillaire des sols

Les résultats de l'étude expérimentale sur l'argile marneuse montrent que, compactée à faible teneur en eau (c'est-à-dire du côté sec de l'optimum Proctor) puis humidifiée sous différentes charges mécaniques, ce sol peut gonfler ou s'effondrer. A l'état d'équilibre hydro-mécanique, on peut observer un gonflement pour des valeurs de contraintes faibles et un effondrement pour des valeurs de contraintes élevées. Lors de l'humidification, il y a une limite clairement identifiable entre le gonflement et l'effondrement du sol pour un indice des vides initial (ou masse volumique sèche initiale) donné(e). Cette limite est régie par une contrainte dite « de transition » σ_{vt} .

La structure des sols argileux peut être dissociée en deux niveaux (Alonso et al. (1999), Delage (2010) et Alonso et al. (2013)) :

- la microstructure qui correspond aux agrégats composés d'une agglomération de feuillets argileux possédant des vides appelés « pores intra-particulaires » restant toujours saturés,
- la macrostructure qui correspond à l'arrangement des agrégats entre eux dans l'espace porale dont les vides sont appelés « pores intra-matrices ».

Lors de l'humidification, l'eau pénètre dans les pores intra-matrices qui alimente en eau les agrégats composés de feuillets d'argile. Pour de faibles contraintes externes appliquées, les agrégats se dilatent ce qui engendre une déformation interne de la microstructure. Au fur et à mesure que la charge de confinement augmente, la tendance au gonflement des agrégats est progressivement masquée par la déformation de la macrostructure puis son effondrement. En effet, au-delà d'un certain seuil de degré de saturation, les ménisques capillaires responsables de la tenue mécanique de la macrostructure se désagrègent par coalescence. Sachant que la microstructure est formée de feuillets indéformables et d'eau incompressible, un réarrangement des agrégats se produit au sein de la macrostructure. Proche de la saturation, une instabilité générale de la structure du sol se développe et une déformation par effondrement se produit.

En ce qui concerne le gonflement, plus le sol est dense, plus le phénomène est accentué. Ceci résulte de la capacité d'adsorption de l'eau par les particules argileuses du sol. Lorsque la densité sèche augmente, le nombre de particules susceptibles de gonfler par unité de volume devient plus important ce qui explique l'augmentation des propriétés de gonflement. On constate également que, à faible contrainte externe appliquée, plus le sol est dense, plus on accentuera le gonflement de la microstructure dans un premier temps suivi d'un effondrement de la macrostructure dans un second temps.

En ce qui concerne l'effondrement, plus le sol est dense, plus le phénomène est réduit. La réduction de la déformation est due à une réduction de la macroporosité (arrangement entre les agrégats). Dès lors, le potentiel d'effondrement est directement lié à la possibilité aux agrégats de se réorganiser au sein de la macrostructure.

Outre la nature minéralogique de l'argile, il s'avère que les potentiels de gonflement/effondrement sont fortement dépendants de l'organisation structurale liée à l'énergie de compactage (densité sèche initiale) et/ou à la teneur en eau initiale (côté sec ou côté humide de l'optimum Proctor). Pour un arrangement de particules donné, si l'eau contenue dans les pores intra-particulaires (au sein de la microstructure) et adsorbée autour des agrégats est généralement associée au phénomène de gonflement, il est plus difficile de conclure sur le rôle de l'eau contenue dans pores inter-particulaires (au sein de la macrostructure). Néanmoins, il est généralement admis que le phénomène d'effondrement est directement associé à la diminution de la succion au sein des pores inter-particulaires qui se traduirait par une perte des forces capillaires entre agrégats participant à la tenue mécanique du sol.

Dans ce cadre, les résultats de l'étude expérimentale sur des milieux granulaires à grains solides indéformables montrent que ces derniers sont sensibles à l'humidification pouvant entraîner un effondrement de la macrostructure. Cet effondrement d'origine purement capillaire est lié à la fusion des ponts liquides préexistants entre les grains ce qui engendre une diminution des forces capillaires au sein de l'échantillon macroscopique.

Cette étude expérimentale a permis de mettre en évidence l'influence de :

- la densité initiale de l'échantillon où plus le milieu granulaire est dense, moins il est sensible au phénomène d'effondrement capillaire,
- la teneur en eau initiale à laquelle a lieu l'humidification où plus le milieu granulaire est humidifié, plus le phénomène d'effondrement sera précoce,
- la distribution granulométrique où plus le milieu granulaire est constitué d'éléments fins, plus il est sensible à l'humidification tant au niveau du point de déclenchement que de l'amplitude du phénomène d'effondrement.

Pour expliquer ces constatations, il faut s'intéresser à l'espace poral et à l'organisation de l'eau dans cet espace. L'espace poral étant plus resserré pour une granulométrie fine, la fusion des ponts capillaires aura un effet beaucoup plus prononcé que dans le cas d'une granulométrie grossière. En effet, les contacts entre des grains fins étant plus nombreux, les efforts de contact entre grains sont plus faibles. A faibles teneurs en eau, les efforts capillaires entre des grains fins sont donc prédominants par rapport à l'effet de gravité. L'augmentation de la teneur en eau entraîne une fusion progressive des ponts capillaires et, par conséquent, une réduction des forces capillaires. Ainsi, les instabilités locales créées par la fusion des ponts capillaires engendreront un réarrangement granulaire plus important au moment de l'effondrement. La distribution de l'eau au sein de l'espace poral dépendra de la quantité présente à l'état initial. Pour une teneur en eau initiale faible, l'eau sera distribuée de façon éparse au sein de l'échantillon et présente sous forme de ponts capillaires isolés entre grains. A l'inverse, pour une teneur en eau initiale élevée, des ponts liquides coalescés entre grains coexisteront avec des ponts liquides isolés. Dès lors, l'humidification accentuera la coalescence des ponts liquides ce qui diminuera l'action des forces capillaires et ce, d'autant plus rapidement que le nombre de ponts liquides coalescés existent de façon importante au sein de l'espace poral.

1.3. Influence de la température sur la consolidation mécanique

Parmi les études expérimentales réalisées sur les couplages thermo-*(hydro)*-mécaniques, de nombreux auteurs se sont intéressés à la consolidation hydro-mécanique et à la consolidation thermo-mécanique des sols. Un des objectifs de ces recherches est notamment d'évaluer l'évolution de la surface de charge, critère indispensable dans la modélisation de loi de comportement thermo-poro-élastoplastique, afin d'identifier le passage d'un comportement élastique à un comportement plastique. La littérature est relativement abondante en conditions saturées des sols fins sur la consolidation thermique à différents états de contrainte et sur la consolidation mécanique à différentes températures maintenues constantes. Néanmoins, à la vue des difficultés expérimentales rencontrées dans le cas non saturé, les résultats expérimentaux sont rares.

En conditions saturées, de nombreux travaux se sont intéressés à l'étude de la consolidation thermique en fonction de l'histoire du matériau et à l'évolution des paramètres de consolidation mécanique en fonction de la température. Dans le cas de la consolidation thermique, l'intérêt s'est porté sur l'incidence du degré de surconsolidation (OCR) sur l'évolution des déformations thermiques. Plum & Esrig (1969) ont montré que, dans le cas d'une illite, le tassement décroît avec l'augmentation de l'OCR. Baldi et al. (1988), Hueckel & Baldi (1990), Towhata et al. (1993a et 1993b), Delage et al. (2000) et Sultan et al. (2002) vont dans le même sens pour différents types d'argiles et avec une gamme d'OCR plus étalée qui permet de constater que, pour des valeurs élevées de l'OCR (>2), on observe un gonflement. Dans le cas de la consolidation mécanique, les études se sont attachées à caractériser les évolutions des indices de compression élastique et plastique ainsi que de la contrainte de préconsolidation du sol. Campanella & Mitchell (1968), Eriksson (1989), Tidförs & Sällfors (1989), Lingnau et al. (1995) et Belanteur et al. (1997) montrent que les indices de compression élastique et plastique sont peu sensibles à la température. En conditions œdométriques (Eriksson (1989) et Tidförs & Sällfors (1989)) ou triaxiales (Hueckel & Baldi (1990), Tanaka et al. (1997), Cui et al. (2000), Graham et al. (2001), Sultan et al. (2002) et Ghembaza et al. (2014)), les résultats obtenus sur différents sols de nature argileuse montrent une diminution de la contrainte de préconsolidation lorsque la température augmente. Cette influence se traduit par le caractère thermo-rétrécissant de la surface de charge.

En conditions non saturées, les travaux prenant en compte la température sont relativement réduits. Dans le cas de la consolidation thermique, on peut citer les travaux de Saix (1991) qui a réalisé des essais de consolidation thermique sur un sable limoneux argileux normalement consolidé à succion constante. Ces essais ont montré une contraction du sol due à la température qui est d'autant plus faible que l'état de contrainte est élevé. Dans le cas de la consolidation mécanique, Recordon (1993) et Saix et al. (2000) constatent une faible incidence de la température sur les indices de compression sur un sol sableux et/ou limoneux. Romero et al. (2001, 2003 et 2005) et Salager et al. (2008) soulignent le thermo-rétrécissant de la surface de charge sur une argile pour le premier et sur un limon pour le second.

Mes travaux de recherche se sont attachés à l'étude de l'évolution des paramètres de consolidation des sols tels que la contrainte de préconsolidation ainsi que les indices de compression élastique et plastique d'un sable limoneux argileux dans le contexte de stockage et de récupération de chaleur dans les sols à faible profondeur.

La plupart des travaux cités ci-dessus, qu'il s'agisse de sols saturés ou de sols non saturés, concernent essentiellement des sols fins à forte proportion d'argile. Pour des sols sableux, à faible proportion d'argile, peu de résultats sont disponibles. Cette étude expérimentale, réalisée dans le cadre de ma thèse sur la rhéologie dans les sols (Jamin (2003)), traite de l'influence de la température sur le comportement mécanique d'un sol granulaire dans des conditions proches de la saturation et des conditions non saturées. Le matériau étudié est le sable limoneux argileux et le dispositif expérimental est le triaxial thermique. On donne les résultats obtenus pour des températures comprises entre 20 et 60°C. Cette influence est illustrée à travers les indices de compression et la contrainte de préconsolidation. On donne ensuite l'évolution de la surface de charge à différentes températures. Enfin, l'analyse des résultats permet d'avancer quelques éléments d'interprétation physique des tendances observées.

- **Caractérisation thermo-hydrigue du sable limoneux argileux**

Avant de présenter les études expérimentales réalisées sur la consolidation mécanique sous l'influence de conditions hydriques et thermiques maintenues constantes, il est nécessaire de caractériser le comportement thermo-hydrigue du matériau d'étude. Dans cet objectif, on a réalisé des essais de désorption et d'adsorption d'eau pour obtenir les courbes caractéristiques du sable limoneux argileux à 20°C et 60°C en utilisant les méthodes classiques.

Dans le domaine funiculaire, les essais ont été réalisés au moyen d'un dispositif de type « plaque de pression » en température dont le schéma de principe est donné à la Figure 1.20a). La succion est appliquée par la méthode de surpression d'air. L'échantillon se trouve dans une cellule hermétique dont la pression d'air est régulée par un circuit pneumatique. Il est disposé sur une céramique poreuse à haute pression d'entrée d'air permettant la continuité de la phase liquide entre l'échantillon et le circuit hydraulique. La cellule contenant l'échantillon est immergée dans un bain thermostaté, permettant ainsi de fixer la température de l'essai.

Dans le domaine hygroscopique, les essais ont été réalisés au moyen d'un dispositif de type « banc de sorption » en température dont le schéma de principe est donné à la Figure 1.20b). La succion est appliquée par la méthode des solutions salines saturées. L'échantillon se trouve dans une boîte hermétique dont l'humidité relative est régulée à l'aide de différents sels. La boîte contenant l'échantillon est immergée dans un bain thermostaté, permettant ainsi de fixer la température de l'essai.

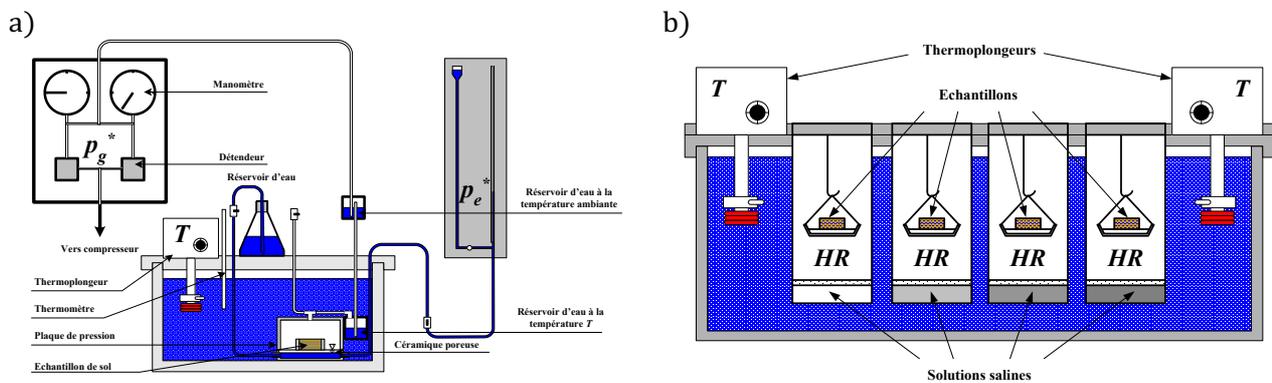


Figure 1.20 – Dispositifs expérimentaux pour la caractérisation thermo-hydrigue à savoir a) la plaque de pression et b) le banc de sorption.

La Figure 1.21 donne les courbes caractéristiques pour des échantillons de sable limoneux argileux pour une masse volumique sèche initiale $\rho_{d0} = 1500 \text{ kg/m}^3$ à 20 et 60°C. A une succion donnée, l'augmentation de température a pour effet de diminuer la teneur en eau dans des proportions relativement faibles (de l'ordre de 1%) mais significatives. A partir de ces résultats, les courbes caractéristiques sol-eau à 20°C et 60°C ont été modélisées à l'aide de l'équation générale proposée par Fredlund & Xing (1994) dont les paramètres sont donnés dans le Tableau 1.8.

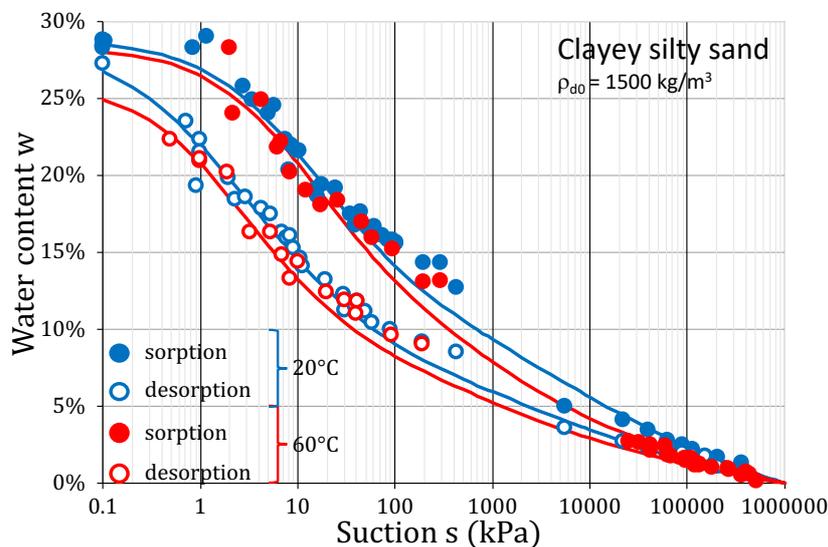


Figure 1.21 – Courbes caractéristiques sol-eau du sable limoneux argileux à 20°C et 60°C.

Path	T (°C)	φ	s_p (kPa)	Inflection point		Residual point		m	n
				s_i (kPa)	w_i (%)	s_r (kPa)	w_r (%)		
Desorption	20	0,03	19 687	5	23,6	2 546	5,8	0,743	0,788
Adsorption	20	0,03	1 601	1	22,0	2 546	6,0	1,004	0,656
Desorption	60	0,03	11 294	5	23,1	500	9,3	0,761	0,819
Adsorption	60	0,03	1 150	1	20,8	500	6,1	0,817	0,843

Tableau 1.8- Paramètres de modélisation des courbes caractéristiques à 20°C et 60°C du sable limoneux argileux.

• Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est un appareil triaxial thermique (Saix & Jouanna (1990) et Jamin et al. (2004)) destiné à l'étude du comportement thermo-hydro-mécanique de sols saturés et non saturés (Figure 1.22).

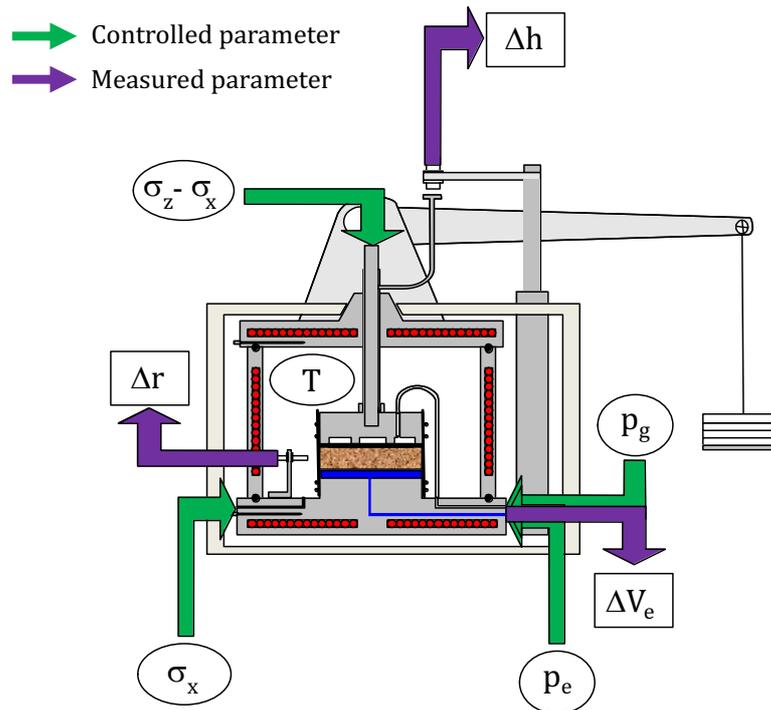


Figure 1.22 – Schématisation de la cellule triaxiale thermique.

Ce dispositif permet la mesure des changements de volumes d'un échantillon de sol de faible élancement (diamètre $D_0 = 70 \text{ mm}$ et hauteur $h_0 = 15 \text{ mm}$). Les variables d'état expérimentales imposées sont :

- la contrainte isotrope σ_x (appliquée par régulation d'une pression d'air),
- la contrainte déviatorique $q = \sigma_z - \sigma_x$ (appliquée par l'intermédiaire d'un bras de levier chargé),
- la pression de la phase gazeuse p_g (appliquée par régulation d'une pression d'air égale à la pression de vapeur saturante),
- la pression de la phase liquide p_e (maintenue égale à la pression atmosphérique),
- la température T (appliquée par des résistances chauffantes, noyées dans les masses métalliques de l'appareil, associées à une régulation).

Lors d'un essai classique sur le sable limoneux argileux non saturé, les teneurs en eau se situent dans le domaine funiculaire où la pression partielle de vapeur d'eau p_v est égale à la pression de vapeur saturante $p_{vs}(T)$ qui ne dépend que de la température T .

La succion $s = p_g - p_e$ est appliquée grâce à la méthode de surpression d'air. Les variables d'état expérimentales mesurées sont les variations de hauteur Δh et de rayon Δr qui permettent de calculer la variation de l'indice des vides Δe et la variation de volume d'eau, entrant ou sortant de l'échantillon, ΔV_e qui permet de calculer la variation de teneur en eau Δw .

Préalablement aux essais, chacune des chaînes permettant d'imposer les variables d'état σ_x , $q = \sigma_z - \sigma_x$, p_g et p_e ou de mesurer les variables Δh , Δr et ΔV_e a été étalonnée en fonction de l'augmentation de la température T et du chargement mécanique afin de tenir compte de la dilatation de l'appareil et de sa déformation élastique (Jamin (2003)).

- **Protocole expérimental**

Le protocole est identique pour les essais réalisés sur le sable limoneux argileux proche de la saturation ou non saturés. Il s'agit d'essais de consolidation mécanique, réalisés à différentes températures, par incréments successifs des contraintes en suivant des chemins de chargement définis par le rapport η entre la contrainte déviatorique q et la contrainte nette moyenne p définie par :

$$p = \frac{1}{3}(\sigma_z + 2\sigma_x) - p_g = \frac{1}{3}((\sigma_z - p_g) + 2(\sigma_x - p_g)) \quad (1.5)$$

Le rapport η peut également s'exprimer par :

$$\eta = \frac{q}{p} = 3 \frac{\sigma_z - \sigma_x}{(\sigma_z - p_g) + 2(\sigma_x - p_g)} \quad (1.6)$$

Ce rapport, maintenu constant dans chaque essai de consolidation mécanique, implique une relation entre la contrainte nette verticale ($\sigma_z - p_g$) et la contrainte nette radiale ($\sigma_x - p_g$) de la forme :

$$\frac{(\sigma_z - p_g)}{(\sigma_x - p_g)} = \frac{3 + 2\eta}{3 - \eta} \quad (1.7)$$

Après chaque application d'un incrément de contraintes, un délai de trois jours est nécessaire pour atteindre un nouvel état d'équilibre thermo-hydro-mécanique qui est alors suivi d'un autre incrément. Le Tableau 1.9 donne les valeurs du rapport η et des températures T étudiées dans le cadre de cette étude expérimentale.

	Near saturation	Unsaturated
s (kPa)	0	5
η (/)	0	$0, \frac{1}{3}, \frac{1}{2}, \frac{3}{4}$ et $\frac{3}{2}$
T (°C)	20, 30, 40, 50 and 60	20, 30, 40, 50 and 60

Tableau 1.9 – Paramètres des essais de consolidation mécanique

La courbe de consolidation mécanique obtenue dans chaque cas permet de déterminer les indices de compression élastique κ et plastique λ ainsi que la contrainte nette verticale limite $(\sigma_z - p_g)_{\eta,L}$ (Figure 1.23) correspondant à la contrainte de préconsolidation.

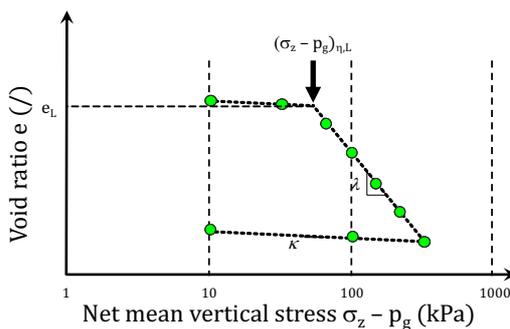
Afin de représenter la surface de charge pour le même indice des vides e_{sc} , les contraintes nettes verticales limites sont corrigées à l'aide de la relation :

$$\frac{(\sigma_z - p_g)_{\eta,L}^{Cor}}{(\sigma_z - p_g)_{\eta,L}} = \exp\left(\frac{e_L - e_{sc}}{\lambda}\right) \quad (1.8)$$

Le couple de contraintes de préconsolidation $(p_\eta; q_\eta)_L$, défini pour chaque chemin de chargement η , s'en déduit par la relation :

$$(p_\eta; q_\eta)_L = \left(\frac{3}{3+2\eta}(\sigma_z - p_g)_{\eta,L}^{Cor}; \frac{3\eta}{3+2\eta}(\sigma_z - p_g)_{\eta,L}^{Cor}\right) \quad (1.9)$$

a)



b)

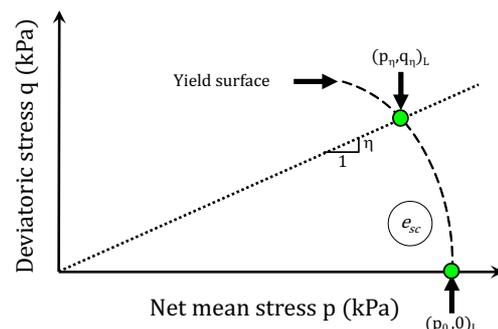


Figure 1.23 – Exemple de a) courbe de consolidation et de b) surface de charge.

1.3.1. Résultats en conditions proches de la saturation

L'échantillon de sol est réalisé directement dans la cellule triaxiale par compactage statique. La mise en place des conditions initiales consiste à appliquer à l'échantillon une contrainte isotrope $\sigma_{x0} = 10 \text{ kPa}$, une pression de la phase liquide p_e et de la phase gazeuse p_g nulles ainsi que la température T_0 de l'essai variant de 20°C à 60°C. L'état d'équilibre thermo-hydro-mécanique pris comme état initial est obtenu au bout de quatre jours. Le Tableau 1.10 donne l'état initial de chaque essai.

Test	T_0 (°C)	s_0 (kPa)	p_0 (kPa)	q_0 (kPa)	w_0 (%)	$S_{r,0}$ (%)	e_0 (/)
S1	20	0	10	0	26,9	93,3	0,764
S2	30	0	10	0	27,8	96,8	0,761
S3	40	0	10	0	24,1	83,8	0,762
S4	50	0	10	0	26,2	92,0	0,755
S5	60	0	10	0	27,1	95,7	0,752

Tableau 1.10 – Conditions initiales des essais de consolidation mécanique.

Cas proche de la saturation

Les courbes de consolidation obtenues aux différentes températures sont données à la Figure 1.24 et le Tableau 1.11 donne les indices de compression élastique κ et plastique λ ainsi que les contraintes de préconsolidation $p_{0,L} = (p_0; 0)_L$ obtenues à partir des courbes de consolidation.

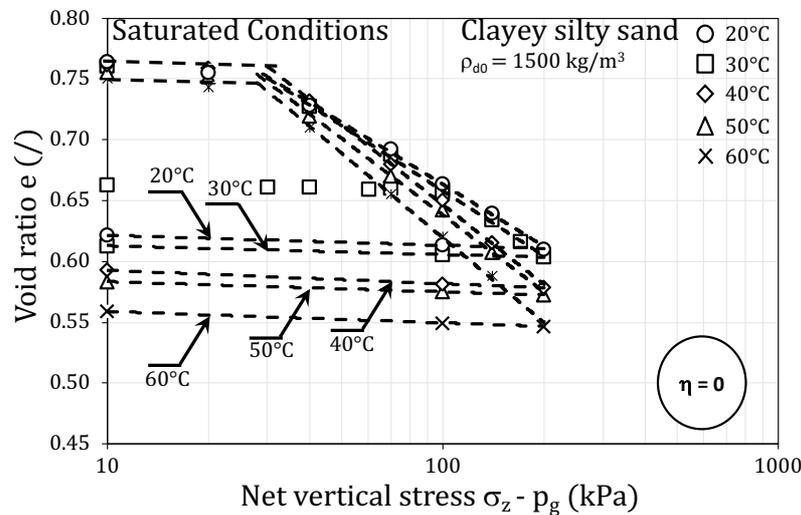


Figure 1.24 – Courbes de consolidation isotrope obtenues dans les essais sur le sable limoneux argileux proche de la saturation.

Test	T_0 (°C)	κ (/)	λ (/)	$p_{0,L}$ (kPa)
S1	20	0,0083	0,1691	28,3
S2	30	0,0074	0,1771	28,8
S3	40	0,0110	0,2174	32,2
S4	50	0,0083	0,2088	28,9
S5	60	0,0094	0,2307	27,8

Tableau 1.11 – Indices de compression et contraintes de préconsolidation obtenus dans les essais sur le sable limoneux argileux proche de la saturation.

Les résultats obtenus sur les indices de compression et sur les couples de contraintes de préconsolidation sont regroupés dans les Figure 1.25 a) et b) qui montrent que :

- l'indice de compression plastique augmente avec la température ce qui traduit un ramollissement du sol,
- l'indice de compression élastique n'est pas affecté par la température,
- la contrainte de préconsolidation reste insensible à la température et prend une valeur moyenne voisine de 29 kPa.

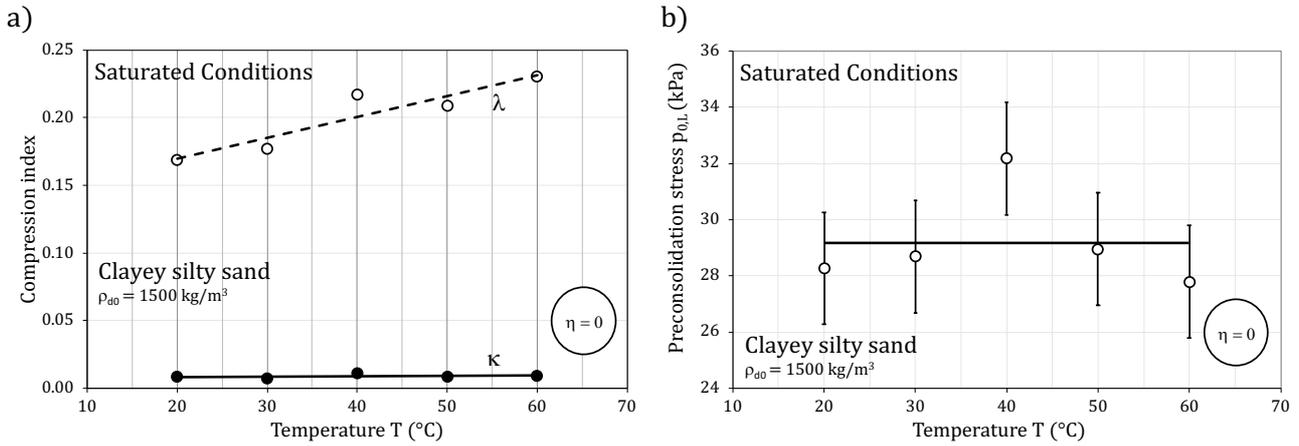


Figure 1.25 – Évolutions avec la température a) des indices de compression mécanique et b) de la contrainte de préconsolidation dans le cas d'essais isotropes proche de la saturation.

On peut noter ici une différence de comportement par rapport aux argiles concernant l'incidence de la température sur l'indice de compression plastique et sur la contrainte de préconsolidation. Comme on l'a vu, dans le cas des argiles (sols cohérents), les indices de compression sont insensibles à la température alors que la contrainte de préconsolidation diminue avec l'augmentation de la température. Dans le cas d'un sable limoneux argileux (sol pulvérulent), on constate des tendances différentes.

1.3.2. Résultats en présence de ponts capillaires

Dans ces essais, l'échantillon de sol est également réalisé dans la cellule triaxiale par compactage statique. La mise en place des conditions initiales consiste à appliquer à l'échantillon une contrainte isotrope $\sigma_{x0} = 10 \text{ kPa}$, une pression de la phase liquide $p_e = 0 \text{ kPa}$, une pression de la phase gazeuse $p_g = 5 \text{ kPa}$ et la température T_0 de l'essai variant de 20°C à 60°C. L'état d'équilibre thermo-hydro-mécanique pris comme état initial est obtenu au bout de quatre jours. Les essais de consolidation mécanique sont réalisés aux cinq températures annoncées pour chacun des six chemins de chargement. A titre d'exemple, le Tableau 1.12 donne l'état initial des essais de consolidation isotrope ($\eta = 0$).

Test	T_0 ($^{\circ}\text{C}$)	s_0 (kPa)	p_0 (kPa)	q_0 (kPa)	w_0 (%)	S_{r0} (%)	e_0 (/)
NS1	20	5	10	0	16,9	59,3	0,755
NS2	30	5	10	0	19,1	67,7	0,747
NS3	40	5	10	0	18,3	65,5	0,741
NS4	50	5	10	0	19,7	69,7	0,749
NS5	60	5	10	0	17,3	60,8	0,759

Tableau 1.12– Conditions initiales des essais de consolidation mécanique en conditions non saturées. Les courbes de consolidation obtenues aux différentes températures sont données à la Figure 1.26.

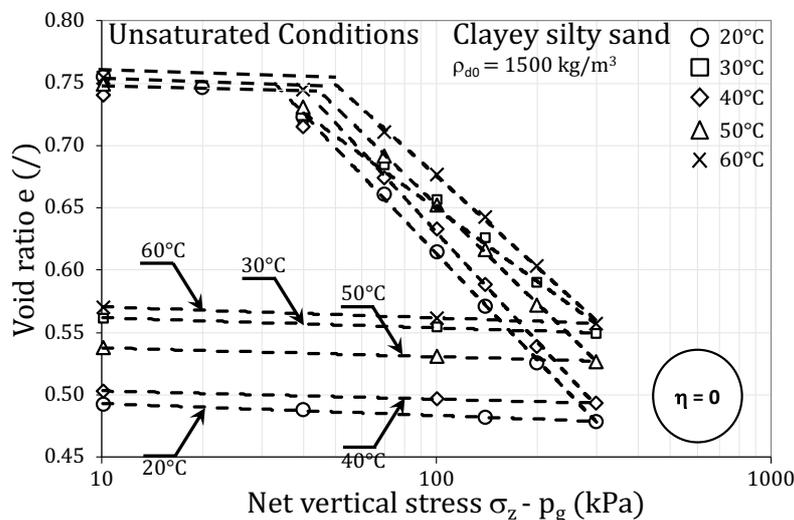


Figure 1.26 – Courbes de consolidation isotrope obtenues dans les essais sur le sable limoneux argileux en conditions non saturées.

Le Tableau 1.13 donne les indices de compression élastique κ et plastique λ ainsi que les contraintes de préconsolidation $p_{0,L} = (p_0; 0)_L$ obtenues à partir des courbes de consolidation. Les résultats obtenus sur les indices de compression et sur les couples de contraintes de préconsolidation sont regroupés dans les Figure 1.27 a) et b) qui montrent que :

- les indices de compression élastique et plastique restent insensibles à la température,
- la contrainte de préconsolidation augmente avec la température.

Test	T_0 (°C)	κ (/)	λ (/)	$p_{0,L}$ (kPa)
NS1	20	0,0097	0,2825	32,7
NS2	30	0,0081	0,2041	34,9
NS3	40	0,0064	0,2765	37,9
NS4	50	0,0071	0,2616	44,9
NS5	60	0,0090	0,2429	50,6

Tableau 1.13– Indices de compression et contraintes de préconsolidation obtenus dans les essais sur le sable limoneux argileux en conditions non saturées.

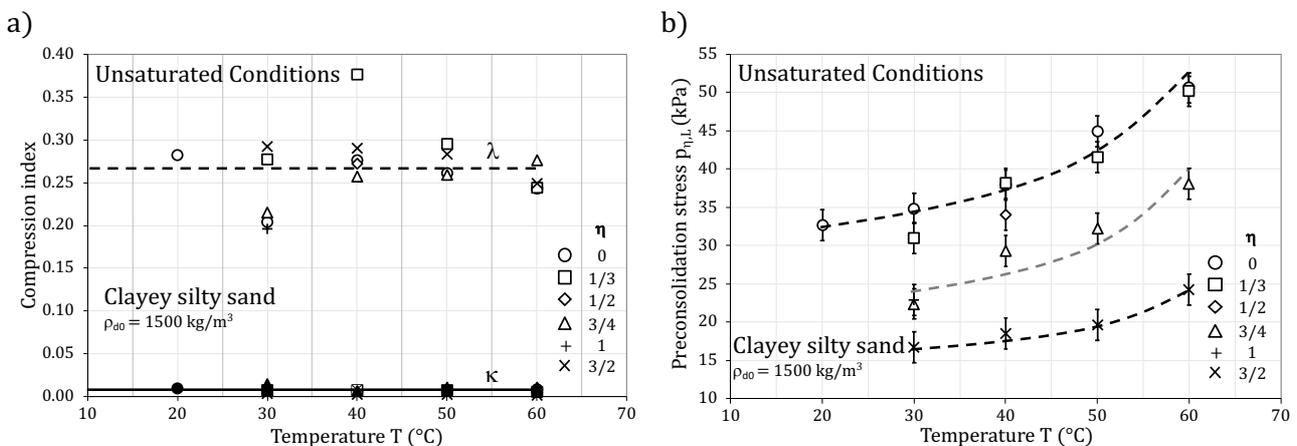


Figure 1.27 – Évolutions avec la température a) des indices de compression mécanique et b) de la contrainte de préconsolidation en conditions non saturées.

Les couples de contraintes de préconsolidation $(p_\eta; q_\eta)_L$ permettent de représenter, dans le plan des contraintes $(p; q)$, les surfaces de charge aux différentes températures (Figure 1.28). Cette représentation fait clairement apparaître le caractère dilatant de la surface de charge avec l'augmentation de la température pour le sable limoneux argileux en conditions non saturées.

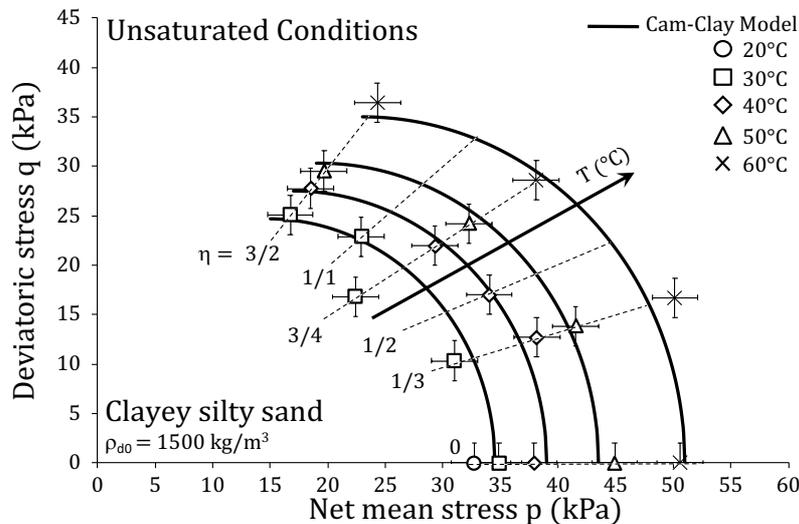


Figure 1.28 – Évolution de la surface de charge avec la température en conditions non saturées

Le modèle Cam-Clay Modifié, étendu au cas non saturé par Alonso et al. (1990), a été testé pour préciser ces surfaces de charge à l'aide de l'équation :

$$q^2 - [M(T)]^2 [p + p_s(s, T)][p_0(s, T) - p] = 0 \quad (1.10)$$

où $M(T)$ est la pente de la droite d'état critique, $p_0(s, T)$ la contrainte de préconsolidation isotrope et $p_s(s, T)$ la contrainte rendant compte de l'augmentation de la cohésion avec la succion et la température. Ces paramètres sont donnés pour le sable limoneux argileux dans le Tableau 1.14 qui montre que la pente de la droite d'état critique est un paramètre indépendant de la température.

T_0 (°C)	$M(T)$	$p_0(s, T)$ (kPa)
20	-	32,7
30	1,25	34,5
40	1,25	39,0
50	1,25	43,5
60	1,25	51,0

Tableau 1.14- Paramètres du modèle Cam-Clay Modifié pour le sable limoneux argileux en conditions non saturées.

La sensibilité du sable limoneux argileux vis-à-vis de la température se traduit par un comportement qui est différent :

- de celui des argiles dont traite essentiellement la littérature,
- selon que le sable limoneux argileux est proche de la saturation ou non saturé.

L'ensemble des résultats expérimentaux de la littérature sur les argiles et des essais réalisés sur le sable limoneux argileux permet de souligner les tendances suivantes :

- pour les argiles, saturées ou non saturées, les indices de compression restent insensibles à la température et la surface de charge présente un caractère thermo-contractant (diminution de la contrainte de préconsolidation avec la température),
- pour le sable limoneux argileux proche de la saturation, l'indice de compression élastique reste constant alors que l'indice de compression plastique augmente avec la température. La surface de charge reste insensible à la température,
- pour le sable limoneux argileux non saturé, les indices de compression restent insensibles à la température et la surface de charge présente un caractère thermo-extensif (augmentation de la contrainte de préconsolidation avec la température).

1.3.3. Influence de la succion et de la température sur les ponts capillaires

Pour un sol granulaire, la surface de charge est faiblement influencée par la température en conditions proches de la saturation et adopte un caractère thermo-extensif en conditions non saturées. Ces tendances apparaissent en opposition avec celles rencontrées dans la littérature pour divers sols fins de nature argileuse qui présentent au contraire un caractère thermo-rétrécissant quelle que soit la valeur de la succion considérée.

Dans les sols non saturés, la capillarité induit deux phénomènes majeurs :

- le premier est un phénomène hydrique où la capacité de rétention d'eau de la phase solide sur la phase liquide résulte en partie du phénomène de capillarité qui est régi par la loi de Jurin-Laplace,
- le second est phénomène mécanique où chaque pont capillaire, en fonction de sa géométrie, génère une force de cohésion inter-granulaire.

Concernant l'aspect hydrique, dans le cas d'une goutte, le saut de pression existant entre les phases liquide et gazeuse est régi par la loi de Laplace. Cette loi relie la différence de pression entre la phase gazeuse p_g et la phase liquide p_e à la tension superficielle du liquide σ_s et aux rayons de courbure de l'interface R_1 et R_2 :

$$p_g - p_e = \sigma_s \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad (1.11)$$

Si on considère un ménisque d'eau supposé sphérique dans un tube capillaire, les rayons de courbure sont égaux ($R_1 = R_2 = R_m$) et sachant que la suction s est définie comme la différence de pression entre phase gazeuse p_g et phase liquide p_e , l'équation (1.11) prend une forme simplifiée pour donner la loi de Jurin-Laplace :

$$s = p_g - p_e = \frac{2\sigma_s}{R_m} \quad (1.12)$$

A partir de l'équation (1.12), une première interprétation physique des tendances obtenues permet de comprendre, en partie du moins, le rôle joué par la suction et la température sur les rayons moyens R_m des ménisques capillaires. En effet, sachant que la tension superficielle σ_s est une fonction décroissante de la température T ($d\sigma_s/dT < 0$), on peut en conclure que :

- à température constante T , une augmentation de la suction s conduit à une diminution du rayon moyen des ménisques R_m ,
- à suction constante s , une augmentation de la température T induit une diminution de la tension superficielle σ_s ce qui engendre une diminution du rayon moyen des ménisques R_m .

Dès lors, une augmentation de la suction à température constante ou une augmentation de la température à suction constante conduit donc à une diminution du rayon moyen des ménisques. Cette diminution se traduit par une augmentation des forces de cohésion par capillarité entre les grains, ce qui a pour effet de limiter leurs réarrangements qui sont les principaux facteurs des irréversibilités dans le comportement des sols. Cette limitation correspond à une augmentation de la contrainte de préconsolidation, et donc à une extension de la surface de charge.

Concernant l'aspect mécanique, les forces capillaires dépendent de la quantité de liquide présente dans le milieu et de ses propriétés. Pour schématiser ce second phénomène, prenons le cas de deux grains identiques, parfaitement sphériques de rayon R , reliés par un pont capillaire (Figure 1.29).

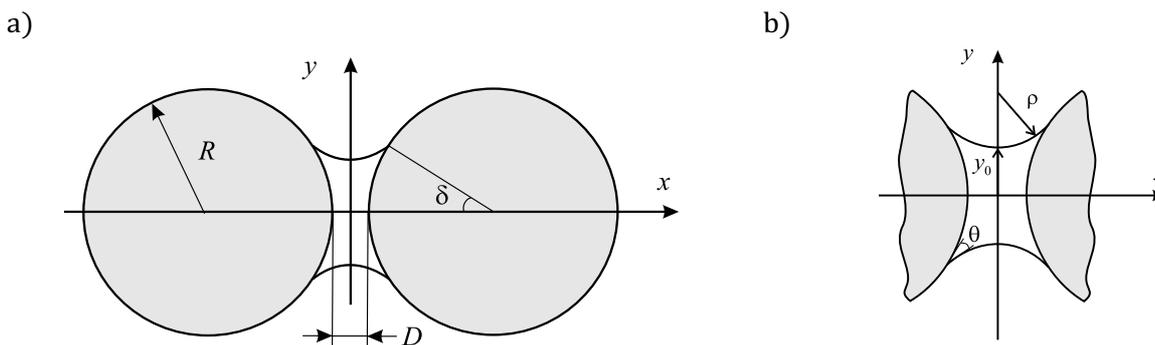


Figure 1.29 – Pont liquide entre deux grains de même taille (cas monodisperse) :

a) vue d'ensemble du doublet capillaire et b) détail du pont liquide (Soulié (2005)).

La force capillaire F_{cap} générée par le pont liquide est la somme d'une part, de la force de tension superficielle σ_s du liquide et, d'autre part, de la force due à la différence de pression Δp entre l'air p_g présent dans l'espace poral et l'eau p_e constituant le pont liquide :

$$F_{cap} = 2\pi\sigma_s R \sin \delta \sin(\delta + \theta) + \pi(R \sin \delta)^2 \Delta p \quad (1.13)$$

avec θ , l'angle de mouillage et δ , l'angle de remplissage correspondant à la portion de grain solide « mouillé » par le liquide. Dans l'hypothèse où la différence de pression $\Delta p = (p_g - p_e)$ est homogène dans tout le milieu granulaire alors cette pression correspond à la suction s dans le milieu.

Toute la difficulté de savoir l'influence de la température sur la force capillaire est la prise en compte de la variation de température sur les propriétés physiques du liquide considéré. En effet, la température modifie la tension superficielle ($d\sigma_s/dT < 0$) et le volume d'eau ($dV_w/dT > 0$). Selon des études expérimentales / numériques menées par Soulié (2005), les variations de ces différents paramètres présentent les tendances suivantes :

- la tension superficielle diminue avec la température, ce qui diminue l'intensité de la force capillaire,
- le volume du pont liquide augmente avec la température (par l'intermédiaire du coefficient de dilatation volumique), ce qui a tendance à augmenter la force capillaire,

- l'angle de mouillage semble diminuer avec la température cependant, ce paramètre présente un comportement sensible aux conditions environnementales. L'influence de ce paramètre sur la force capillaire est complexe, il est donc difficile d'identifier l'effet de l'angle de mouillage et de la température sur la force capillaire.

En mécanique des sols, il est souvent admis que les grains solides sont parfaitement mouillants (angle de mouillage $\theta \approx 0^\circ$) avec le liquide mais, même sous cette hypothèse, il est difficile de dégager une évolution de la force capillaire avec la température étant donnée la dualité des propriétés physiques notamment concernant la tension superficielle et la dilatation volumique du liquide.

Dès lors, la caractérisation constitutive du comportement thermo-hydro-mécanique d'un sol non saturé nécessite, en plus des dispositifs expérimentaux pointus à différentes échelles (locale et macroscopique), une analyse théorique plus fine dans la prise en compte de chaque paramètre où les modèles de cohésion par capillarité à l'échelle locale existants sont à revoir dans un cadre thermo-hydro-mécanique plus large.

1.4. Transport d'eau de l'état saturé à l'état quasiment sec

En phase liquide, l'eau impliquée dans le processus de transport est libre et peut circuler sous l'effet d'un gradient hydraulique selon une loi de type Darcy. Une hypothèse classique est la continuité de la phase liquide au sein de l'espace poral, le transport d'eau s'effectuant essentiellement par filtration en phase liquide. En phase gazeuse, les phénomènes de changement de phase précèdent le transport d'eau qui est alors principalement diffusif sous l'effet d'un gradient de pression de vapeur selon une loi de type Fick. Une hypothèse classique est la continuité de la phase gazeuse au sein de l'espace poral, le transport d'eau s'effectuant essentiellement par diffusion de vapeur d'eau en phase gazeuse. Les limites entre les régimes hydriques, où le transport d'eau se produit par ces différents mécanismes, sont des propriétés intrinsèques du sol considéré. Dans le cas de la désaturation d'un sol de l'état saturé à un état presque sec, il est utile de connaître les teneurs en eau de transition d'un régime à un autre. Néanmoins, il existe encore un verrou scientifique sur le lien entre ces teneurs en eau de transition délimitant les différents régimes hydriques et le comportement mécanique observé au cours du séchage. La littérature est relativement abondante selon que le matériau est saturé ou non saturé, mais le domaine de teneur en eau est souvent limité et il est rare qu'une étude impliquant le transport d'eau couvre tous les domaines de teneur en eau à savoir de la saturation à l'état presque sec (équilibre hygroscopique pour une faible humidité relative). Dans le cas du séchage à partir d'un état saturé jusqu'à un état quasiment sec d'une argile, il existe dans une première phase un important retrait qui accompagne la perte d'eau du sol. Par la suite, ce retrait diminue progressivement et des contraintes internes commencent à se développer. Lorsque ces contraintes dépassent un seuil, elles provoquent des fissures (Towner (1987a)), notamment dans les zones soumises à de la traction (Towner (1987b)). Les propriétés mécaniques du sol et les propriétés de transport d'eau peuvent alors être complètement modifiées. L'importance des déformations lors de la désaturation pour plusieurs matériaux a permis le développement d'approches de transport prenant en compte le comportement mécanique (Aregba et al. (1990), Robinet et al. (1992), Kowalski (2002) ainsi que Audiguier et al. (2007)) ou mettant en évidence les interactions (Ketelaars et al. (1994), Kroes et al. (1996), Augier et al. (2002), El Youssoufi et al. (2002a et 2002b) ainsi que Chemkhi et al. (2015)).

Une des préoccupations des chercheurs, notamment en science des sols, est d'être capable d'estimer expérimentalement l'évolution de la perméabilité en conditions non saturées. Toute la difficulté expérimentale réside dans le fait qu'une mesure directe de ce paramètre est impossible ce qui oblige les expérimentateurs à proposer des méthodes de détermination indirectes. Plusieurs auteurs ont proposé de déterminer l'évolution du coefficient de perméabilité de la saturation jusqu'à la limite des régimes pendulaire et hygroscopique à partir de la courbe caractéristique sol-eau (Burdine (1953), Gardner (1958), Brooks & Corey (1964), Mualem (1976), Van Genuchten (1980), Van Genuchten & Nielsen (1985), Yates et al. (1992), Fredlund et al. (1994) et Fleureau & Taïbi (1995)). Néanmoins, comme le précise très justement Alonso et al. (1987) ainsi que Fleureau et al. (1993), la courbe de rétention sol-eau n'est pas suffisante en soi car, au cours de la désaturation, il apparaît des déformations irréversibles dans le domaine saturé au-delà d'une succion limite souvent associée à la succion d'entrée d'air ce qui modifie les coefficients de transport d'eau en phase liquide.

Certains auteurs ont développé des méthodes de mesures indirectes de la perméabilité des sols en conditions non saturées (Schneider et al. (2006), Schindler et al. (2010) ainsi que Kébré et al. (2017)). Il s'avère que, selon les résultats expérimentaux obtenus, les modèles sont satisfaisants pour des sols à faibles teneurs en argile (très peu sensibles au couplage hydro-mécanique) mais sont à améliorer en prenant en compte le retrait des sols à fortes teneurs en argile au cours de la désaturation.

Un autre aspect concerne l'identification des limites entre les différents régimes hydriques cités au §1.1.1. Les nombreuses propositions de modélisation de la courbe caractéristique se basent sur l'analyse de la courbe par extrapolation pour en déduire par exemple, la teneur en eau résiduelle (Gardner (1958), Brooks & Corey (1964), Mualem (1976), Van Genuchten (1980), Fredlund & Xing (1994)) à partir de laquelle il n'y a plus de filtration d'eau en phase liquide (Fredlund et al. (1994)).

Mes travaux de recherche (Jamin (2003)) concernant le couplage thermo-hydrique-*(mécanique)* se sont attachés à l'étude de l'évolution du coefficient de transport global d'eau d'un état saturé jusqu'à un état quasiment sec pour un sable limoneux argileux qui est un sol peu sensible aux variations hydriques en termes de déformation. L'analyse des résultats expérimentaux permet également de discuter autour des différentes limites hydriques (funiculaire, pendulaire et hygroscopique) qui sont encore aujourd'hui souvent source de diverses controverses.

1.4.1. Modèle général de transport d'eau

Dans cette étude, on considère la température uniforme et constante, et on admet que la phase gazeuse se comporte comme un mélange de gaz parfaits dont la pression demeure uniforme et constante.

- **Bilan de masse d'eau liquide**

$$\frac{\partial \rho_e}{\partial t} = -J_{e,k}^k - C_e \quad (1.14)$$

où ρ_e est la masse volumique apparente de l'eau liquide (kg/m^3), J_e^k est le flux de filtration de l'eau liquide ($kg/(m^2.s)$) et C_e traduit l'apport de masse d'eau liquide au constituant vapeur par changement de phase ($kg/(m^3.s)$).

- **Bilan de masse de vapeur d'eau**

$$\frac{\partial \rho_v}{\partial t} = -J_{v,k}^k + C_e \quad (1.15)$$

où ρ_v est la masse volumique apparente de la vapeur d'eau (kg/m^3) et J_v^k est le flux de diffusion du constituant vapeur ($kg/(m^2.s)$).

- **Flux massique de changement de phase**

La caractérisation du flux massique de changement de phase C_e a fait l'objet d'études particulières (Bénet & Jouanna (1982 et 1983)). L'étude expérimentale de la loi de changement de phase a été réalisée par Fras (1989), Ruiz (1998), Chamhari (2002), Lozano (2007), Ouédraogo (2008) et Ouoba (2009). Ces études ont permis d'aboutir à la détermination d'un coefficient phénoménologique de changement de phase en fonction de la teneur en eau (Chamhari et al. (2003 et 2008), Lozano et al. (2008 et 2009)) et de la température (Ruiz & Bénet (2001) et Bénet et al. (2009)).

- **Bilan de masse totale d'eau**

Dans ce travail, on s'intéresse au transport d'eau sans faire de distinction entre la phase liquide et la phase vapeur. La sommation des bilans de masses d'eau liquide (1.14) et vapeur d'eau (1.15) permet d'éliminer le terme lié au phénomène de changement de phase. Le bilan de masse totale d'eau s'écrit alors sous la forme :

$$\frac{\partial(\rho_e + \rho_v)}{\partial t} = -(J_e^k + J_v^k)_{,k} \quad (1.16)$$

En introduisant la teneur en eau w (définie par $\rho_e = w\rho_d$ où ρ_d est la masse volumique apparente sèche du sol (kg/m^3)) et en admettant que la masse volumique apparente de la vapeur est négligeable devant la masse volumique apparente de l'eau ($\rho_e \gg \rho_v$), la relation (1.16) s'écrit sous la forme :

$$\left(\rho_d + w \frac{\partial \rho_d}{\partial w}\right) \frac{\partial w}{\partial t} = -(J_e^k + J_v^k)_{,k} \quad (1.17)$$

Cette équation de bilan (1.17) fait intervenir les flux d'eau sous forme liquide et vapeur qu'on développe par la suite à l'aide de relations phénoménologiques de transport d'eau dans un sol.

- **Relation phénoménologique de filtration**

La relation phénoménologique de transport isotherme d'eau par filtration dans un milieu poreux ou loi de Darcy généralisée s'écrit :

$$J_e^k = -\rho_w \frac{F}{T} (p_{e,k} + \rho_w g^k) \quad (1.18)$$

où F est le coefficient phénoménologique de transport d'eau par filtration ($K.s.m^3.kg^{-1}$), T la température (K), p_e la pression de l'eau (Pa), ρ_w la masse volumique spécifique de l'eau et g^k l'accélération de la pesanteur.

En introduisant le coefficient relatif de perméabilité d'un sol $k_r(w)$ défini à partir des perméabilités en conditions saturées $K_s(w_{sat})$ et non saturées $K_{ns}(w)$ par (Fredlund et al. (1994)) :

$$k_r(w) = \frac{K_{ns}(w)}{K_s(w_{sat})} \quad (1.19)$$

Le flux de filtration de la phase liquide s'écrit :

$$J_e^k = -k_r(w) \frac{K_s(w_{sat})}{g} (p_{e,k} + \rho_w g^k) \quad (1.20)$$

Les relations (1.18) et (1.20) donnent :

$$\rho_w \frac{F}{T} = k_r(w) \frac{K_s(w_{sat})}{g} \quad (1.21)$$

A l'équilibre thermodynamique, la succion capillaire $s = p_g - p_e$ et la teneur en eau w sont liées par la courbe de rétention d'eau du sol. La pression de phase gazeuse étant uniforme et constante, la relation (1.20) de transport isotherme d'eau par filtration devient :

$$J_e^k = k_r(w) \frac{K_s(w_{sat})}{g} \left(\frac{\partial s}{\partial w} w_{,k} - \rho_w g^k \right) \quad (1.22)$$

où $\partial s / \partial w$ correspond à la pente de la courbe de rétention d'eau présentée à la Figure 1.21.

Sous l'hypothèse d'un transport unidirectionnel suivant un axe horizontal, le flux de transport d'eau par filtration (1.22) peut s'écrire :

$$J_e(x) = k_r(w) \frac{K_s(w_{sat})}{g} \frac{ds}{dw} \frac{dw}{dx} \quad (1.23)$$

En écrivant le flux de transport d'eau sous la forme :

$$J_e(x) = -F^* \frac{dw}{dx} \quad (1.24)$$

avec F^* un coefficient de transport isotherme d'eau par filtration défini par :

$$F^* = -k_r(w) \frac{K_s(w_{sat})}{g} \frac{ds}{dw} \quad (1.25)$$

• Relation phénoménologique de diffusion

La relation phénoménologique de transport isotherme d'eau par diffusion de vapeur dans un milieu poreux s'écrit :

$$J_v^k = -D \frac{M_e}{RT} \frac{p_g}{p_g - p_v} p_{v,k} \quad (1.26)$$

où D est le coefficient phénoménologique de transport d'eau par diffusion (kg.K.s.m^{-3}), M_e la masse molaire de l'eau, R la constante des gaz parfaits, p_g la pression de la phase gazeuse (Pa) et p_v la pression de vapeur (Pa) définie par :

$$p_v = HR \cdot p_{vs}(T) \quad (1.27)$$

où HR est l'humidité relative et $p_{vs}(T)$ la pression de vapeur saturante à la température T .

Le coefficient phénoménologique de transport d'eau par diffusion D s'exprime en fonction du coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans l'air D_{va} (De Vries & Kruger (1967)) et d'une fonction de correction $f(\theta_g)$ qui prend en compte l'effet de la tortuosité (Baver et al. (1972), Penman (1940a et 1940b) et Curie (1960a, 1960b et 1961)) par la relation :

$$D = f(\theta_g) D_{va} \quad (1.28)$$

avec θ_g la fraction volumique de gaz.

A l'équilibre thermodynamique, l'humidité relative HR et la teneur en eau w sont liées par les isothermes de désorption. Compte tenu des expressions (1.27) et (1.28), la relation (1.26) de transport d'eau par diffusion peut se mettre sous la forme :

$$J_v^k = -f(\theta_g) D_{va} \frac{M_e}{RT} \frac{p_g}{p_g - p_v} p_{vs}(T) \frac{dHR}{dw} w_{,k} \quad (1.29)$$

où dHR/dw est la pente de l'isotherme de désorption.

Sous l'hypothèse d'un transport unidirectionnel suivant un axe horizontal, le flux de transport d'eau par diffusion (1.29) peut s'écrire :

$$J_v(x) = -D^* \frac{dw}{dx} \quad (1.30)$$

avec D^* un coefficient de transport d'eau par diffusion défini par :

$$D^* = f(\theta_g) D_{va} \frac{M_e}{RT} \frac{p_g}{p_g - p_v} p_{vs}(T) \frac{dHR}{dw} \quad (1.31)$$

- **Approche globale de transport**

Le parti pris de ce travail qui est de s'intéresser au transport global de l'eau et la similitude des relations (1.24) et (1.30) qui permettent d'écrire le flux massique d'eau sous la forme :

$$J(x) = J_e(x) + J_v(x) = -G^* \frac{dw}{dx} \quad (1.32)$$

où G^* est un coefficient global de transport d'eau.

Dans le cas d'un transport d'eau par filtration, le coefficient global de transport d'eau G^* pourra être relié au coefficient relatif de perméabilité $k_r(w)$ par la relation (1.25). Dans le cas d'un transport d'eau par diffusion, le coefficient global de transport d'eau G^* pourra être relié au coefficient de diffusion de la vapeur dans l'air D_{va} par la relation (1.31). La détermination de ce coefficient global de transport d'eau G^* fait l'objet du paragraphe suivant. Elle est réalisée sur des échantillons de sable limoneux argileux et sur un domaine de teneur en eau allant de la quasi-saturation à la teneur en eau d'équilibre imposée par une solution saline.

Dans l'hypothèse d'un transfert unidirectionnel symétrique sur un échantillon de longueur L pour lequel le flux est nul à l'abscisse $L/2$, l'expression du flux $J(x)$ à l'abscisse x comprise entre 0 et $L/2$ est la suivante :

$$J(x) = - \int_x^{L/2} \left(\rho_a + w \frac{\partial \rho_a}{\partial w} \right) \frac{\partial w}{\partial t} dx \quad (1.33)$$

L'expression (1.33) du flux $J(x)$ fait intervenir la variation de la masse volumique apparente de la phase solide ρ_a en fonction de la teneur en eau massique w . Il s'agira alors de vérifier pour chaque type de sol si la variation de la teneur en eau au cours du séchage entraîne ou non une déformation de la macrostructure. Dans l'affirmative, il y aura lieu de prendre en compte le terme $\partial \rho_a / \partial w$ dans les calculs.

La détermination du coefficient global de transport d'eau G^* se fait donc en utilisant la relation :

$$G^* = \frac{\int_x^{L/2} \left(\rho_a + w \frac{\partial \rho_a}{\partial w} \right) \frac{\partial w}{\partial t} dx}{\frac{\partial w}{\partial x}} \quad (1.34)$$

Cette méthodologie a été appliquée, dans la section suivante, sur des échantillons de sable limoneux argileux et pour un domaine de teneur en eau allant de la quasi-saturation jusqu'à la teneur en eau d'équilibre hygroscopique imposée par une solution saline.

- **Protocole expérimental**

Le protocole expérimental des essais de désaturation est présenté à la Figure 1.30. Des échantillons cylindriques (diamètre 18,2 mm, longueur 70 mm) de sable limoneux argileux sont réalisés avec une masse volumique apparente sèche $\rho_{a0} = 1500 \text{ kg/m}^3$ et une teneur en eau de $w_0 = 25\%$. Les faces latérales des échantillons sont rendues étanches à l'aide d'un film plastique afin d'imposer des transferts unidirectionnels ❶. Les échantillons sont ensuite placés dans un dessiccateur où l'humidité relative est régulée à 43% par une solution saline de carbonate de potassium ❷. À différents instants, des échantillons sont prélevés et découpés en morceaux ❸. On obtient ainsi pour chaque échantillon prélevé le profil longitudinal de la teneur en eau $w = w(x|t_j)$ à l'instant t_j en tenant compte de la symétrie de l'échantillon ❹. A la fin de l'essai, on accède à la cinétique $w = w(x_i|t)$ pour une abscisse x_i sur l'axe longitudinal de l'échantillon ❺.

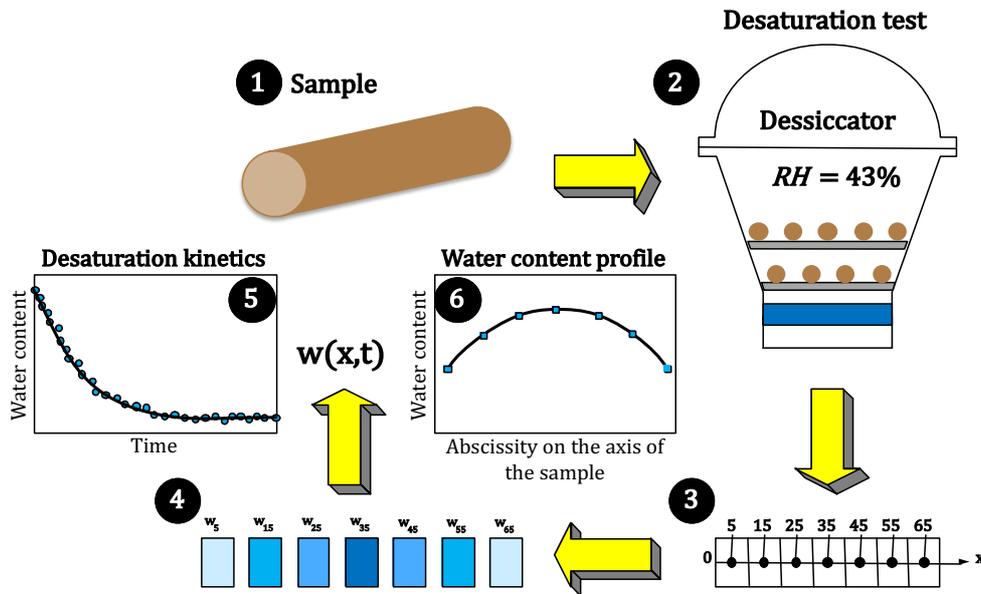


Figure 1.30 – Principe de l'étude de désaturation d'échantillons de sol.

Tout d'abord, l'exploitation des résultats consiste à approcher les cinétiques $w = w(x_i|t_j)$ par des fonctions polynomiales ⑤. Ensuite, ces approximations permettent de reconstituer les profils de teneur en eau $w = w(x|t_j)$ à chaque instant t_j ⑥. Enfin, ces profils permettent le calcul, d'une part, des flux massiques $J(x_i|t_j)$ et, d'autre part, des gradients de teneur en eau $dw(x_i|t_j)/dx$ pour chaque abscisse x_i et chaque instant t_j . Enfin, à partir des flux massiques d'eau et des gradients de teneur en eau, on détermine un coefficient « global » de transport d'eau $G^*(w(x_i|t_j))$ défini par :

$$G^*(w(x_i|t_j)) = \frac{J(x_i|t_j)}{dw(x_i|t_j)/dx} \quad (1.35)$$

Afin de réaliser les essais aux températures de 20 et 60°C, les dessiccateurs ont été placés dans une étuve réglée en température.

1.4.2. Application pour un sol granulaire

La méthodologie a été appliquée sur des échantillons de sable limoneux argileux reconstitués à une masse volumique apparente sèche $\rho_{d0} = 1500 \text{ kg/m}^3$. Pour cette masse volumique apparente sèche, une caractérisation hydrique du matériau a été réalisée pour des températures maintenues constantes à 20°C et 60°C (Figure 1.21). Néanmoins, il s'agit de s'assurer que l'élévation de température et la variation de teneur en eau (ou de succion) n'affectent pas de façon significative la masse volumique apparente sèche ρ_d . Des essais de consolidations hydrique et thermique ont été réalisés à l'aide du triaxial thermique présenté à la Figure 1.22 dont les résultats sont présentés à la Figure 1.31.

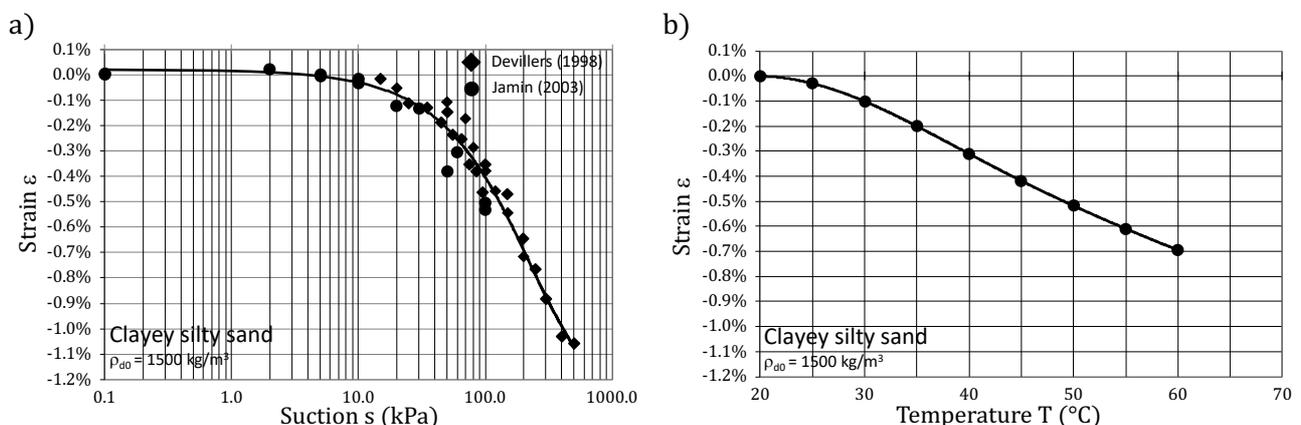


Figure 1.31 – Évolutions de la déformation en fonction de a) la succion à 20°C et b) la température en conditions saturées.

L'évolution de la déformation en fonction de la succion (Figure 1.31a)) et de la température (Figure 1.31b)) dans le domaine funiculaire, où les déformations sont les plus importantes (Fleureau & Taïbi (1995)), donne des valeurs suffisamment faibles pour confirmer l'hypothèse que le sol est quasiment indéformable donc, par la suite, on a estimé que le terme $\partial \rho_a / \partial w$ peut être négligé pour le sable limoneux argileux.

Un exemple de cinétique de désaturation à 20°C et à 60°C, pour l'abscisse $x = 0,025 m$, est donné à la Figure 1.32. On constate qu'une température élevée accélère le phénomène de désaturation pour atteindre l'état d'équilibre final. La durée de désaturation à 60°C est quatre fois plus petite que la durée de désaturation à 20°C. Les teneurs en eau d'équilibre à la fin des essais sont 2,2% à 20°C et 1,3% à 60°C. Ces teneurs en eau sont en accord avec celles obtenues par les isothermes de désorption (Figure 1.21).

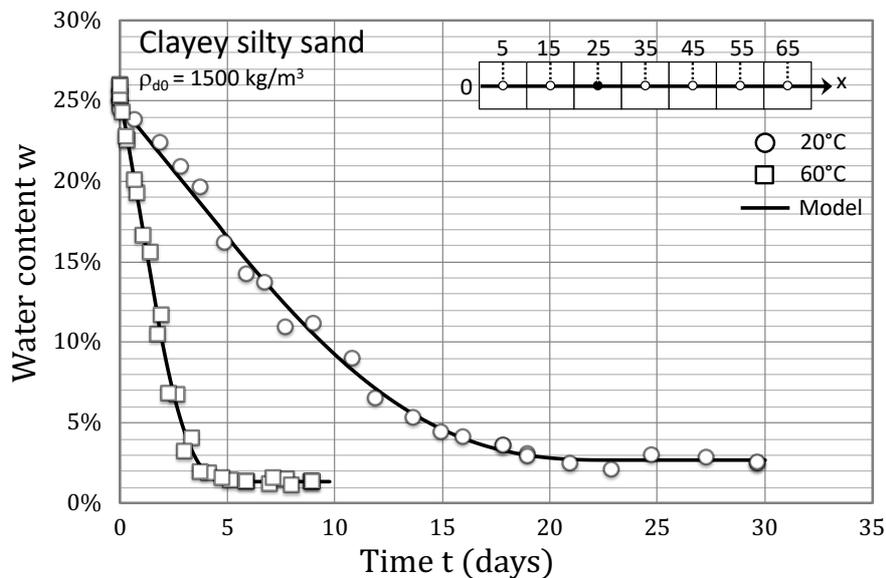


Figure 1.32 – Cinétique de désaturation à 20°C et 60°C pour l'abscisse $x = 0,025 m$.

Les cinétiques de désaturation, quelles que soient la température et l'abscisse x_i considérés, présentent deux phases distinctes :

- dans la première phase, la variation de teneur en eau en fonction du temps est linéaire ce qui correspond à une vitesse de désaturation $dw(x_i|t)/dt$ constante.
- dans la deuxième phase, la vitesse de désaturation $dw(x_i|t)/dt$ diminue progressivement jusqu'à s'annuler lorsque l'équilibre est atteint.

La Figure 1.33 donne la variation du flux massique d'eau $J(w(x_i|t_j))$ en fonction de la teneur en eau $w(x_i|t_j)$ dans trois sections des échantillons ($x = 25 mm, 15 mm$ et $5 mm$) et pour les deux températures de l'étude. Pour une meilleure lisibilité des résultats, le choix a été fait de représenter graphiquement les flux massiques d'eau cumulés depuis le centre de l'échantillon ($L/2 = 35 mm$) jusqu'au point x considéré.

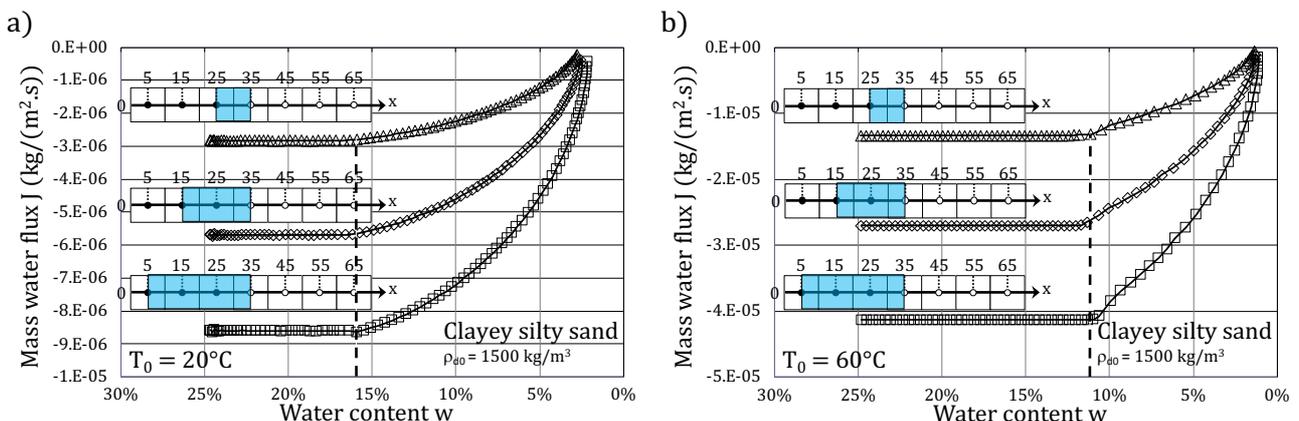


Figure 1.33 – Évolutions des flux massiques d'eau cumulés depuis le centre de l'échantillon au cours du séchage pour une température de a) 20°C et b) 60°C.

Ces courbes présentent elles aussi deux phases distinctes :

- dans la première phase, quelle que soit la section considérée, le flux massique d'eau reste constant jusqu'à une teneur en eau voisine de $16\% \pm 0,5\%$ à 20°C et voisine de $12\% \pm 0,5\%$ à 60°C . Dans cette phase, l'eau liquide peut s'écouler librement sous l'effet d'un gradient hydraulique. Le domaine de teneur en eau correspondant à cette première phase est plus étendu à 60°C qu'à 20°C ce qui peut être imputée à la diminution de la viscosité de l'eau.
- dans la deuxième phase, le flux massique d'eau diminue progressivement jusqu'à s'annuler lorsque l'équilibre est atteint.

La Figure 1.34 donne la variation du gradient de teneur en eau en fonction de la teneur en eau $w(x_i|t_j)$ dans trois sections des échantillons et pour les deux températures de l'étude.

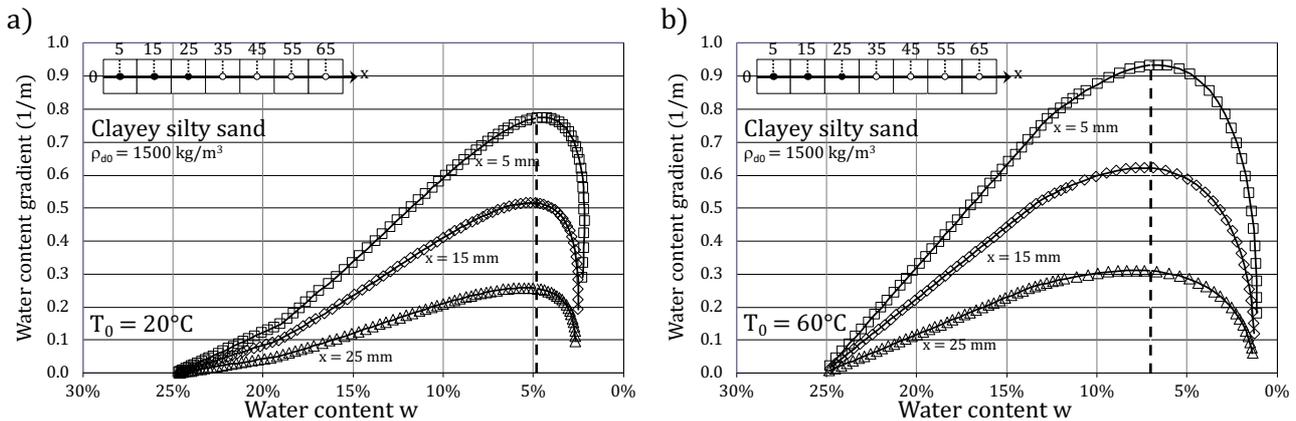


Figure 1.34 – Évolutions des gradients de teneur en eau au cours du séchage pour une température de a) 20°C et b) 60°C .

Quelle que soit la section, le gradient de teneur en eau présente un maximum pour une teneur en eau voisine de $5\% \pm 0,5\%$ à 20°C et voisine de $7,5\% \pm 0,5\%$ à 60°C .

Le rapport entre les gradients maximum de teneur en eau à 60°C et 20°C est le même quelle que soit l'abscisse x_i considérée, environ 1,1 fois plus important.

La connaissance pour toutes les abscisses x_i à tous les instants t_j du flux massique $J(w(x_i|t_j))$ et du gradient de teneur en eau $dw(x_i|t_j)/dx$ permet de déterminer le coefficient global de transport $G^*(w(x_i|t_j))$ par la relation (1.35). La Figure 1.35 donne le coefficient global de transport d'eau à 20°C et à 60°C . Elle montre que ce coefficient augmente avec la teneur en eau pour une température donnée. La plage de variation du coefficient global de transport d'eau couvre trois décades à 60°C alors qu'elle en couvre quatre à 20°C .

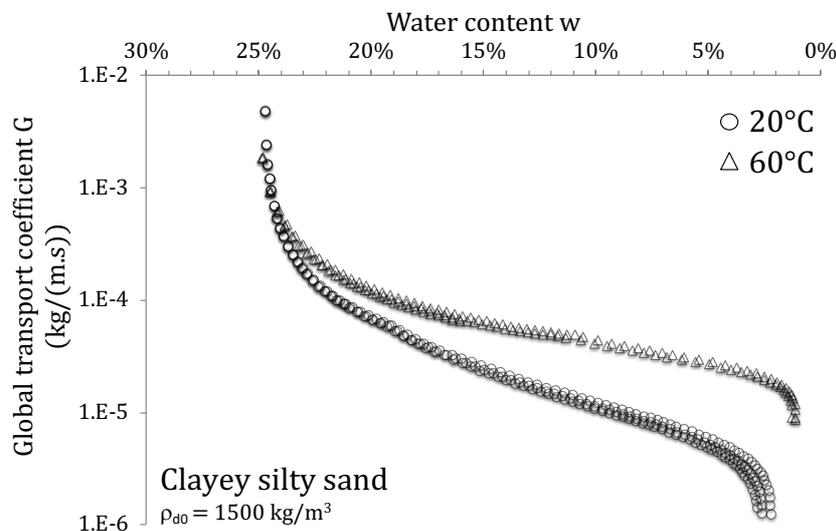


Figure 1.35 – Coefficient de transport global d'eau à 20°C et 60°C pour le sable limoneux argileux.

D'autres auteurs (Ketelaars (1992), Kroes (1999) ainsi qu'Augier et al. (2002)) ont obtenu, par d'autres techniques, une évolution similaire pour des argiles. On peut accéder au coefficient de diffusion (m^2/s) en utilisant la relation (1.31). Pour des teneurs en eau supérieures à 14%, les résultats obtenus pour le coefficient de transport d'eau ont été confirmés par une méthode indépendante, basée sur la modélisation de la courbe de rétention d'eau (Jamin (2003)), empruntée à Fredlund et al. (1994).

1.4.3. Lien entre l'état hydrique et le transport d'eau

Les résultats expérimentaux permettent de mettre en évidence deux phénomènes :

- le flux massique d'eau, en tout point de l'échantillon de sol, reste constant jusqu'à une teneur en eau limite à partir de laquelle il diminue jusqu'à s'annuler lorsque la teneur en eau d'équilibre hygroscopique est atteinte.
- le gradient de teneur en eau, en tout point de l'échantillon de sol, augmente jusqu'à une teneur en eau limite à partir de laquelle il diminue jusqu'à s'annuler lorsque la teneur en eau d'équilibre hygroscopique est atteinte.

- **Teneur en eau limite Funiculaire / Pendulaire**

Au début de la désaturation, le transport d'eau s'effectue à flux massique d'eau constant ce qui correspond à un état où la phase liquide peut s'écouler librement au sein de l'espace poral ; l'eau mobilisée dans ce processus circule sous l'effet d'un gradient hydraulique suivant une loi de type Darcy. Sous l'effet de la température, la diminution de la viscosité de l'eau augmente le domaine de teneur en eau où la phase liquide reste continue. Selon la Figure 1.33, les teneurs en eau de $16\% \pm 0,5\%$ à 20°C et de $12\% \pm 0,5\%$ à 60°C peuvent être interprétées comme les teneurs en eau limites entre les régimes funiculaire et pendulaire.

D'une part, Ruiz & Bénét (2001), Chammari et al. (2008), Bénét et al. (2009) ainsi que Lozano et al. (2009) pour le même matériau reconstitué à la masse volumique apparente sèche $\rho_{d0} = 1500 \text{ kg/m}^3$, montrent que le mécanisme de changement de phase au sein du milieu poreux n'apparaît qu'en dessous d'une teneur en eau comprise entre 12% et 14% quelle que soit la température. Ces valeurs sont en accord avec les teneurs en eau pour lesquelles on observe la décroissance des flux massiques d'eau (Figure 1.33).

D'autre part, dans la modélisation des courbes caractéristiques sol-eau empruntée à Fredlund et al. (1994), on constate que l'écart entre le modèle et les points expérimentaux devient plus important à partir d'une teneur en eau de 15% en désorption quelle que soit la température (Figure 1.21). Ceci a été attribué au fait qu'au-delà d'une certaine valeur de succion à la plaque de pression, l'eau contenue dans le sol n'est plus en liaison avec la céramique poreuse ce qui l'empêcherai de circuler librement.

Ainsi, au-dessus d'une teneur en eau comprise entre 12% et 14%, la phase gazeuse est présente sous forme occluse au sein de l'échantillon de sol et aucun changement de phase ne peut être observé ; seul le transport en phase liquide est à l'origine de la désaturation.

Les essais de désaturation permettent donc de définir une teneur en eau limite qui est interprétée comme la limite entre les régimes funiculaire et pendulaire au sein des milieux poreux.

- **Teneur en eau limite Pendulaire / Hygroscopique**

Au cours de la désaturation, le gradient de teneur en eau atteint un maximum (Figure 1.34) ce qui correspond au début d'une phase diffusionnelle où la vapeur d'eau issue du changement de phase liquide/vapeur peut se diffuser librement au sein de l'espace poral ; l'eau mobilisée dans ce processus circule sous l'effet d'un gradient de pression de vapeur suivant une loi de type Fick.

D'une part, Ruiz & Bénét (2001), Chammari et al. (2008), Bénét et al. (2009) et Lozano et al. (2008 et 2009) pour le même matériau reconstitué à la masse volumique apparente sèche $\rho_{d0} = 1500 \text{ kg/m}^3$, montrent que le coefficient phénoménologique de changement de phase proche de l'équilibre atteint une valeur maximale pour une teneur en eau comprise entre 6% et 8% à 30°C et entre 8% et 10% à 50°C . Ces valeurs sont en accord avec les teneurs en eau pour lesquelles on observe le maximum de gradient de teneur en eau (Figure 1.34).

D'autre part, dans la modélisation des courbes caractéristiques sol-eau empruntée à Fredlund et al. (1994), la succion s_r correspond à la teneur en eau résiduelle w_r définie comme la teneur en eau au-dessous de laquelle il n'y a plus de transport en phase liquide. Les valeurs des teneurs en eau résiduelles (Tableau 1.8) sont de 5,8% à 20°C et de 9,3% à 60°C. Elles sont en accord avec les teneurs en eau pour lesquelles on observe le maximum de gradient de teneur en eau (Figure 1.34).

Les essais de désaturation permettent donc de définir une deuxième teneur en eau limite qui est interprétée comme la limite entre les régimes pendulaire et hygroscopique au sein des milieux poreux.

- **Conclusion**

A partir d'une caractérisation simple lors du séchage d'échantillons de sol, il est possible de mettre en évidence les limites hydriques entre les régimes funiculaire/pendulaire et pendulaire/hygroscopique. Cette méthode a été également appliquée sur une argile de Fournès sensible aux variations hydriques qui, au cours de la désaturation, présente un retrait non négligeable. Il a été montré que ce retrait est important dans le domaine funiculaire et décroît progressivement dans le domaine pendulaire jusqu'à la limite du régime pendulaire/hygroscopique, résultat classiquement obtenu dans la littérature. Néanmoins, on montre que ce phénomène de retrait est à prendre en considération dans les calculs de coefficient de transport global d'eau.

1.5. Rôle des ponts liquides entre grains

A l'échelle macroscopique, la présence des ponts liquides au sein de l'espace poral de la macrostructure génère une distribution de forces capillaires entre les grains solides voisins. Dans le régime pendulaire, l'augmentation de la densité de ponts liquides isolés induit une augmentation importante de la cohésion par capillarité du sol granulaire (Richefeu et al. (2006), Soulié et al. (2006a et 2006b) et Richefeu et al. (2008)). On a pu montrer que dans ce domaine, les milieux granulaires sont moins sensibles au phénomène d'effondrement. Au-delà du régime pendulaire, ces ponts isolés tendent à coalescer localement en formant des ponts fusionnés entre plusieurs grains voisins (Scheel et al. (2008a et 2008b)). Cette coalescence des ponts liquides tend à stabiliser la cohésion par capillarité du milieu granulaire, qui finit ensuite par s'annuler proche de la saturation au fur et à mesure que l'eau remplit l'espace poral (Lu et al. (2005 et 2007), Scheel et al. (2008a et 2008b), Lu et al. (2009) et El Korchi et al. (2016)) ce qui peut engendrer un effondrement par capillarité du matériau granulaire (Bruchon (2014) et El Korchi et al. (2016)). L'amplitude de cet effondrement capillaire est plus ou moins importante selon le diamètre des particules du milieu granulaire (Mitchell & Soga (2005) et El Korchi (2017)).

A l'échelle locale, peu de résultats expérimentaux existent étant donnée la difficulté de réaliser ces essais dans des conditions répétables. A notre connaissance, les premiers travaux s'attachent à l'étude de l'évolution de la force capillaire entre deux grains sphériques (Soulié et al. (2006a) et Gras et al. (2013)). Ces études expérimentales ont été étendues au cas de triplets, de quadruplets et de quintuplets capillaires présentant un pont coalescé au début de l'expérience (Gras (2011), Hueckel et al. (2013) et Hueckel et al. (2019)). Au cours de l'évaporation de l'eau, les résultats montrent que la force capillaire évolue peu avant la séparation du pont coalescé en plusieurs ponts isolés. À l'apparition de ces ponts isolés entre les grains, la force capillaire chute de façon notable, puis continue à décroître progressivement avec la diminution du volume d'eau des ponts capillaires. Le chemin inverse, correspondant à une augmentation du volume d'eau par imbibition, reste peu étudié expérimentalement. Ceci est dû à la difficulté de reproduire de façon homogène et continue le phénomène de coalescence à l'échelle locale par imbibition d'eau (Gras (2011)).

Dans le cadre d'une première approche, mes travaux de recherche se sont orientés naturellement vers l'étude de l'évolution de la force capillaire au cours de l'imbibition et de l'évaporation de ponts capillaires entre grains solides. Les résultats expérimentaux obtenus portant sur la coalescence et de rupture de ponts capillaires par imbibition incrémentale et par évaporation, à l'échelle locale de trois grains (configuration 2D) sont présentés. Les thèses de Gras (2011) et d'El Korchi (2017) présentent des résultats concernant la coalescence et la rupture de ponts capillaires en configurations 2D (trois grains) et 3D (quatre grains). Néanmoins, tous les essais n'ont pas été réalisés en suivant des cycles d'imbibition/évaporation comme on souhaite l'exposer dans la suite de cette partie.

Des essais d'imbibition et d'évaporation à l'échelle locale ont été réalisés sur des billes de verre de précision de diamètre $D = 8 \text{ mm}$. Le système étudié est constitué de trois billes, pour former des triplets capillaires. Le dispositif expérimental utilisé est composé d'une balance de précision 1/10000 de gramme, une table micrométrique sur laquelle est fixée la bille en partie haute ainsi qu'un support portant les billes de la base (Figure 1.36), et reposant sur le plateau de la balance.

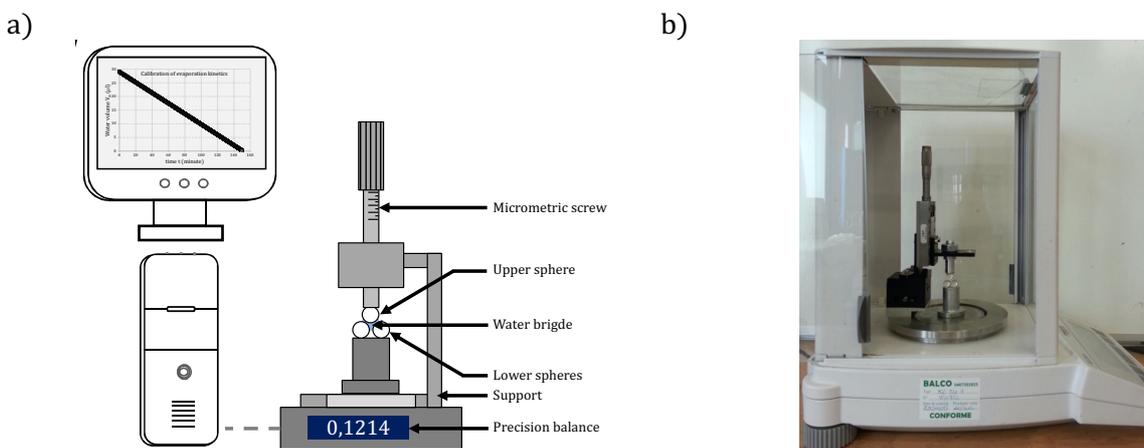
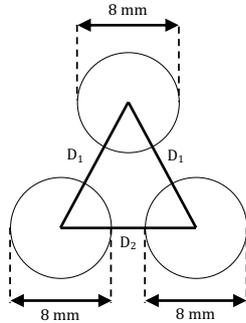


Figure 1.36 – Dispositif expérimental utilisé pour l'étude locale a) schématisation de l'ensemble et b) photographie du montage

Des supports spécifiques ont été conçus afin d'ajuster précisément les distances inter-granulaires D_1 et D_2 entre chaque centre des billes (Figure 1.37). Les trois billes sont disposées de telle sorte que leurs centres forment un triangle isocèle dans le plan vertical. Les deux billes de la base sont fixées sur le support avec une distance séparant leurs centres notée D_2 , et la bille supérieure est fixée sur la table micrométrique, ce qui permet de fixer la distance notée D_1 entre le centre de la bille supérieure et les centres des billes du support. De l'eau déminéralisée a été utilisée pour former les ponts capillaires entre les billes.

a)



b)

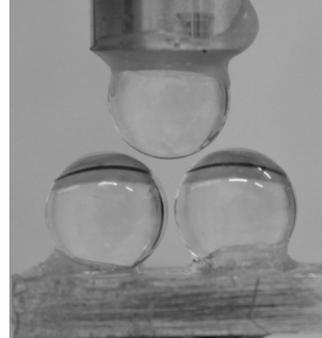


Figure 1.37 – a) Schématisation de la disposition des billes de verre avec une illustration des distances D_1 et D_2 entre les billes de verre et b) photographies du triplet capillaire.

Dans cette étude expérimentale sur des triplets capillaires à l'échelle locale, les distances entre les centres de chaque bille ont été fixées à $D_1 = 8,7 \text{ mm}$ et $D_2 = 8,3 \text{ mm}$.

Chaque pont capillaire ayant un volume d'eau bien définies et contrôlées, la force capillaire axiale F_{cap} est obtenue par pesée différentielle en utilisant l'expression suivante :

$$F_{cap} = (m_s + m_w - m_{mes})g \quad (1.36)$$

où m_s est la masse du support avec les billes fixées, $m_w = \rho_w V_w$ est la masse d'eau cumulée (en prenant la masse volumique spécifique de l'eau $\rho_w = 1000 \text{ kg/m}^3$, m_{mes} est la masse apparente mesurée par la balance pour chaque volume d'eau injecté et $g = 9,81 \text{ m/s}^2$ est l'accélération de la pesanteur. L'incertitude sur la valeur de la force capillaire est estimée à $\pm 10^{-4} \text{ N}$.

Dans l'équation (1.36), la prise en compte de la masse d'eau m_w dans le calcul de la force capillaire est indispensable, car au-delà d'un volume d'eau supérieur à $5 \mu\text{l}$, on ne peut plus négliger son poids propre.

1.5.1. Cas de l'imbibition

Le protocole expérimental pour les essais d'imbibition à l'échelle locale consiste en l'ajout d'incrément de volume d'eau ΔV_w entre les billes de verre à l'aide de micro-seringues de précision dont la contenance est de $5 \mu l$ graduées tous les $0,1 \mu l$. Tout d'abord, on forme des ponts capillaires isolés, d'un volume initial V_{w0} , entre la bille supérieure solidarifiée avec la vis micrométrique et chacune des billes inférieures fixées sur le support. Ensuite, on procède à l'augmentation du volume d'eau de chacun des ponts isolés par incrément ΔV_w jusqu'à obtenir la coalescence. Enfin, on poursuit l'augmentation du volume d'eau du pont coalescé par incréments ΔV_w . Pour chaque volume d'eau cumulé $V_w = V_{w0} + n \times \Delta V_w$, n étant le nombre d'incrément réalisés, la force capillaire est calculée à partir de la relation (1.36). Les pesées sont relevées 5 à 10 secondes après l'ajout de l'eau pour permettre au pont de se stabiliser.

La Figure 1.38 donne l'évolution de la force capillaire F_{cap} en fonction du volume d'eau cumulé V_w des ponts sur quatre essais préparés avec les mêmes distances D_1 et D_2 .

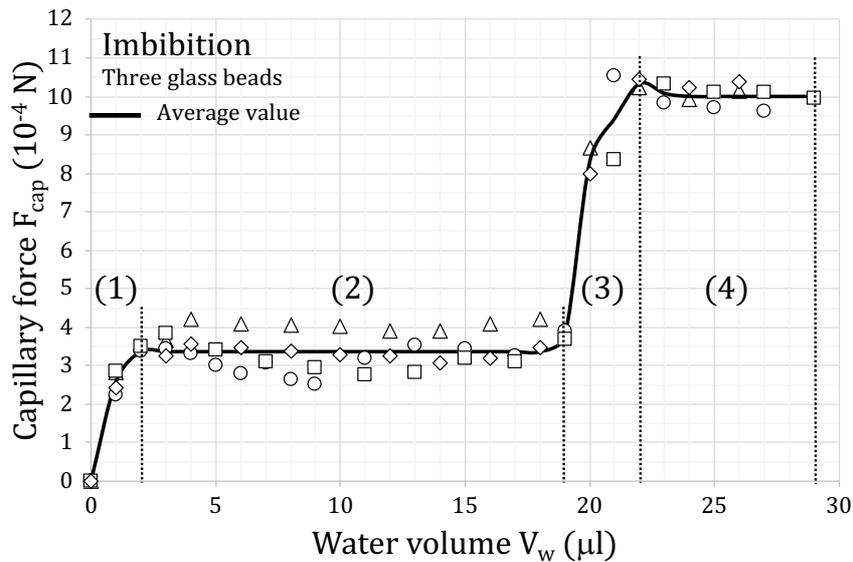


Figure 1.38 – Évolution de la force capillaire F_{cap} en fonction du volume d'eau injecté V_w dans le cas du triplet capillaire pour les quatre essais d'imbibition.

Dans cette configuration de triplet capillaire, on peut identifier quatre domaines distincts sur la Figure 1.38 :

- le premier domaine (1) où la force capillaire augmente rapidement suite à la création de ponts capillaires entre les billes,
- le deuxième domaine (2) où l'on constate une stabilisation de la force capillaire avec le volume d'eau injecté dans le cas où les deux ponts capillaires restent séparés,
- le troisième domaine (3), qui correspond à la coalescence des ponts, montre une augmentation rapide de la force capillaire. Cette augmentation passe par un point intermédiaire pour atteindre le pic de la force capillaire à la coalescence des deux ponts ainsi que le développement du pont unique entre les trois billes,
- le quatrième domaine (4), après coalescence des deux ponts, où la force capillaire montre une faible diminution avec l'augmentation du volume du pont coalescé.

Ces résultats expérimentaux sont analogues à ceux obtenus dans la thèse d'El Korchi (2017) dans les cas de triplet ou de quadruplet capillaire. Quelques exceptions néanmoins à signaler sont que :

- dans le cas d'un triplet capillaire, la distance D_1 affecte peu le résultat mais l'augmentation de la distance D_2 induit une légère augmentation de la force capillaire dans le domaine (2).
- dans le cas d'un quadruplet capillaire, on constate dans le domaine (2) une faible augmentation de la force capillaire avec le volume d'eau injecté dans les trois ponts séparés et une augmentation de la force capillaire moins prononcée dans le domaine (3) pour des distances D_1 et D_2 plus importantes.

1.5.2. Cas de l'évaporation

Le protocole expérimental pour les essais de séchage à l'échelle locale consiste à l'enregistrement de la perte de masse sous effet d'évaporation à l'air ambiant. Cette perte de masse est enregistrée par ordinateur chaque 10 secondes. La perte de masse est liée au volume d'eau évaporé en se basant sur une courbe d'étalonnage. La Figure 1.39 présente l'évolution de la masse d'eau du pont en fonction du temps de l'essai. L'évaporation d'eau se fait d'une façon linéaire tout au long de l'évaporation.

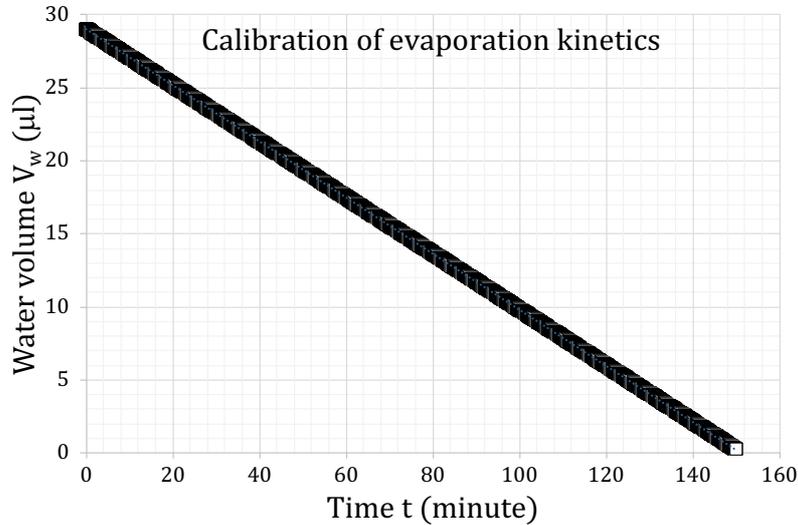


Figure 1.39 – Évolution du volume d'eau du pont en fonction du temps de l'évaporation.

La Figure 1.40 montre l'évolution de la force capillaire F_{cap} en fonction du volume d'eau cumulé V_w du pont sur quatre essais préparés avec les mêmes distances D_1 et D_2 .

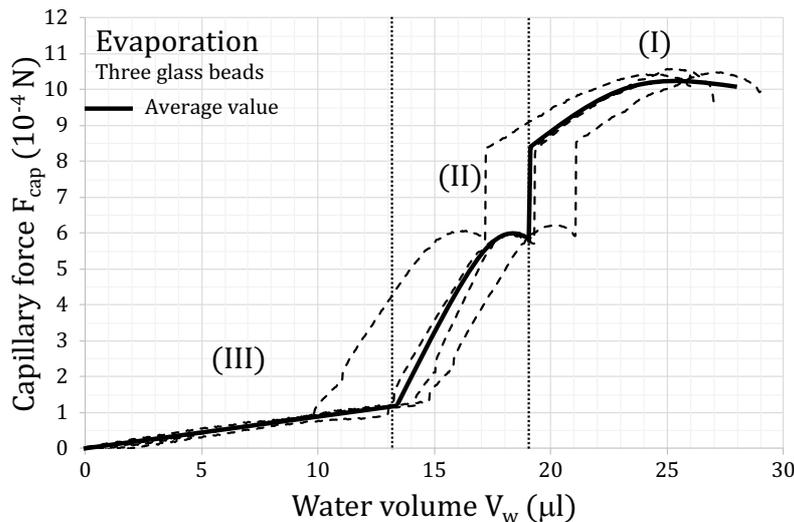


Figure 1.40 – Évolution de la force capillaire F_{cap} en fonction du volume d'eau évaporé V_w dans le cas du triplet capillaire pour les quatre essais de séchage.

Dans cette configuration de triplet capillaire, on peut identifier trois domaines distincts sur la Figure 1.40 :

- le premier domaine (I) où la force capillaire baisse légèrement avec l'évaporation du pont coalescé entre les trois billes de verre,
- le deuxième domaine (II), qui correspond à lors de la rupture du pont coalescé, montre une chute brutale de la force.
- le troisième domaine (III) où la force capillaire diminue d'une façon linéaire avec l'évaporation des trois ponts séparés.

Ces résultats expérimentaux sont analogues à ceux obtenus par Hueckel et al. (2013) dans les cas de triplet capillaire. Les ordres de grandeurs de la force capillaire sont identiques.

1.5.3. Transition échelle locale / échelle macroscopique

Suite à chaque cycle d'imbibition et de séchage, la Figure 1.41 montre la moyenne des essais d'imbibition et d'évaporation, réalisée sur des triplets capillaires avec les distances $D_1 = 8,7 \text{ mm}$ et $D_2 = 8,3 \text{ mm}$. Dans un souci de représentation, il a été choisi de normaliser la force capillaire et le volume d'eau de la façon suivante :

$$F_{cap}^* = \frac{F_{cap}}{F_{cap}^{max}} \text{ et } V_w^* = \frac{V_w}{V_w^{max}} \quad (1.37)$$

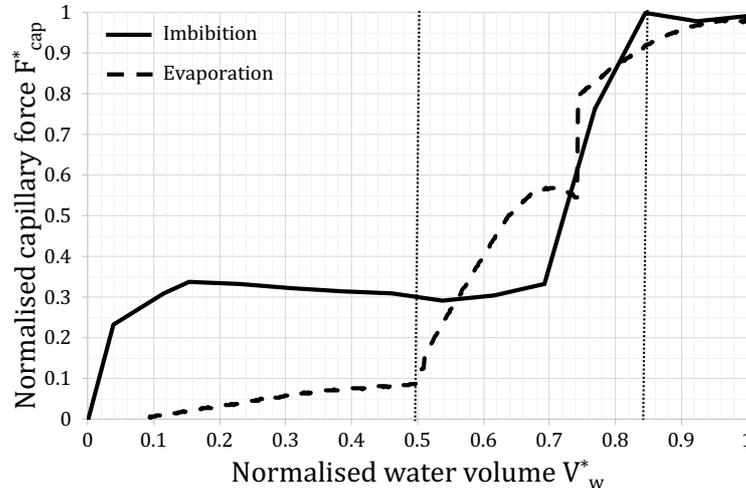


Figure 1.41 – Évolution de la force capillaire relative F_{cap}^* en fonction du volume d'eau relatif V_w^* dans le cas du triplet capillaire à l'échelle locale en imbibition et en évaporation.

La Figure 1.41 montre que, dans le cas d'un pont coalescé, la force capillaire ne varie pas foncièrement entre l'imbibition et l'évaporation. La coalescence (cas de l'imbibition) et la rupture (cas de l'évaporation) des ponts capillaires se produisent sensiblement pour un même volume d'eau relatif. Cependant, la Figure 1.41 semble indiquer un phénomène d'hystérésis entre le chemin d'imbibition et le chemin d'évaporation dans le cas où les ponts sont isolés. Cette hystérésis est aussi largement connue concernant le comportement hydrique des sols comme le montre la courbe caractéristique sol-eau du sable limoneux argileux (Figure 1.21). A l'imbibition, les forces capillaires augmentent rapidement pour des ponts isolés alors qu'à l'inverse, elles diminuent fortement après la rupture des ponts. Néanmoins, cette tendance est à modérer car, lors de la rupture du pont, une faible quantité d'eau se retrouve entre les billes inférieures collées sur le support donc le volume d'eau participant à la force capillaire entre les billes inférieures et supérieure est moindre que dans le cas de l'imbibition.

Dans une première interprétation, il est tentant de rapprocher le régime funiculaire aux ponts coalescés et le régime pendulaire aux ponts isolés pour pouvoir établir des liens entre les échelles macroscopique et locale. On a vu lors de l'étude sur l'effondrement capillaire à l'échelle macroscopique que les milieux modèles s'effondrent sous leur poids propre pour des degrés de saturation importants (Figure 1.19). A première vue, cela semble incohérent avec le fait qu'un pont coalescé présente des forces capillaires plus importantes que deux ponts isolés ; ceci étant dû aux interfaces eau-air plus importantes dans le cas coalescé. Néanmoins, la valeur des forces capillaires à l'échelle locale au sein d'un échantillon macroscopique n'est pas en soi suffisant pour conclure que les essais à l'échelle locale ne sont pas pertinents car il faut aussi se poser la question du nombre de ponts capillaires (isolés ou coalescés) existant au sein de l'échantillon macroscopique.

Si le développement d'essais expérimentaux à l'échelle locale entre deux grains ont permis une avancée importante dans la compréhension du comportement macroscopique pour des faibles proportions d'eau (régime pendulaire) via des simulations numériques, la reproduction de ces essais à l'échelle locale entre trois grains et plus, montre une des limites de cette approche. De même, il a été réalisé par El Korchi (2017) des essais à une échelle intermédiaire dite mésoscopique en mettant en place des ponts capillaires entre quatre quadruplets. Les résultats montrent que la coalescence de ponts se traduit par une augmentation de la force capillaire. Après la coalescence, la force diminue légèrement en augmentant le volume d'eau dans le pont coalescé à l'échelle locale (triplets ou quadruplets) tandis qu'il continue à augmenter légèrement à l'échelle mésoscopique (quatre quadruplets). Cette augmentation de la force capillaire est due à la présence d'une large interface air-eau permettant de maintenir la force capillaire. Les essais réalisés aux échelles locale et mésoscopique

ne montrent pas la chute de la force capillaire à des volumes d'eau importants, car l'interface eau-air continue à maintenir la force capillaire.

Par conséquent, même si la communauté scientifique s'accorde à penser que l'imbibition d'eau réduit la succion matricielle donc diminue les forces par capillarité entre grains au sein de l'échantillon macroscopique, il est aujourd'hui très compliqué de donner des résultats expérimentaux à l'échelle locale confirmant cette tendance et permettant de donner des évolutions pertinentes afin de prédire le comportement des sols non saturés à partir de calculs numériques.

1.6. Conclusion

Quelques études de couplages thermo-hydro-mécaniques dans les sols en conditions saturées et non saturées ont été présentées en portant une attention particulière sur trois phénomènes à savoir le gonflement et l'effondrement sous imbibition d'eau, la consolidation mécanique sous l'influence de la température, le transport d'eau au cours du séchage. Dans ce cadre, le rôle des ponts capillaires dans le comportement des sols non saturés a été abordé à l'échelle locale pour tenter d'expliquer les différents résultats observés.

Dans le cas des phénomènes de gonflement et d'effondrement sous imbibition d'eau (§1.2), il est possible de définir un paramètre de transition en fonction de l'indice des vides initial permettant de savoir si le comportement mécanique d'un sol argileux sera gonflant ou effondrable. Les études expérimentales ont été menées ensuite sur des milieux granulaires hydrophiles (insensibles aux variations hydriques en termes de gonflement). Dans ce contexte, les résultats montrent que la teneur en eau initiale est un facteur important où plus cette dernière est importante, plus tôt le phénomène apparaîtra. De plus, l'effondrement sera plus précoce au cours de l'imbibition et son amplitude plus importante si la granulométrie est fine ce qui s'explique par la présence de macropores plus fins au sein de l'espace porale qui facilitent les remontées capillaires. Enfin, le frottement entre grains est un paramètre non négligeable où plus le sol est frottant, moins l'amplitude de l'effondrement est prononcée.

Dans le cas du phénomène de consolidation mécanique sous l'influence de la température (§1.3), les résultats sur l'évolution de la surface de charge ne montrent aucune incidence de la température en conditions saturées et mettent en évidence une tendance thermo-extensive de cette surface en conditions non saturées dans le cas d'un sol grenu. Cette constatation, en opposition avec les conclusions généralement faites dans le cas de sols argileux, suggère que la température influence les forces capillaires entre grains dont les effets sont masqués dans le cas de sols argileux. En effet, l'insensibilité de la surface de charge vis-à-vis de la température en conditions saturées dans le cas d'un sol grenu incite à penser que la température affecte très fortement l'eau présente dans les micropores entre les feuillettes d'argile au sein des agrégats masquant l'augmentation des forces capillaires avec la température en conditions non saturées dans le cas de sols argileux.

Dans le cas du séchage de la saturation à l'état quasiment sec (§1.4), des limites entre les différents états hydriques ont été établies. Elles permettent de définir des régimes (funiculaire, pendulaire et hygroscopique) permettant de caractériser la présence de ponts liquides connectés (ou discontinus) facilitant (ou non) le transport de l'eau à l'état liquide. Ces limites semblent évoluer sous l'influence de la température où, en première approche, l'évolution de la viscosité de l'eau avec la température est un facteur expliquant la modification de ces limites.

Ces différentes observations ont suggéré l'évaluation des forces capillaires (§1.5) à l'échelle locale sur des triplets et quadruplets capillaires au cours de cycles imbibition/drainage où l'influence de la température n'a pas été prise en compte. Les résultats obtenus montrent que la force capillaire, pour un volume d'eau donné, augmente rapidement lors de la coalescence du pont liquide et, chute brusquement lors de la rupture du pont liquide. On observe également de l'hystérésis lors du cycle imbibition/évaporation à l'échelle locale comme sur les courbes caractéristiques sol-eau en adsorption/drainage à l'échelle macroscopique. Cependant, la transposition à l'échelle macroscopique de ces résultats à l'échelle locale ne permet pas de comprendre les observations faites sur le phénomène d'effondrement capillaire (§1.2) puisque l'échelle locale se limite à la description des évolutions des forces capillaires au niveau du régime pendulaire (§1.4).

2. Vieillessement et dégradations des matériaux cimentaires

Selon les exigences décrites dans les Eurocodes, les ouvrages doivent être conçus et réalisés de sorte que, pendant leurs durées de vie escomptées, ces derniers résistent à toutes les actions et les influences susceptibles d'intervenir pendant leurs exécutions et leurs utilisations, et restent adaptés à l'usage pour lequel ils ont été conçus. Ceci est d'autant plus important lorsque la stabilité et la durabilité doivent être garanties sur de longues périodes (barrages, ponts, enceintes de confinement de centrales nucléaires ou stockage de déchets radioactifs).

Classiquement, les méthodes de calcul des ouvrages en béton armé nécessitent la connaissance des propriétés mécaniques des matériaux de composition (béton et acier) et en particulier, les valeurs de résistance (limite élastique et/ou limite à la rupture) et des modules d'élasticité (instantané et/ou différé) dans des configurations de sollicitation de types compression / traction. Pour atteindre ces objectifs de caractérisation du matériau béton, il est admis que les propriétés dites « macroscopiques » sont nécessaires et suffisantes dans la mesure où l'on est capable de définir un Volume Élémentaire Représentatif permettant une reproductibilité en termes de résultats expérimentaux en laboratoire.

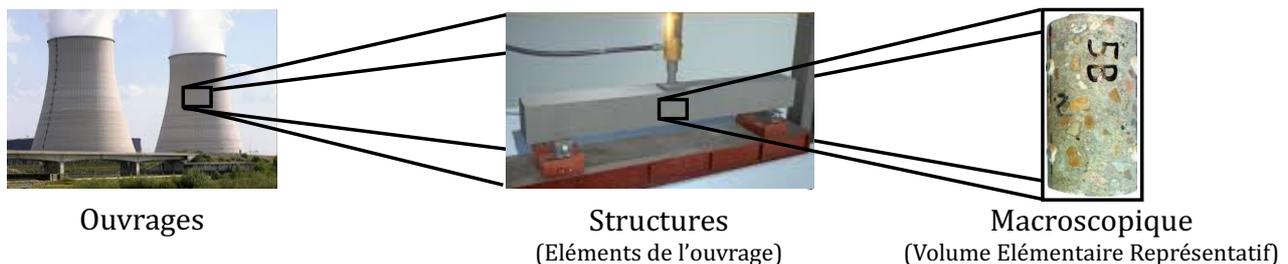


Figure 2.1 – Illustration du changement d'échelle dans le dimensionnement des ouvrages en béton armé.

La durabilité du béton armé face à des conditions environnementales particulières, entraînant des problématiques de carbonatation, de pénétration d'ions chlorures, de gel/dégel ou d'attaques chimiques, est simplement traitée en fonction de classes d'exposition préconisant des formulations spécifiques de béton et des enrobages minimaux à respecter pour les aciers.

Néanmoins, les causes potentielles de pertes des propriétés mécaniques des bétons trouvent leur genèse notamment dans l'altération des propriétés d'interfaces. Ces causes sont multiples et peuvent être de nature physico-chimique, thermique ou mécanique. Parmi les autres causes de dégradation non prises en compte par les méthodes de calcul, on peut citer la lixiviation, la réaction alcali-granulat (RAG), la réaction sulfatique interne (RSI) ou encore des cycles thermiques, qu'ils soient d'origine environnementale ou accidentelle. Dès lors, une bonne connaissance du comportement multi-physique et multi-échelle du béton ainsi que de la genèse de sa fissuration est un préalable au développement d'outils de prédiction en vue d'anticiper l'endommagement de ce matériau.

Tout d'abord, le cadre général de mes recherches effectuées dans la thématique de la durabilité et du vieillissement des bétons est présenté. Ces recherches ont été menées en s'attachant plus particulièrement à l'évolution des propriétés mécaniques de l'interface pâte de ciment / granulats au cours de l'hydratation et au cours des différents mécanismes de dégradation. Une analyse bibliographique succincte portant sur l'interface pâte de ciment / granulats est donnée afin de poser les problématiques afférentes à cette zone spécifique dans les bétons. On présente également les mécanismes de dégradation étudiés dans le cadre de ces recherches à savoir la dégradation thermique, la dégradation par lixiviation et la dégradation par réaction sulfatique interne. Le travail expérimental nécessite en amont de choisir les matériaux de référence afin d'analyser et prédire leurs comportements thermo-hydro-chimio-mécaniques au cours de l'hydratation et de la dégradation. Dans cet objectif, les matériaux sur lesquels se sont portées mes études expérimentales sont présentés ; il s'agit de deux types de ciment (CEM I et CEM II) et deux types de granulats (calcaires et siliceux) pour lesquels les caractéristiques sont données.

Ensuite, on présente les différents protocoles expérimentaux développés à l'échelle locale. Ces protocoles portent sur la fabrication des échantillons depuis la préparation du granulats jusqu'à la confection et le conditionnement d'échantillons composites à l'échelle centimétrique, la conception et la réalisation de dispositifs expérimentaux spécifiques pour l'étude du comportement mécanique à cette échelle tels que les essais de compression, de traction directe et de cisaillement direct couplés

avec des méthodes de mesure de déplacement par corrélation d'image. On terminera cette partie en présentant les méthodes de dégradations thermique et chimique mises en place dans le cadre de ces études qui ont dû être adaptées à la taille de nos échantillons pour ne pas dégrader trop rapidement l'interface pâte de ciment / granulat.

Puis, le comportement hydro-mécanique est abordé à travers l'analyse des propriétés mécaniques de l'interface pâte de ciment / granulat au cours de l'hydratation de la pâte de ciment. Deux formes de granulats ont été choisies à savoir des granulats sphériques et parallélépipédiques. L'objectif est de montrer la pertinence scientifique de travailler à l'échelle locale et de savoir si les résultats obtenus permettent une meilleure compréhension du comportement mécanique observable à l'échelle macroscopique.

Enfin, le comportement thermo-chimio-mécanique est présenté en s'attachant aux effets de trois dégradations (hautes températures, lixiviation et réaction sulfatique interne) sur le comportement mécanique de l'interface pâte de ciment / granulat. Ces dégradations couramment observées à l'échelle de l'ouvrage ont été largement étudiées à l'échelle macroscopique mais peu de résultats existent dans la littérature sur l'impact des dégradations à l'interface. L'objectif est de mettre en évidence que les interfaces pâte de ciment / granulats sont particulièrement affectées par les différents mécanismes de dégradation et subissent une perte plus rapide des propriétés mécaniques que la pâte de ciment pure.

2.1. Cadre général

Le béton est un matériau hétérogène, multiphasique, granulaire et poreux dont les constituants présentent des caractéristiques physico-chimiques et mécaniques différentes. Il est constitué de granulats et de ciment anhydre qui, mélangé avec de l'eau, passe par un processus de durcissement lors de la réaction d'hydratation à une matrice solide liant les granulats. Les propriétés du béton dépendent de sa composition (type de granulat et de ciment, teneur en ciment, rapport massique de la quantité d'eau initiale à celle du ciment), du temps (hydratation et vieillissement) et des conditions de conservation (dégradation).

Les granulats, constituant le squelette du béton, participent à sa résistance mécanique et atténuent le retrait lors du durcissement. Les granulats utilisés pour la fabrication du béton sont généralement d'origine naturelle et proviennent de roches sédimentaires (siliceuses, calcaires), métamorphiques (quartz, quartzites) ou éruptives (basaltes, granites, porphyres). La nature minérale des granulats est un critère fondamental pour son emploi, chaque roche possédant des caractéristiques spécifiques en termes de résistance mécanique, de tenue au gel et des propriétés physico-chimiques. Les granulats peuvent être alluvionnaires (roulés) ou de carrière (concassés). Leur fraction volumique est de 50% à 80% du volume total du béton. Ils sont caractérisés par leurs courbes granulométriques où plusieurs classes granulaires sont utilisées dans un même béton : sables (0,08 mm - 4 mm), gravillons (4 mm - 12,5 mm) et graviers (> 12,5 mm).

La pâte de ciment joue le rôle de liant entre les granulats. Elle représente 20% à 50% du volume total du béton. Elle est constituée de ciment anhydre, d'eau et d'éventuels additifs (plastifiants, retardateurs ou accélérateurs de prise du ciment, entraîneurs d'air). Le ciment anhydre se présente sous forme de grains ayant une grande dispersion de forme et de taille, de 1 μm à 100 μm , avec un diamètre moyen d'environ 10 μm . Dès le contact de l'eau avec le ciment anhydre, plusieurs réactions chimiques, que l'on nomme de manière globale «hydratation», ont lieu. Cette hydratation conduit aux transformations physico-chimiques et structurales (prise, solidification), très rapides au début et qui continuent pendant plusieurs mois/années, avec un changement des propriétés physiques et mécaniques du ciment. Les produits issus de l'hydratation sont les silicates de calcium hydratés (C-S-H), la portlandite (CH) ainsi que les aluminates de calcium hydratés tels que l'ettringite (AFt) et le monosulfoaluminate (AFm). Les quantités d'hydrates formés dépendent essentiellement du rapport initial Eau/Ciment, du temps et de la composition chimique du liant. Usuellement, une pâte de ciment durcie ordinaire contient 50 à 70% du volume de C-S-H et 25 à 27% du volume de portlandite qui sont à l'origine des propriétés mécaniques de la pâte de ciment.

Lors de l'hydratation du ciment, une liaison s'établit entre la pâte de ciment et les granulats qu'elle enrobe. Autour des granulats se forme une zone de pâte hydratée particulière appelée « auréole de transition », « zone de transition interfaciale » (notée ITZ pour Interfacial Transition Zone) ou encore « interface ». De nombreux auteurs ont montré que les propriétés chimio-mécaniques de la zone d'interface sont différentes de celles du cœur de la pâte de ciment. Cette zone présente un rapport 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 présentant une zone à gradient.

Par conséquent, le béton est un matériau dont les propriétés macroscopiques dépendent fortement de la microstructure et sont liées aux caractéristiques mécaniques locales. Le béton peut être considéré à différentes échelles. Les plus classiques sont au nombre de trois (Figure 2.2) : l'échelle macroscopique, l'échelle mésoscopique et l'échelle locale pouvant être subdivisée en deux catégories.

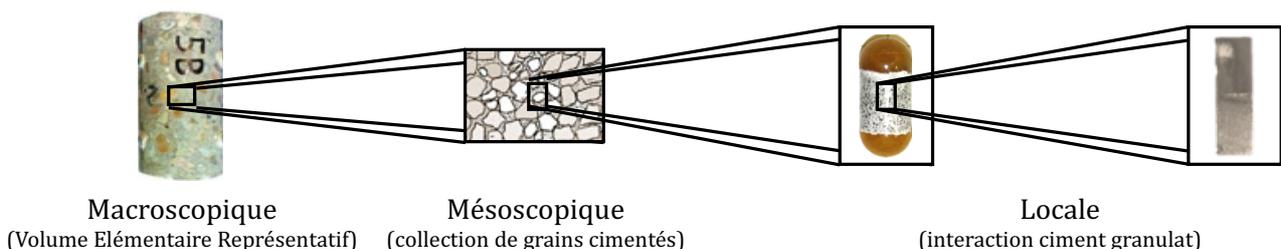


Figure 2.2 - Illustration du changement d'échelles.

A l'échelle macroscopique (globale), le matériau est considéré comme un milieu continu avec des caractéristiques dites « macroscopiques ». C'est l'échelle des assemblages formés d'un grand nombre de particules et auxquels sont appliquées les conditions aux limites de chargement lors des essais mécaniques.

L'échelle mésoscopique représente un assemblage local de grains cimentés.

L'échelle locale se situe au niveau des particules (en contact ou non), à laquelle l'hétérogénéité existe (particules, vides, etc.). C'est l'échelle des particules et des phénomènes qui se produisent à leurs interfaces.

La plupart des études expérimentales sur le béton est faite à l'échelle macroscopique, mais pour améliorer nos connaissances sur le comportement du béton, il est aussi nécessaire de le caractériser à l'échelle locale.

Tout d'abord, le processus d'hydratation du ciment, qui confère au béton ses caractéristiques mécaniques, sera abordé de manière succincte. Il s'agit d'un processus au cours duquel se développe la porosité du matériau voire une microfissuration suivant les conditions de conservation qui peuvent engendrer des diminutions de propriétés poro-mécaniques des bétons. Nous nous intéresserons plus particulièrement à une zone souvent responsable de la fragilité des bétons à savoir l'interface pâte de ciment / granulat ; zone d'étude privilégiée dans mon domaine de recherche. Ensuite, au cours de la vie de l'ouvrage, ces derniers peuvent subir plusieurs types de dégradation (chimique et/ou thermique) liés à leurs expositions environnementales ou à des situations accidentelles. Parmi ces dégradations, les hautes températures (dégradation accidentelle) ainsi que la lixiviation et la réaction sulfatique interne (dégradations environnementales) seront abordées. Enfin, nous expliquerons nos motivations pendant cette activité de recherche sur les choix sur la nature des granulats et les types de ciment utilisés, l'objectif étant de créer une interface pâte de ciment / granulat clairement identifiable.

2.1.1. Interface pâte de ciment / granulat

L'interface est une zone hétérogène de la pâte de ciment autour des particules solides où la microstructure est modifiée par la présence du granulat (gradient de porosité, gradient des phases anhydre et hydratée). Différentes études ont été réalisées pour comprendre la microstructure de cette interface (Breton et al. (1993), Ollivier et al. (1995), Diamond & Huang (2001), Scrivener et al. (2004) et Bernard & Kamali-Bernard (2014)), car son impact sur le comportement des bétons est d'une importance capitale. En effet, il est bien connu que l'interface constitue le maillon le plus faible du béton. Cependant, ses propriétés mécaniques ne sont pas largement connues car les méthodes de caractérisation mécanique directe sont difficiles à réaliser. La technique de nano-indentation, qui est potentiellement la seule capable d'évaluer directement les propriétés mécaniques de l'interface, a ses limites en raison de la grande variabilité des mesures (Trtik & Bartos (1999), Li et al. (2012), Xiao et al. (2013), Liu et al. (2014) et Xu et al. (2017)).

Lors de l'hydratation du ciment, une interface de quelques micromètres de pâte hydratée particulière se forme autour des granulats. Cette interface présente un rapport e/c plus élevé que le reste de la pâte de ciment, ce qui rend sa porosité plus élevée que celle de la pâte et, par conséquent, une résistance plus faible (Diamond (2001)). L'épaisseur de cette interface augmente avec le diamètre du granulat et avec la quantité d'eau d'hydratation (Diamond & Huang (2001)).

Lors du contact pâte de ciment/granulat, les espaces adjacents à la surface des granulats ne peuvent pas être remplis par les grains de ciment. L'arrangement spatial des grains de ciment anhydre est plus lâche à l'approche de la surface des granulats. Ceci conduit à un rapport e/c plus élevé par rapport au cœur de la pâte. Il en résulte que moins de grains de ciment peuvent s'hydrater et remplir les vides originaux.

L'effet de paroi crée un film d'eau autour des granulats dès le contact pâte de ciment/granulat. Ce film d'eau devient plus important à cause de l'effet du micro-ressuage. Cela conduit à une augmentation du rapport e/c dans l'interface et, par conséquent, provoque une structure irrégulière autour des granulats dont la zone du dessous est plus poreuse que celle du dessus (Hoshino (1989) et Baroghel-Bouny (1994)).

La formation de l'interface est également attribuée au phénomène de « croissance unilatérale » au cours de l'hydratation. Dans la matrice de ciment, l'espace des pores peut être rempli par les hydrates grâce à leurs migrations dans toutes les directions, mais proche des granulats, les hydrates se

développent dans une seule direction vers la matrice cimentaire. Ce phénomène se traduit par une augmentation de la porosité dans la zone adjacente au granulat (Garboczi & Bentz (1991)).

La microstructure de l'interface est influencée par le type de ciment, la nature des granulats et le rapport e/c. La composition minéralogique de l'interface n'est pas unique d'où l'existence de plusieurs modèles (Barnes et al. (1978), Zimberman (1985), Monteiro & Mehta (1986) et Van Mier (1997)). Néanmoins, l'ensemble de la communauté scientifique admet que l'interface peut se décomposer comme :

- une première couche de quelques micromètres à proximité immédiate du granulat appelée « film duplex » qui est composé de cristaux de portlandite orientés perpendiculairement à la surface des granulats et recouvert par un réseau parallèle de C-S-H,
- une seconde couche de plusieurs dizaines de micromètres appelée « zone intermédiaire » qui est composée de C-S-H, de grains de ciment anhydres, d'ettringite sous forme d'aiguilles et de portlandite sous forme de cristaux hexagonaux perpendiculaires à la surface des granulats.

L'interface pâte de ciment/granulat possède un rôle majeur dans le comportement du béton et contrôle le comportement à rupture de ces matériaux (Schlangen & Van Mier (1992), Merchant et al. (2001) et Akcaoglu et al. (2004)). 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. Pour des granulats ordinaires naturels, la résistance en compression du béton dépend pour 21% de celle de la pâte de ciment, pour 12% de celle de la roche et pour 67% de la liaison pâte de ciment/granulat (Husem (2003)).

Différents auteurs ont essayé d'effectuer des essais avec des modèles simplifiés tels que des échantillons « sandwich » dans lesquels la pâte de ciment (ou mortier) est en contact avec des granulats grossiers (Hsu & Slate (1963), Taylor & Broms (1964), Zibelman (1987), Pope & Jennings (1992), Husem (2003), Al-Attar (2013), Nguyen (2013), Gu et al. (2013) et Sicat et al. (2014)). Bien que des différences entre l'interface « modèle » et l'interface « réelle » existent, l'interface artificielle constitue une approche simple pour estimer les propriétés du lien entre la pâte de ciment et le granulat en tenant compte de ses limites. En fait, la préparation du matériau (mélange) affecte grandement la formation des interfaces dans le béton (Pope & Jennings (1992)). Pour les échantillons « sandwich » (système interfacial modèle), la pâte de ciment est généralement préparée séparément puis mise en contact avec un agrégat. Cette méthode de préparation permettrait simplement de générer une interface similaire à celles observées dans le béton. Pope & Jennings (1992) ont constaté que la taille et les caractéristiques de l'interface dans les systèmes modèles diffèrent considérablement de ceux observés dans les systèmes de mortier normaux. Néanmoins, la pertinence de cette interface artificielle pourrait être vérifiée par analyse inverse, en utilisant les propriétés déterminées par cette approche en modélisation multi-échelles (Unger & Eckardt (2011), Palmieri & De Lorenzis (2014) et Carrara et al. (2016)).

2.1.2. Dégradations des bétons

- **Thermique**

Lorsque le matériau est exposé à des variations de température (montée et/ou baisse de température), les différents constituants subissent des effets relativement différents. L'endommagement du béton soumis à des cycles thermiques de chauffage et de refroidissement, se manifeste souvent par une fissuration liée aux contraintes internes développées dans le matériau et un écaillage ou un éclatement. Les mécanismes à l'origine de ces désordres sont complexes et nécessitent une corrélation entre plusieurs aspects. Lorsqu'un béton est soumis à une élévation de température, le chargement thermique imposé induit des modifications thermo-hydriques qui sont à l'origine de l'endommagement (Piasta (1984), Khoury & Sullivan (1988), Dias et al. (1990), Bazant & Kaplan (1996), Alonso & Fernandez (2004) ainsi que Castellote et al. (2004)). Les principaux mécanismes responsables de la fissuration du béton à haute température seraient dus à des transferts thermiques et d'humidité qui induisent une évaporation de l'eau et une augmentation de la pression dans les pores. Cependant, d'autres mécanismes peuvent également contribuer à l'endommagement du béton à haute température, comme une forte incompatibilité des déformations entre la matrice (pâte de ciment, mortier) et les granulats (Bazant & Kaplan (1996) et Ulm et al. (1999)). Cette incompatibilité des déformations, ou mécanisme de décalage thermique, provoque une fissuration préférentielle au

niveau des interfaces matrice/granulat. La plupart des modèles (Ulm et al. (1999), Schrefler et al. (2002), De Sa & Bendoubjema (2011) ainsi que Dal Pont et al. (2011)) sur le comportement du béton à haute température ne tiennent pas explicitement compte de ce dernier mécanisme en raison de la difficulté d'estimer les propriétés des interfaces.

Il existe dans la littérature une diversité des techniques de caractérisation des propriétés mécaniques du béton lors des cycles thermiques. Il est donc primordial de connaître les modalités d'essais (vitesse de montée en température, essais réalisés à chaud ou après refroidissement...), ainsi que le conditionnement des éprouvettes. Un aspect important concerne le moment de la réalisation des essais. En effet, on peut distinguer les essais réalisés à chaud, juste après le refroidissement ou après un certain temps après le refroidissement. L'objectif de chacun de ces essais est différent. En effet, les essais réalisés à chaud permettent d'évaluer le comportement du matériau en cours d'incendie. Ceux réalisés après le refroidissement indiquent les valeurs « post-incendie » et permettent ainsi d'évaluer les propriétés résiduelles du matériau.

Concernant le comportement en compression, on peut observer trois phases d'évolution de la résistance des bétons (Hager (2004) et Hager (2013)) :

- entre 20°C et 100°C, on note une diminution des résistances relatives d'environ 20-30%. Hager (2004) explique cette diminution par la dilatation thermique de l'eau qui peut entraîner un écartement des feuillettes de C-S-H, provoquant ainsi une diminution des forces d'attraction entre ces feuillettes. Cet affaiblissement des liaisons entre les hydrates peut provoquer des micro-défauts facilitant le glissement. De plus, il explique que dans le cas des BHP, les pressions de vapeur d'eau qui se créent dans le matériau induisent des contraintes internes non négligeables exercées sur le squelette solide.
- entre 100°C et 250°C, une augmentation de la résistance est observée. Cette augmentation peut avoir comme origine le départ de l'eau du matériau qui a pour conséquence le rapprochement des feuillettes de C-S-H et donc l'augmentation des forces d'attraction. Toutefois, pour le béton ayant un faible rapport e/c, cette phase de récupération de la résistance est significativement retardée. Ceci serait dû à la faible perméabilité de ce béton plus compact.
- Au-delà de 250°C, on observe une diminution des résistances qui serait due à la déshydratation des C-S-H et à la décomposition de la portlandite. De plus, des fissures liées à la déformation différentielle entre les granulats et la pâte ont été observées et peuvent aussi expliquer cette diminution.

Concernant le comportement en traction, les résultats sont plus mitigés. Tandis que la majorité des auteurs observent une diminution de la résistance en traction lors de l'élévation de température (Kanema (2007)), Hager (2004) observe une augmentation de la résistance en traction, et note que cette tendance reste en cohérence avec une remarque faite par (Khoury & Sullivan (1988)) soulignant que la résistance en traction n'est pas affectée par l'élévation de température. Ce constat surprenant, contradictoire avec ce qui est communément admis, reste tout de même à confirmer. En effet, compte-tenu de l'endommagement thermique important (fissuration), la résistance à la traction devrait diminuer.

• Lixiviation

Le phénomène de lixiviation est une dégradation chimique correspondant à un lessivage des hydrates de la pâte de ciment au contact de fluides (eaux douces, pluies acides et eaux résiduaires) présentant un pH plus faible que l'eau interstitielle contenue dans les pores du béton (pH \approx 13). Le contact entre les structures en béton, le plus souvent des ouvrages hydrauliques, et un fluide, présentant un caractère plus acide, crée des gradients de concentration dans la solution interstitielle entre l'environnement extérieur et le cœur du béton. Ce gradient provoque la diffusion des ions calcium dans la solution interstitielle vers le fluide agressif ce qui induit le développement d'une zone dégradée dans la pâte de ciment. La diffusion des ions calcium perturbe l'équilibre établi entre la solution interstitielle et les phases solides ce qui entraîne la dissolution de la portlandite qui présente la solubilité la plus importante parmi les constituants de la pâte de ciment. Après dissolution de la portlandite, les autres hydrates tels que les aluminates de calcium, le monosulfoaluminate de calcium hydraté, l'ettringite et les silicates de calcium hydratés font l'objet, à leurs tours, d'une dissolution progressive. Les conséquences sur la microstructure de la pâte de ciment sont une augmentation de la porosité, qui a des conséquences importantes sur le transport, et une diminution des propriétés

mécaniques du ciment avec le temps, qui se traduit notamment par une perte de résistance (Carde et al. (1996), Gerard et al. (1998) et Larbi et al.(2016)).

Le pouvoir lixiviant d'un fluide est proportionnel à son acidité vis-à-vis du béton. Ainsi, suivant la nature du fluide au contact des structures en béton, le phénomène de lixiviation peut être un processus se produisant très lentement. Afin de recueillir des données expérimentales dans un délai raisonnable, il est nécessaire de recourir à des procédures accélérées. Parmi les méthodes d'accélération du processus de lixiviation des matériaux cimentaires, l'utilisation de solutions chimiques est le plus souvent choisie et notamment la solution de nitrate d'ammonium (NH_4NO_3).

Plusieurs études expérimentales ont été menées sur le lessivage des pâtes et mortiers de ciment à l'échelle macroscopique (Adenot & Buil (1992), Bourdette et al. (1995), Carde et al. (1996), Gerard et al. (1998), Tognazzi (1998) et Le Bellégo (2001)). Les conditions locales d'hydratation dans les zones proches de l'interface pâte de ciment / granulats sont modifiées au début des réactions. Ce changement est dû à la présence d'un excès d'eau dû soit à l'effet de paroi, soit au ressuage. Ces deux phénomènes conduisent à une augmentation locale du volume des pores dans lesquels les hydrates peuvent se développer. La porosité de l'interface pâte de ciment / granulats étant beaucoup plus grande que la porosité de la pâte de ciment, le taux de dissolution de la portlandite et de décalcification du C-(A-)S-H augmente et, par conséquent, accélère le front d'attaque chimique à l'interface. D'autre part, la présence d'agrégats influence le taux de diffusion, les agrégats ralentissent le transport du matériau en raison de l'augmentation de la tortuosité. Lobet et al. (2003) ont démontré que le coefficient de diffusion efficace du béton diminue avec la teneur en agrégats jusqu'à atteindre environ 50%. Nguyen et al. (2007) ont effectué des essais de lixiviation accélérée sur pâte ciment, mortier et béton pour souligner les effets agrégés sur les cinétiques de lessivage. En comparant la dégradation de la pâte de ciment et du béton, les résultats ont montré que la présence d'agrégats constitue un obstacle pour le transport au sein du matériau et notamment dans la pâte de ciment, ce qui ralentit le processus de diffusion des ions calcium, en introduisant une tortuosité supplémentaire. Jusqu'à présent, peu d'études ont porté sur l'effet de l'interface pâte de ciment / granulats dans la littérature. Pour caractériser l'effet de lixiviation de l'interface pâte de ciment / granulats sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires, Carde & François (1997) ont mené une série d'expériences sur les pâtes et mortiers de ciment, avec ou sans fumée de silice. L'ajout de fumée de silice permet la consommation de portlandite par la réaction pouzzolanique pour former des C-S-H, densifiant ainsi la microstructure et entraînant une réduction de l'interface (Gjorv et al. (1990)). Pour les échantillons avec fumée de silice, il a été démontré qu'il y a peu de différence de résistance entre la pâte de ciment et le mortier. Ceci s'explique notamment par les propriétés de l'interface qui se rapprochent de celles de la pâte. Dans le cas d'échantillons sans fumée de silice, la perte de résistance du mortier est supérieure à celle de la pâte de ciment. En effet, ceci est dû à la forte concentration de portlandite à l'interface. Le lessivage préférentiel de cet hydrate entraîne une réduction considérable des propriétés mécaniques. Une tentative de caractérisation directe de l'effet de lixiviation de l'interface a été réalisée par Buzzi et al. (2008). Ils ont soumis les composites roches-béton à une lixiviation accélérée à l'aide de nitrate d'ammonium à une concentration de 6 mol/l pendant une période de 100 jours, à l'issue de laquelle des essais de cisaillement ont été effectués. Il a été démontré qu'une dégradation d'une profondeur d'environ 2 mm entraîne un changement radical de comportement dû à la perte locale des propriétés mécaniques.

L'effet du lessivage sur l'interface pâte de ciment / granulats demeure peu étudié dans la littérature malgré le fait que la présence d'agrégats devrait influencer le processus de lessivage et le comportement mécanique du béton lixivié. Il est donc intéressant de mener des investigations à l'échelle locale afin de mieux comprendre le comportement mécanique du béton et de caractériser l'effet du lessivage dans la zone d'interface sur le comportement mécanique à cette échelle.

- **Réaction sulfatique interne**

La Réaction Sulfatique Interne (RSI) est une réaction chimique endogène qui se produit lors d'un échauffement au jeune âge du béton (> 65 °C) modifiant le processus normal d'hydratation du ciment. Cet échauffement peut être dû soit à la réaction exothermique de l'hydratation du ciment notamment dans les structures massives (barrages, ponts, centrales nucléaires...) présentant des volumes de béton importants, soit lors de la préfabrication d'éléments en béton où un réchauffement est appliqué au matériau pour accélérer son durcissement et permettre un décapage plus rapide. Cette élévation de température peut induire la formation différée d'ettringite (Delayed Ettringite Formation) après

durcissement du béton ce qui peut provoquer le développement de contraintes importantes localement causant un gonflement de la structure puis des fissures diffuses (Al Shamaa et al. (2015) et Kchakech et al. (2015)).

Les mécanismes de déclenchement de la DEF apparaissent relativement complexes et quelques facteurs influençant son apparition ont été identifiés, mais leurs rôles précis et leurs degrés d'influence sont souvent mal compris. Parmi ces facteurs, on peut citer :

- l'histoire thermique via la température de cure ainsi que sa durée de maintien (Day (1992), Famy et al. (2001), Scrivener et al. (1999), Brunetaud et al. (2008), Escadeillas et al. (2007), Al Shamaa et al. (2015) et Kchakech et al. (2015)),
- la composition du béton et notamment la teneur en alcalins, en sulfates et en aluminates qui jouent un rôle essentiel (Lewis et al. (1994), Odler & Chen (1995), Kelham (1996), Scrivener (2004), Barbarulo et al. (2003), Leklou et al. (2009), Pavoine et al. (2012) et Salgues et al. (2014)),
- les conditions de conservation où l'eau joue un rôle clef dans l'apparition de cette pathologie. C'est l'un des réactifs nécessaires à la DEF et sert de milieu réactionnel. La plupart des cas étudiés concernent des structures exposées à des environnements à forte humidité ou même à des structures complètement immergées. (Heinz et al (1989), Colleparidi (1997) et Famy et al (2001)).

La plupart des études expérimentales sur la RSI sont réalisées à l'échelle macroscopique à partir de spécimens de dimensions 11 cm x 22 cm ou 16 cm x 32 cm (Odler & Chen (1995), Barbarulo et al. (2003), Brunetaud et al. (2008), Pavoine et al. (2012) et Kchakech et al. (2015)).

Les observations microscopiques faites sur les matériaux affectés par la RSI ont de nombreuses similitudes : l'ettringite est présente en grande quantité avec son caractère expansif. Elle est souvent localisée dans les zones poreuses : pores occlus et interfaces pâte de ciment / granulats (Leklou et al. (2009) et Brunetaud et al. (2008)).

Le développement de cette pathologie à l'échelle microscopique, et plus particulièrement à l'échelle de l'interface entre la pâte de ciment et les granulats, reste peu discuté dans la littérature. L'objectif principal est donc la caractérisation de la formation retardée d'ettringite à l'interface pâte de ciment/granat en mesurant le gonflement, en réalisant des observations microscopiques pendant l'évolution pathologique et en effectuant des essais mécaniques en traction à cette échelle.

2.1.3. Matériaux d'études

Deux classes de ciment Portland ainsi que des granulats de natures différentes ont été utilisés pour caractériser le comportement mécanique des bétons au cours de l'hydratation et soumis à des dégradations chimiques. Ces matériaux sont référencés dans le Tableau 2.1 :

	Hydratation	Pathologies		
		Hautes températures	Lixiviation	RSI
Ciment	CEM II/B-LL 32.5 N CEM I 52.5 R	CEM II/B-LL 32.5 N	CEM II/B-LL 32.5 N	CEM I 52.5 R
Granulats	Calcaire (Calcite) Silice (Quartz)	Calcite	Calcite	Silice

Tableau 2.1– Classe de ciments et nature des granulats utilisés

Ces choix ont été conditionnés soit par la volonté de mettre en évidence le rôle de l'interface dans le comportement mécanique des bétons en fonction de la nature des granulats, soit par le désir d'accentuer l'apparition de la pathologie étudiée en fonction du type de ciment Portland utilisé. Par exemple,

- la calcite et la silice sont les principaux composants du calcaire (carbonates de calcium et de magnésium) pour le premier, et du grès (quartz, feldspath et mica) pour le second. Ces deux roches sédimentaires sont utilisées habituellement comme agrégats (sable et gravier) dans la production du béton,
- le CEM II a été choisi pour la lixiviation car il s'agissait de s'assurer de la formation d'une interface clairement identifiable au MEB entre les grains et la pâte de ciment,
- le CEM I a été choisi pour la RSI car il est nécessaire d'avoir une certaine quantité d'alcalin dans le milieu pour provoquer l'apparition de cette pathologie.

- **Granulats**

Pour se rapprocher de la forme de granulats roulés pouvant être utilisés dans la formulation des bétons, des billes de calcite et de silice ont été utilisées dans une première approche expérimentale. Le Tableau 2.2 présente les caractéristiques physiques des billes :

	Formule	Densité	Diamètre des grains
Calcite	CaCO ₃	2,60 ± 0,05 g/cm ³	8,26 ± 0,09 mm
Silice	SiO ₂	2,65 ± 0,05 g/cm ³	

Tableau 2.2 – Caractéristiques des billes utilisées

Néanmoins, même si cette première approche a permis de dégager quelques propriétés mécaniques intéressantes à l'échelle locale, l'utilisation de grains sphériques ne permet pas de définir les paramètres classiquement utilisés en mécanique telle que :

- la notion de contraintes : la forme parabolicoïde des grains au contact de la pâte de ciment ne permet pas de définir une contrainte aisément,
- la notion de déformation : la forme cylindrique de la liaison pâte de ciment / granulat dans le sens de la hauteur ne permet pas de calculer une déformation moyenne sur la surface de l'échantillon.

Dès lors, des granulats parallélépipédiques issus de roches de carrières ont été préférés pour réaliser les échantillons à l'échelle locale.

Le Tableau 2.3 présente quelques caractéristiques des roches sédimentaires utilisées :

	Carrière	Densité	Résistance à la compression	Module d'Young
Calcaire	Lafarge Villeneuve lès Maguelone (FR 34 750)	2,70 ± 0,05 g/cm ³	95 MPa	60 GPa
Silice	Saint Firmin Le Crotoy (FR 80 550)	2,60 ± 0,05 g/cm ³	-	-

Tableau 2.3 – Caractéristiques des roches utilisées

A partir de blocs pour le calcaire et de galets (80/150 mm) pour la silice, des granulats de forme parallélépipédique ont été confectionnés permettant ainsi de palier les problèmes de définition de paramètres cités ci-dessus avec les granulats sphériques. Grâce à des équipements permettant une découpe de précision de ces matières premières, il est possible d'obtenir des granulats de calcaire et de silice aux dimensions maîtrisées.

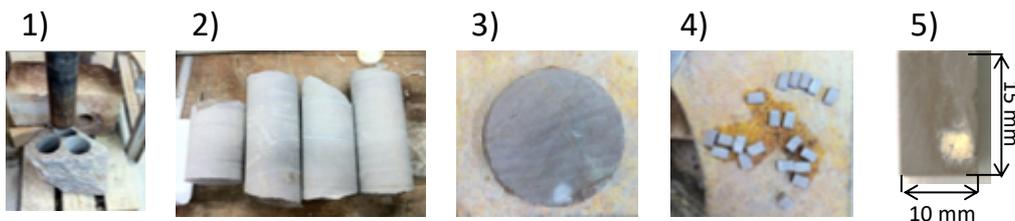


Figure 2.3 – Protocole de préparation des granulats de forme parallélépipédique

- 1) carottage dans un bloc de calcaire, 2) cylindre de calcaire obtenu, 3) découpe en forme de disque, 4) découpe en forme de parallélépipède, 5) granulat obtenu.

- **Ciments**

Suivant les différentes études expérimentales visées, deux types de ciment ont été utilisés. Le Tableau 2.4 donne les différents ciments choisis avec les rapports e/c étudiés.

	Producteur	Rapport eau/ciment
CEM II/B-LL 32.5 N	Lafarge	0,30
	Le Classic®	0,50
CEM I 52.5 R	Calcia Ciment de Beaucaire	0,47

Tableau 2.4 – Classes des ciment utilisés

2.2. Protocoles expérimentaux développés à l'échelle locale

Pour l'ensemble des études expérimentales envisagées sur le matériau béton (hydratation et dégradations), des essais à l'échelle macroscopique ont été réalisés en parallèle avec des essais à l'échelle locale dans le cadre de sujets de stage de Master 2 Recherche. Dans ce manuscrit, le choix a été fait de se limiter à la présentation des protocoles expérimentaux développés à l'échelle locale qui reflète plus un développement de savoir-faire en termes de conception de procédés expérimentaux, de réflexion méthodologique et de fabrication d'outils originaux pour la caractérisation mécanique de l'interface pâte de ciment/granulats. Les protocoles expérimentaux que l'on a appliqués à l'échelle macroscopique sont ceux issus de la littérature aussi bien pour la formulation des bétons que pour la mise en place des procédés de caractérisation mécanique et de dégradations. Ces derniers ont dû être revisité en tenant compte de la taille de nos échantillons locaux.

Dans l'objectif de caractériser les propriétés mécaniques de l'interface pâte de ciment/granulat et de les comparer aux propriétés mécaniques d'une pâte de ciment pure, deux types d'échantillons ont été fabriqués :

- des échantillons dits « composite » constitués soit de deux granulats (sphériques ou cylindriques) séparés par une pâte de ciment pure, soit d'un granulats en contact avec de la pâte de ciment pure,
- des échantillons dits « pâte de ciment » fabriqués à partir de pâte de ciment pure uniquement dont les dimensions sont celles des échantillons dits « composite ».

Les méthodes de confection, de conservation et de dégradation des échantillons sont décrites ci-après.

2.2.1. Préparation des échantillons

La fabrication des échantillons est une étape essentielle dans toute étude expérimentale où les choix de procédés de production ainsi que les méthodes de conservation conditionnent fortement les résultats expérimentaux. Afin de réaliser des échantillons de bonne qualité et en grande quantité, le protocole de la préparation exige plusieurs conditions importantes :

- contrôle du volume de la pâte de ciment et/ou de la séparation entre les grains,
- bonne répétabilité du processus de fabrication,
- préparation des échantillons dans des moules adaptés à la fabrication d'échantillons en quantité nécessaire et suffisante,
- extraction de l'échantillon sans risque d'endommagement,
- minimisation du retrait du séchage et de l'influence du retrait chimique lors de l'hydratation,
- possibilité de fixer les échantillons lors des essais mécaniques sans affecter la liaison ciment / granulats.

Dans le cadre des travaux de recherche de Mielniczuk (2014) et Jebli (2016) avec l'utilisation de grains sphériques, quatre procédés de fabrication ont été proposés et testés. La méthode la plus précise, la plus répétable et la plus aisée à réaliser a été l'utilisation de moule en PVC avec un dispositif de calibration de la distance entre les deux grains afin de contrôler leur espacement ($1,7 \pm 0,1$ mm), la distance entre les trous ($10,0 \pm 0,1$ mm) et leur parallélisme permettant les essais de traction directe. L'espacement entre les grains a été choisi de sorte de se rapprocher de l'Épaisseur Maximale de la Pâte d'environ 2,0 mm (De Larrard (2000)) observée classiquement dans des éprouvettes VER de béton.

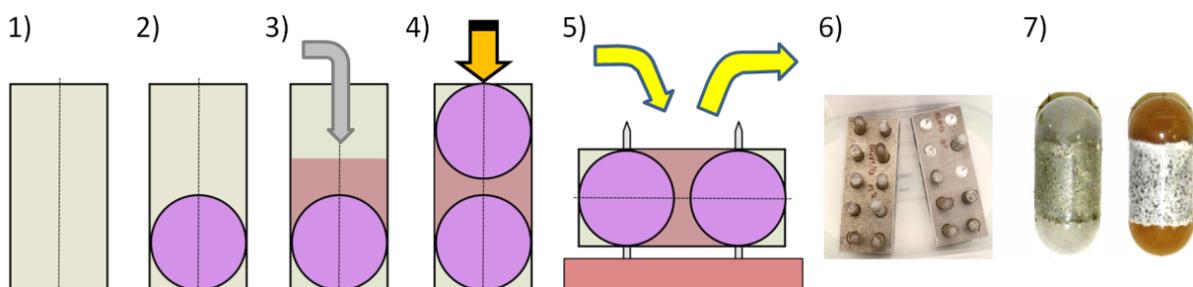


Figure 2.4 – Protocole de préparation des échantillons avec grains sphériques

- 1) moule en PVC, 2) positionnement du premier grains, 3) coulage de la pâte de ciment, 4) positionnement du second grains, 5) ajustement de la distance, 6) conditionnement et 7) échantillons obtenus.

Pour les travaux de recherche de Jebli (2016) avec l'utilisation de granulats de forme parallélépipédique, deux procédés de fabrication ont été développés :

- le premier consistait à positionner deux granulats à une distance de $20 \pm 0,1$ mm. Pour atteindre cet objectif, des moules spécifiques en aluminium ont été conçus et réalisés permettant l'ajustement de la distance entre les deux grains à l'aide d'une cale de 2 mm d'épaisseur.

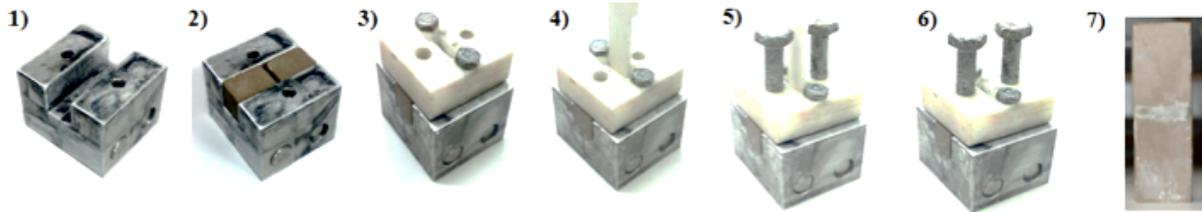


Figure 2.5 – Protocole de préparation des échantillons à deux grains parallélépipédiques

- 1) moule en aluminium, 2) positionnement des grains, 3) mise en place du dispositif contrôlant la distance entre grains, 4) réglage de la séparation avec une cale de 2 mm, 5) coulage de la pâte de ciment
- 6) conditionnement et 7) échantillons obtenus.

- le second s'attachait à réaliser une liaison unique entre un granulat et une pâte de ciment grâce à des moules en silicone confectionnés de sorte d'avoir les dimensions désirées.

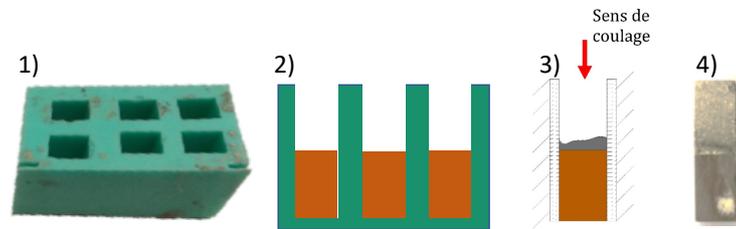


Figure 2.6 – Protocole de préparation des échantillons à un grain parallélépipédique

- 1) moule en silicone, 2) positionnement des grains, 3) coulage de la pâte de ciment et 4) échantillons obtenus.

Concernant le conditionnement des échantillons, Mielniczuk (2014), El Bitouri (2016) et Jebli (2016) ont choisi une conservation dans une boîte hermétique où règne une humidité relative supérieure à 99 % et une température moyenne de $20,6^{\circ}\text{C}$. Jebli (2016) ainsi que Jebli et al. (2018a et 2018b), après une période de prise de 24 heures dans les conditions citées ci-dessus, ont préféré une conservation des échantillons dans de l'eau saturée en chaux à une température de 21°C afin de minimiser le retrait de séchage de la pâte et de limiter la lixiviation prématurée du ciment.

La Figure 2.7 donne les caractéristiques dimensionnelles des échantillons composites à la fin de chaque processus de fabrication.

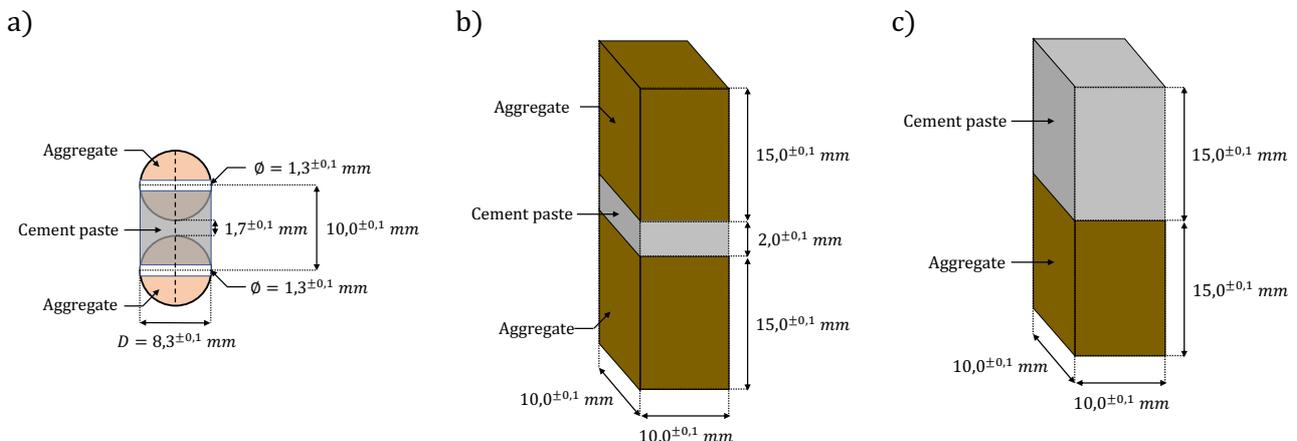


Figure 2.7 – Caractéristiques dimensionnelles des échantillons à l'échelle locale pour des

a) granulats (x2) sphériques, b) granulats (x2) parallélépipédiques

et c) granulat (x1) parallélépipédique

Afin d'observer la présence ou non d'une interface entre un grain parallélépipédique et la pâte de ciment dans le cas de nos échantillons, des images obtenues par MEB sont présentées à la Figure 2.8.

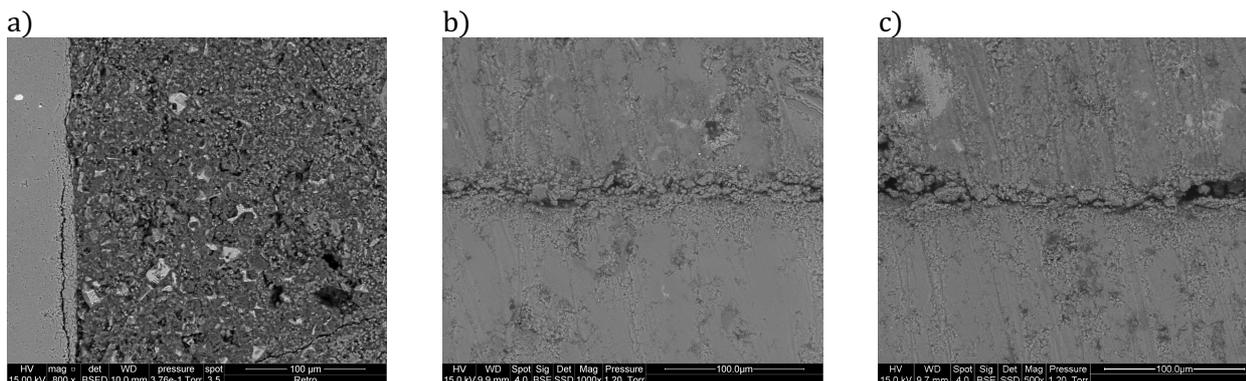


Figure 2.8 – Photographies au MEB de l'interface granulat / pâte de ciment pour a) calcaire / CEM I, b) calcaire / CEM II et c) silice / CEM I

Si l'on constate la présence d'une interface pratiquement inexistante pour le cas calcaire / CEM I (Figure 2.8a)), elle est clairement visible pour les cas calcaire / CEM II (Figure 2.8b)) et silice / CEM I (Figure 2.8c)).

Selon la littérature, deux raisons expliquent ces constatations :

- la nature des granulats influe fortement sur la qualité de l'interface pour les bétons à hautes performances (Malier (1992)) qui sont élaborés avec du ciment CEM I réduisant la porosité et l'épaisseur de la zone d'interface (Aïtcin (2003)),
- les granulats calcaires sont plus réactifs avec la pâte de ciment ce qui engendre une interface plus résistante et moins poreuse contrairement aux granulats siliceux (Kamali-Bernard et al. (2014)).

2.2.2. Dispositifs expérimentaux et équipements spécifiques

Dans l'objectif de caractériser mécaniquement les propriétés de l'interface pâte de ciment/granulat, plusieurs dispositifs expérimentaux ont été associés afin de mesurer précisément les forces et les déplacements au cours des essais de compression, traction directe et cisaillement direct. Ces dispositifs sont communs à tous ces types d'essai, seuls les outils de mise en place diffèrent dans chacun des cas de sollicitations mécaniques que l'on détaillera ci-après.

• Dispositif MTS

Pour mettre les protocoles expérimentaux en place, on a utilisé un dispositif de traction/compression de type Mechanical Testing System® associé au logiciel de test et d'analyse Testworks®. Ce dispositif a été choisi car il est doté de trois capteurs de force ($500 \pm 1 N$, $1\,000 \pm 5 N$ et $5\,000 \pm 10 N$) étant facilement interchangeables selon les capacités nominales nécessaires en termes de force suivant le type d'essai mécanique envisagé.

En outre, cet équipement permet d'imposer soit une vitesse de déplacement de la traverse, soit une vitesse de montée en charge. Si les normes sur les essais mécaniques d'échantillons macroscopiques préconisent un réglage de montée en charge et même si le dispositif MTS est doté d'un régulateur PID (proportionnel, intégral et dérivé) permettant son asservissement prévu à cet effet, on a fait le choix d'imposer une vitesse de déplacement v de la traverse de $0,01 \text{ mm/s}$ étant donné la faible résistance mécanique des échantillons à l'échelle locale.

Concernant la fiabilité des données issues de la MTS concernant les déplacements de la traverse et à la vue de rajouts d'équipements spécifiques, on a préféré opter pour une détermination par mesures locales des champs de déplacement par corrélation d'images.

- **Accessoires spécifiques**

Concernant la réalisation des essais mécaniques à l'aide de la MTS, des accessoires spécifiques ont été conçus et réalisés au sein de notre plateforme de fabrication mécanique pour effectuer des tests de traction directe et cisaillement direct sur nos échantillons locaux.

Pour les essais sur les composites à granulats sphériques, deux modes de sollicitation ont été testés qui consiste à réaliser, pour le 1^{er} mode, des essais de compression simple et pour le 2nd mode, des essais de traction directe. Pour le 1^{er} mode, l'échantillon est placé entre deux plateaux. La position initiale de l'échantillon est réglée par une vis. Pour le 2nd mode, l'échantillon est fixé à l'aide des tiges de 1,3 mm de diamètre (Figure 2.7a)) en acier (high speed steel, HSS), placés dans les trous des grains. La Figure 2.9 donne un schéma et une photo des supports pour les deux types d'essais mécaniques réalisés.

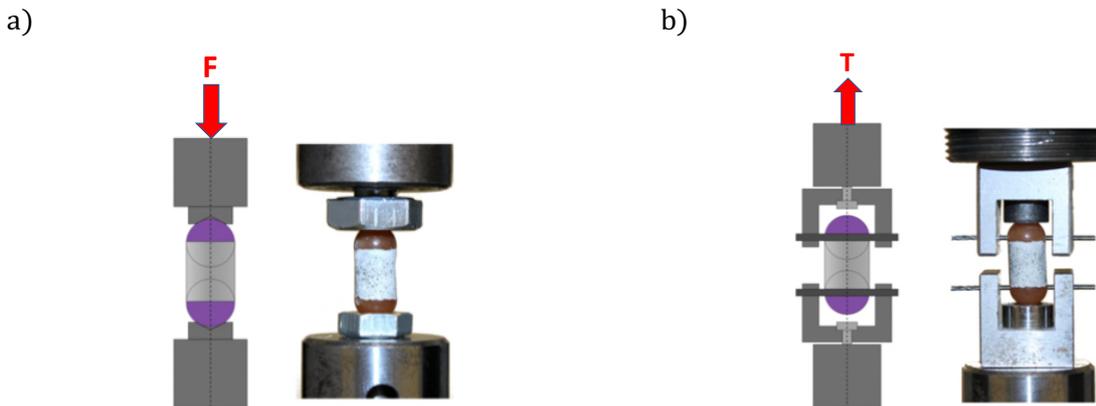


Figure 2.9 – Schématisation et photos illustrant les essais de a) compression simple et b) traction directe sur les composites à granulats sphériques.

Pour les essais sur les composites à granulats parallélépipédiques, deux modes de sollicitation ont été développés à savoir, pour le 1^{er} mode, des essais de traction directe et, pour le 2nd mode, des essais de cisaillement direct.

Pour le 1^{er} mode, quatre cales en acier percées d'un trou sont collées sur l'échantillon (Figure 2.10a)) à l'aide de deux demi-boîtes rigides et guidés afin de régler le parallélisme des cales. Au niveau de la machine de traction, 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 2.10b)). Néanmoins, ce premier montage a montré ces limites et notamment sur le fait qu'il pouvait y avoir des concentrations de contrainte ponctuellement à cause des défauts de parallélisme des axes de chargement. Dès lors, un système à double pivot a été mis au point par l'ajout de deux pièces en « U » percées qui ont été rajoutées au montage initial et liées aux supports en « U » fixes (Figure 2.10c)). L'avantage de cette configuration est la possibilité d'obtenir un chargement parallèle à l'axe verticale de l'échantillon malgré les défauts géométriques.

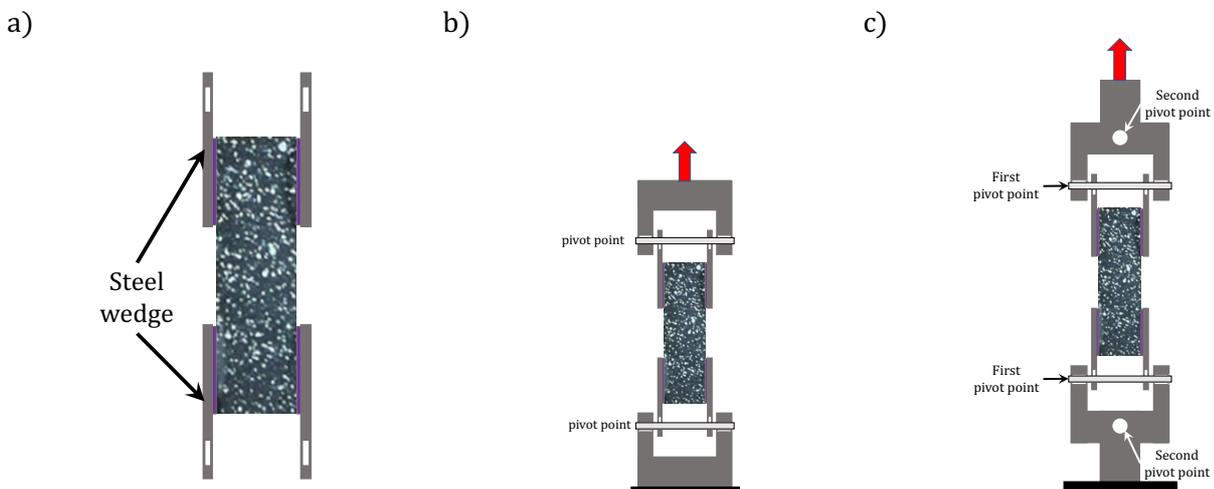


Figure 2.10 – Schématisation de l'essai de traction directe

a) échantillon avec cales, b) dispositif avec 1 pivot et c) dispositif avec 2 pivots

Pour le 2nd mode, le dispositif est constitué de deux demi-boîtes distantes d'environ 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 centre du dispositif, 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. 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_s sur un plan vertical. La Figure 2.11 montre le dispositif expérimental mis au point pour réaliser les essais de cisaillement direct.

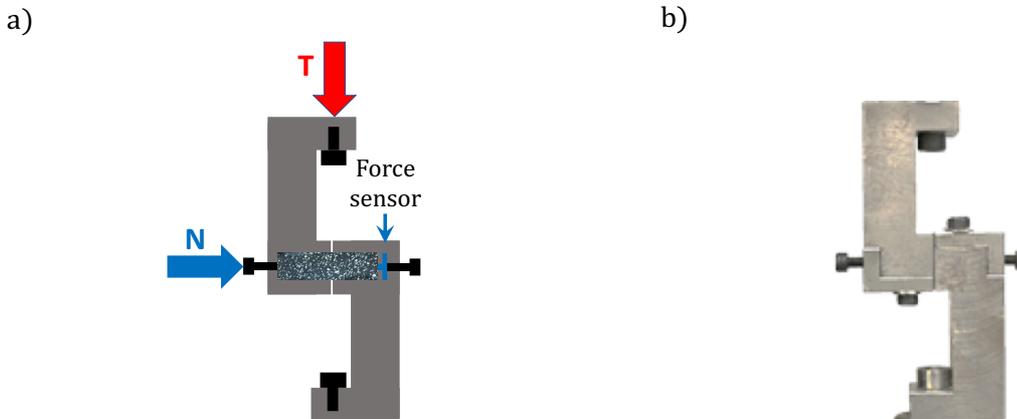


Figure 2.11 – a) Schématisation et b) photo illustrant les essais de cisaillement direct sur les composites à granulats parallélépipédiques.

Au cours de l'essai, la vitesse de déplacement est imposée au niveau de l'une des demi-boîtes, l'autre restant fixe. Au cours de ce déplacement, on mesure la force de cisaillement T dans le plan vertical, grâce au capteur de force lié à la MTS, permettant d'avoir accès à la contrainte de cisaillement τ . Les relations entre ces grandeurs sont :

$$\sigma_s = \frac{N}{A} \text{ et } \tau = \frac{T}{A} \quad (2.1)$$

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

- **Corrélation d'images**

Cette technique, développée par Sutton et al. (1983 et 1986), 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 pour détecter des fissures (Wattrisse et al. (2001)). Le principe de cette méthode consiste à déterminer les champs de déplacements et de déformations d'un solide, à partir des marquages sur les matériaux 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 2.12). Les matériels nécessaires pour l'utilisation de cette technique sont : une caméra rapide, un PC et une source en lumière.

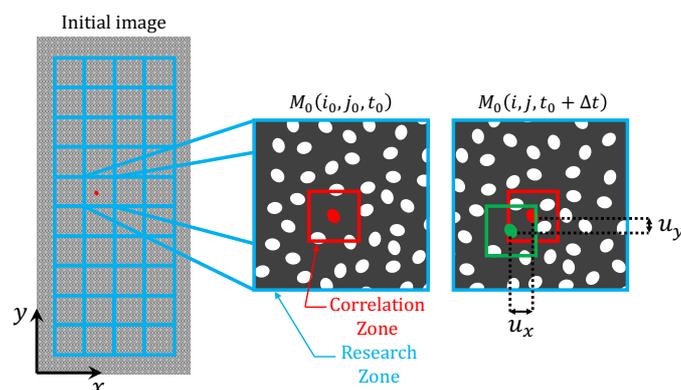


Figure 2.12 – Schématisation du principe de calcul des déplacements par corrélation d'image.

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. Dans notre cas, cet aspect aléatoire est appliqué grâce à un dépôt de peinture blanche par évaporation sur la surface de l'échantillon teintée préalablement en noir (Figure 2.13a)). Les mesures cinématiques bidimensionnelles (déplacements et déformations) sont obtenues grâce au logiciel Trait cin NRJ développé au sein de l'équipe ThM2 du LMGC. La synchronisation temporelle des différents signaux (cinématiques et mécaniques) est assurée par un boîtier électronique SynchroCam conçu au laboratoire pour déclencher en même temps toutes les acquisitions (Chrysochoos et al. (2009)). Pour observer et enregistrer la progression du mouchetis au cours de l'essai, on a utilisé une caméra rapide de type Vision Research Phantom v12 dont la vitesse d'acquisition est de 10 à 40 milles images par seconde. La configuration de dispositif expérimental est présentée sur la Figure 2.13b). Dans notre cas, le déplacement est calculé sur un élément de surface le plus proche de la zone de rupture pour calculer les sauts de déplacement afin de détecter l'ouverture de la fissure.

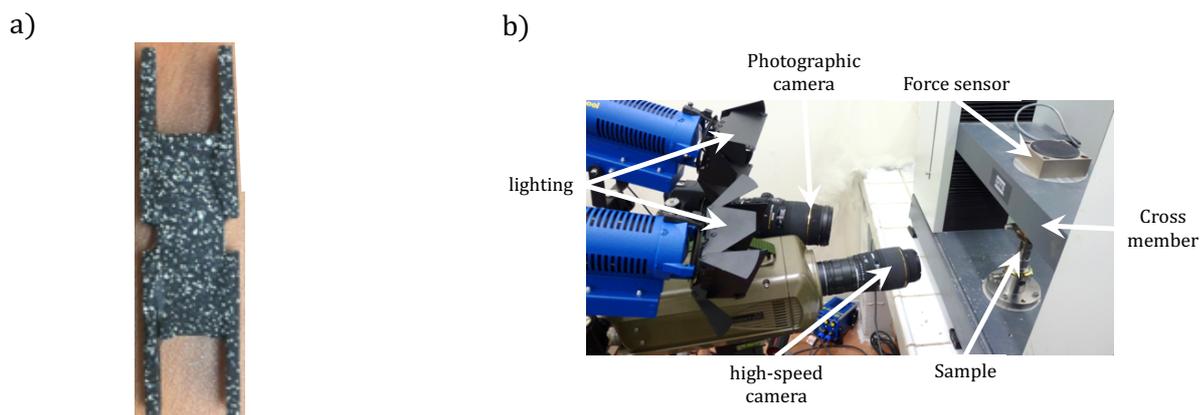


Figure 2.13 – Photographies illustrant a) le composite avec le mouchetis dans le cas d'un essai de traction et b) le dispositif expérimental

2.2.3. Méthodes d'accélération et de caractérisation des dégradations

Le temps caractéristique pour que les mécanismes de dégradations dans les structures en béton soient diagnostiqués est de l'ordre de quelques dizaines d'années. Il est donc essentiel que les études expérimentales adoptent (ou non) des méthodes d'accélération de dégradation en fonction de la pathologie rencontrée. Outre la contrainte de temps de dégradation, ces méthodes doivent également reproduire les mêmes processus de dégradation du béton observés pour les structures. Suite à notre recherche bibliographique sur les avantages et les inconvénients de chacune des méthodes proposées dans la littérature, on a privilégié les méthodes d'accélération présentées ci-après.

De même, les méthodes de mesure au cours des dégradations sont assez bien détaillées dans la littérature. Certaines méthodes nécessitent des équipements lourds ainsi qu'une préparation minutieuse des échantillons avant de conclure sur l'avancement de la pathologie. D'autres méthodes sont plus abordables en termes de coût en prenant toutes les précautions de sécurité nécessaire à leurs utilisations.

Néanmoins, la plupart des méthodes d'accélération ou de mesure des dégradations sont destinées à des échantillons macroscopiques. Par conséquent, certains protocoles ont dû être revisités en particulier du fait de la taille de nos échantillons. Dans chaque cas, on se propose alors de présenter les protocoles adoptés pour nos échantillons vis-à-vis des protocoles classiquement utilisés pour des volumes élémentaires représentatifs.

- **Hautes températures**

L'objectif de cette étude était d'analyser les différents états de dégradation thermique d'échantillons à l'échelle locale et plus particulièrement, son effet sur l'interface pâte de ciment / granulats.

Les échantillons destinés à l'étude des cycles thermiques ont été conservés selon le protocole recommandé par la RILEM (RILEM TC129-MHT). Les cycles thermiques préconisés par la RILEM ont été réalisés avec four Nabertherm LH 216/12SW pouvant aller jusqu'à 1200°C et d'un système de pilotage et d'acquisition Controltherm. Ces cycles thermiques se composent de trois phases :

- une phase de montée en température jusqu'à la température de consigne avec une vitesse de 0,1 à 1,0°C/min suivant la taille des éprouvettes.
- Un palier de stabilisation permettant d'uniformiser la température au sein de l'éprouvette. La durée de ce palier entre 1 heure et 12 heures est fonction de la taille de l'éprouvette et de la température du cycle de chauffage,
- une phase de refroidissement à l'intérieur du four maintenu fermé.

Néanmoins, concernant les échantillons à l'échelle locale, les cycles thermiques ont dû être révisés compte tenu de leurs faibles dimensions. En effet, au-delà d'une température de consigne $T > 150^{\circ}\text{C}$, l'interface pâte de ciment / granulats était rompue systématiquement. Dès lors, il a été choisi de prendre en compte des températures de consignes suivantes : 20, 40, 60, 80, 100, 120 et 150°C. La vitesse de chauffage est de 1,0°C/min. La durée du palier de stabilisation a été fixée à 1 heure. Le Tableau 2.5 présente un résumé du protocole expérimental pour l'étude du traitement thermique pour l'échelle locale en le comparant à celui préconisé pour l'échelle macroscopique.

		Composite	VER
Conservation	Température	20 ± 1°C	20 ± 1°C
	Humidité relative	98 ± 1%	98 ± 1%
	Temps	90 jours	90 jours
Montée en température	Température	40°C à 150°C	150°C à 900°C
	Vitesse de chauffage	1,0°C/min	0,1°C/min à 1,0°C/min
Stabilisation	Température	40°C à 150°C	150°C à 900°C
	Temps	1 heure	1 heure à 12 heures
Refroidissement	Temps	Naturel	Naturel

Tableau 2.5 – Protocoles expérimentaux pour le traitement thermique à l'échelle locale (composite) et à l'échelle macroscopique (VER) préconisé.

La visualisation de l'état de dégradation des échantillons composites au niveau de l'interface est réalisée à l'aide d'un Microscope Électronique à Balayage (FEI Quanta 200 ESEM FEG) avant et après le traitement thermique.

- **Lixiviation**

L'objectif de cette étude était d'analyser les différents états de dégradation chimique par lixiviation d'échantillons de pâte de ciment et de composite. Ceci a été réalisé par un processus accéléré capable de reproduire ce qui se passe dans la réalité pour caractériser le comportement à long terme des matériaux cimentaires. Parmi les méthodes de lixiviation accélérée proposées dans la littérature, celle de l'immersion dans une solution de nitrate d'ammonium a été choisie.

Après 40 jours de conservation dans de l'eau saturée en chaux afin de limiter la dissolution de la pâte de ciment et de les protéger des effets d'un séchage précoce, les échantillons de pâte de ciment et les composites sont plongés dans une solution de nitrate d'ammonium à une concentration de 6 mol/litre. 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 dispositif de l'essai de lixiviation accélérée sous solution de nitrate d'ammonium est présenté sur la Figure 2.14a). Le contrôle du *pH* de la solution au cours de l'essai est assuré par un suivi en continu via un *pH*-mètre (Figure 2.14b)). Une fois que les échantillons sont immergés dans la solution, le *pH* augmente rapidement jusqu'à un *pH* = 7 puis il augmente lentement et se stabilise vers un *pH* = 8. La solution est renouvelée lorsque le *pH* devient supérieur à 9,25.

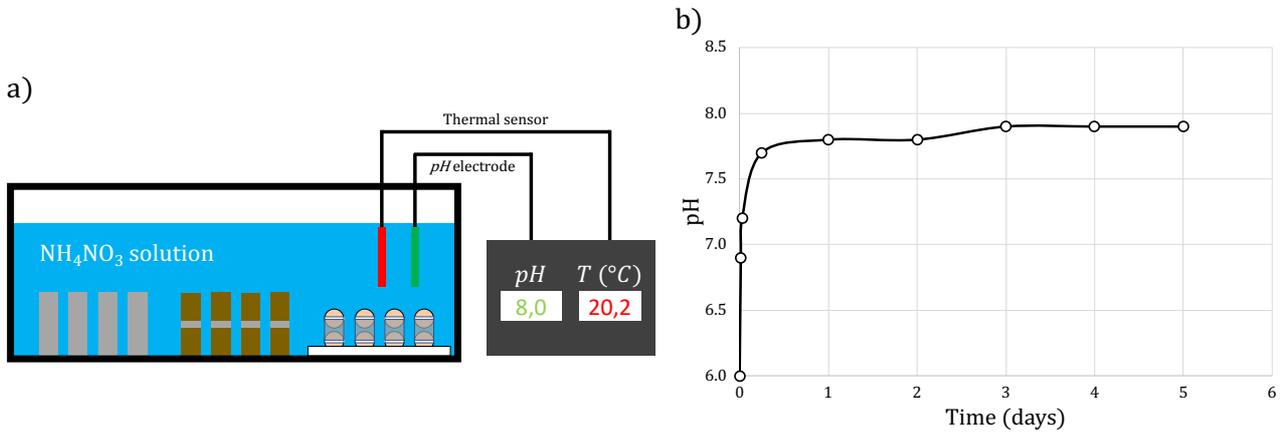


Figure 2.14 – a) Dispositif expérimental et b) évolution du pH au cours de l'essai de dégradation chimique par lixiviation

Concernant les granulats calcaires utilisés dans le cadre de cette dégradation chimique, une étude préliminaire a été réalisée afin de s'assurer que ces derniers sont stables sur la durée de nos essais vis-à-vis de la solution de nitrate d'ammonium. A l'échelle centimétrique de nos échantillons, la durée pour dégrader totalement la pâte de ciment est de 5 jours ce qui n'est pas suffisant pour attaquer chimiquement les granulats.

Concernant la pâte de ciment, pour les échantillons parallélépipédiques de dimensions $10 \times 10 \times 32 \text{ mm}^3$, seule la partie centrale a été exposée à la solution de nitrate d'ammonium.

A différents stades de dégradation, 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 permettre la mesure de la profondeur de dégradation et de réaliser les essais mécaniques.

La profondeur dégradée a été déterminée à l'aide du test à la phénolphtaléine sur des échantillons sectionnés préalablement dans le sens de la hauteur (coupe verticale) et de la largeur (coupe radiale et coupe transversale) comme illustrée à la Figure 2.15.

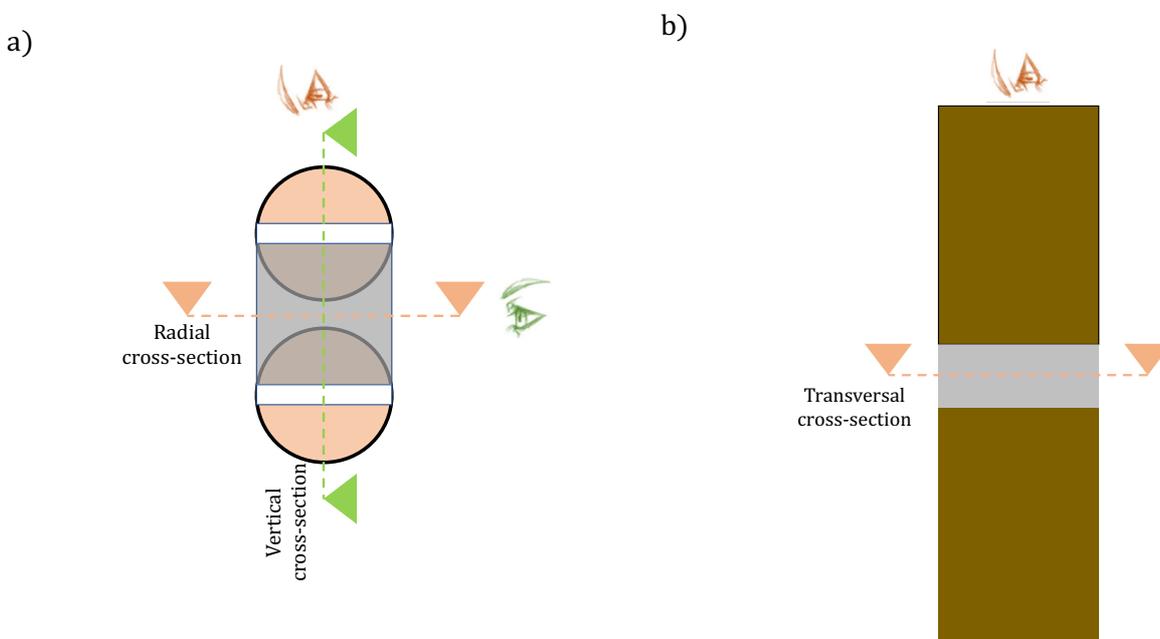


Figure 2.15 –Schématisation illustrant les coupes des échantillons composite dans le cas de granulats a) sphériques et b) parallélépipédiques.

Les travaux présentés par Le Bellégo (2001) décrivent la méthode d'utilisation des indicateurs de pH pour caractériser l'état de dégradation chimique des échantillons. La phénolphtaléine change de couleur lorsque le $pH \approx 9$ lors de la dégradation du béton. Au cours de la dégradation chimique par lixiviation, le pH varie de la valeur initiale de la pâte de ciment ($pH = 13$) à celle de la solution de nitrate d'ammonium ($pH = 6$) qui caractérise l'environnement acide (sous-entendu par rapport au de la pâte de ciment). Par conséquent, la phénolphtaléine ne donne pas la position exacte du front de

dissolution de la portlandite qui se caractérise par un gradient de pH . En comparant la mesure à l'aide d'indicateurs de pH avec celle de l'analyse à la microsonde à spectrométrie de masse des ions secondaires (Le Bellégo (2001)), il a été montré que, pour la pâte de ciment, la profondeur totale dégradée peut être corrigée de l'épaisseur dégradée mesurée avec du phénolphthaléine notée e_{ph} par multiplication par un coefficient de 1,17. Dans ce cadre, l'épaisseur totale dégradée e_t a été calculée par la formule suivante :

$$e_t = 1,17 \times e_{ph} \quad (2.2)$$

- **Réaction sulfatique interne**

Il est admis que la température atteinte par le béton au jeune âge est un paramètre déterminant pour le développement de la RSI (Brunetaud et al. (2008)). Afin d'accélérer l'apparition de cette pathologie, les échantillons macroscopiques subissent classiquement (Kelham (1996), Famy et al. (2001), Godart (2017)) :

- dans un premier temps, un traitement hygrothermique est effectué directement après la fabrication des échantillons de sorte que l'humidité relative soit maintenue constante à $HR = 95\%$ pour une température de consigne de $T = 80^\circ C$ pendant 3 jours. Ce traitement est réalisé à l'aide d'une chambre climatique permettant d'imposer et de contrôler ce cycle hygrothermique,
- dans un deuxième temps, deux cycles de séchage et d'humidification, d'une durée de 14 jours chacun, sont réalisés conformément à la méthode d'essai LPC n°66. Chaque cycle se décompose en un séchage de 7 jours où l'humidité relative est maintenue constante à $HR < 30\%$ pour une température de consigne de $T = 38 \pm 2^\circ C$ suivi par une humidification de 7 jours par l'immersion dans de l'eau à $T = 20 \pm 2^\circ C$,
- dans un troisième temps, les éprouvettes sont immergées définitivement dans l'eau à une température de consigne de $T = 38 \pm 2^\circ C$. L'immersion est faite dans un bac en plastique rempli d'eau qui est doté d'un thermoplongeur afin de maintenir la température de consigne.

Néanmoins, dans le cadre de nos études sur les composites, il s'est avéré que le traitement hygrothermique prescrit pour des échantillons macroscopiques était trop agressif par rapport à la taille des échantillons en provoquant la fissuration du composite à l'interface pâte de ciment/granulat. Compte tenu de la petite taille des échantillons et de la sensibilité de l'interface pâte de ciment/granulat, le traitement permettant l'accélération de la pathologie a dû être adapté. Pour répondre à cela, on a décidé de réduire la durée de la température de cure qui est généralement acceptée pour les échantillons macroscopiques. Après plusieurs essais pour déterminer le protocole le plus approprié pour nos composites, on a retenu la méthode d'accélération de la pathologie RSI suivante :

- dans un premier temps, élévation de température de $5^\circ C$ /heure jusqu'à une température de consigne de $T = 80 \pm 2^\circ C$ avec une humidité relative proche de $HR = 95\%$,
- dans un deuxième temps, maintien des conditions hygrothermiques ci-dessus pendant un temps $t = 2$ heures,
- dans un troisième temps, diminution de température de $5^\circ C$ /heure jusqu'à une température de consigne de $T = 20 \pm 2^\circ C$ avec une humidité relative proche de $HR = 95\%$,
- dans un quatrième temps, conservation des échantillons dans un aquarium rempli d'eau non renouvelée à une température $T = 38 \pm 2^\circ C$.

Le cycle hygrothermique a été assuré avec une enceinte climatique programmable (Memmert CTC256) permettant d'appliquer la température et l'humidité relative voulues. Il est à noter que les cycles de séchage/humidification n'ont pas été réalisés après le traitement hygrothermique. Le Tableau 2.6 présente un résumé du protocole expérimental pour l'étude de la RSI pour l'échelle locale en le comparant à celui préconisé pour l'échelle macroscopique.

		Composite	VER
Traitement hygrothermique	Température	$80 \pm 1^\circ\text{C}$	$80 \pm 1^\circ\text{C}$
	Humidité relative	$95 \pm 1\%$	$95 \pm 1\%$
	Temps	2 heures	3 jours
Séchage	Température	–	$38 \pm 1^\circ\text{C}$
	Hygrométrie	–	$HR < 30\%$
	Temps	–	7 jours
	Nombre de cycle	–	2
Humification	Température	–	$20 \pm 1^\circ\text{C}$
	Hygrométrie	–	Plongé dans l'eau
	Temps	–	7 jours
	Nombre de cycle	–	2
Conservation	Température	$38 \pm 1^\circ\text{C}$	$38 \pm 1^\circ\text{C}$
	Hygrométrie	Plongé dans l'eau	Plongé dans l'eau
	Temps	Fin du gonflement	Fin du gonflement

Tableau 2.6 – Protocoles expérimentaux pour l'accélération de la pathologie RSI à l'échelle locale (composite) et à l'échelle macroscopique (VER) préconisé.

Pour le suivi du gonflement au cours de la dégradation de la pâte de ciment et des composites, plusieurs méthodes ont été testées dont des jauges de déformation, l'extensomètre ou bien encore la corrélation d'images. Les deux premières méthodes citées n'ont pas donné entière satisfaction à cause notamment d'un décollage des éléments pendant la phase de conservation. Dès lors, l'utilisation de la méthode par corrélation d'image nous a semblés la plus adaptée à la taille et au conditionnement de nos échantillons. Cette méthode consiste à déposer un mouchetis sur une face de l'échantillon grâce à une projection de peinture blanche sur sa surface teintée préalablement en noir (Figure 2.16a)). Pour localiser la position de l'interface, des marques rouges ont été placées sur l'échantillon. Tous les sept jours pendant l'évolution de la pathologie, une photographie du mouchetis est effectuée grâce à un microscope optique ayant une résolution suffisante pour détecter chaque point du mouchetis. La mesure de l'expansion s'effectue en calculant les distances entre des points bien identifiés à différents instants (Figure 2.16b)).

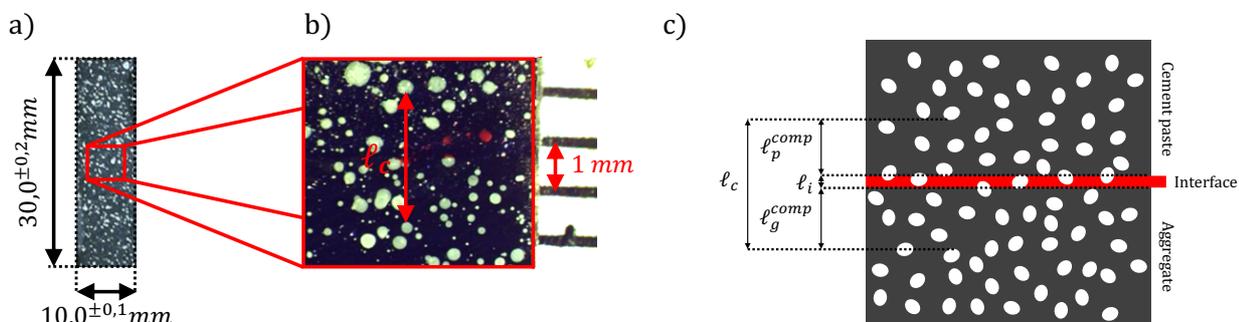


Figure 2.16 – Photographies illustrant a) le composite avec le mouchetis et b) la zone de prise avec le microscope optique et c) schématisation la méthode de mesure d'expansion.

Au cours de la dégradation, les mesures de déplacement sont effectuées sur les composites où l'on note la variation de longueur $\Delta l_c = l_c - l_{c0}$ avec l_{c0} et l_c respectivement la longueur initiale (indice 0) et la longueur mesurée à un instant donné du composite (indice c) entre deux points préalablement sélectionnés (Figure 2.16c)). En parallèle, d'autres mesures sont réalisées sur la pâte de ciment ayant subi le même protocole d'accélération de la RSI et on note la variation de longueur $\Delta l_p = l_p - l_{p0}$ où l_{p0} et l_p sont respectivement la longueur initiale (indice 0) et la longueur à un instant donné au cours de la dégradation de la pâte (indice p). A chaque instant, les longueurs mesurées sur le composite l_c ne représentent pas l'épaisseur de l'interphase puisque cette distance englobe une épaisseur de granulats (notée l_g^{comp}), l'épaisseur de l'interphase (notée l_i) et une épaisseur de pâte de ciment (notée l_p^{comp}).

En d'autres termes, entre chaque point de mesure, la variation de longueur du composite est la somme des variations de chaque élément :

$$\Delta \ell_c = \Delta \ell_g^{comp} + \Delta \ell_i + \Delta \ell_p^{comp} \quad (2.3)$$

avec $\Delta \ell_g^{comp}$, $\Delta \ell_i$ et $\Delta \ell_p^{comp}$ les variations de longueur au niveau du granulat, de l'interface et de la pâte de ciment au cours de la dégradation. Les mesures montrent que les expansions au niveau du granulat sont négligeables ($\Delta \ell_g^{comp} = 0 \mu m$).

A chaque instant, les expansions au niveau du composite ε_c et de la pâte de ciment pure ε_p peuvent être déduites par les relations suivantes :

$$\varepsilon_c = \frac{\Delta \ell_c}{\ell_{c0}} \quad (2.4)$$

$$\varepsilon_p = \frac{\Delta \ell_p}{\ell_{p0}} \quad (2.5)$$

En admettant que la déformation de la pâte formant le composite ε_p^{comp} est identique à celle de la pâte de ciment pure ε_p , déduite des échantillons de référence en pâte de ciment supposés homogènes, on peut écrire :

$$\varepsilon_p^{comp} = \varepsilon_p = \frac{\Delta \ell_p^{comp}}{\ell_{p0}^{comp}} \quad (2.6)$$

où ℓ_{p0}^{comp} est la longueur initiale (indice 0) de pâte de ciment présente entre deux points du composite. Le bord du granulat étant plus facilement détectable, on en déduit la longueur ℓ_{g0}^{comp} entre chaque point de mouchetis et le bord du granulat afin de déterminer la longueur ℓ_{p0}^{comp} par la relation :

$$\ell_{p0}^{comp} = \ell_{c0} - \ell_{g0}^{comp} - \ell_{i0} \quad (2.7)$$

où ℓ_{i0} est l'épaisseur initiale (indice 0) de l'interphase (indice i) qui est mesurable grâce au Microscope Électronique à Balayage (Figure 2.8) et qui est supposée constante sur toute la surface du granulat. Par conséquent, à chaque instant, l'expansion de l'interface ε_i peut être déduite par la relation suivante :

$$\varepsilon_i = \frac{\Delta \ell_i}{\ell_{i0}} = \frac{\Delta \ell_c - \Delta \ell_p^{comp}}{\ell_{i0}} = \frac{\Delta \ell_c - \varepsilon_p \times \ell_{p0}^{comp}}{\ell_{i0}} \quad (2.8)$$

Cette expression nous permettra alors d'estimer l'expansion de l'interface due à la dégradation par RSI.

2.3. Effet de l'hydratation

Dans cette partie, on se propose de présenter et de discuter les résultats obtenus, au cours de l'hydratation, sur le comportement mécanique pour des composites à granulats sphériques et à granulats parallélépipédiques liés par une pâte de ciment.

Dans une première approche, les résultats en compression et traction sont présentés dans le cadre des granulats sphériques. Cette forme géométrique a été motivé par la volonté de rester proche des conditions de simulations numériques en éléments discrets qui reposent le plus souvent sur des éléments de forme sphérique. Même si les premiers résultats ont été plutôt concluants, outre les problèmes associés à la forme convexe de l'interface pâte de ciment / granulats, on verra que la détermination de paramètres mécaniques classiquement utilisés, est difficilement possible ce qui nous a orientés vers l'utilisation de granulats parallélépipédiques.

2.3.1. Composites à granulats sphériques

Dans le cadre du Post Doctorat de Mielniczuk (2014), en collaboration avec l'IRSN de Cadarache sur la thématique de la caractérisation du comportement et de la rupture du béton à l'échelle de l'interface ciment-granulats, on a commencé les études expérimentales en prenant des granulats sphériques pré-perçés de calcite et de quartz qui ont été liaisonnés avec une pâte de ciment de type CEM II/B-LL 32.5 N de chez Lafarge préparée avec un rapport $e/c = 0,5$. Après l'étape de conditionnement et d'hydratation dans une boîte hermétique où règne une humidité relative supérieure à 99 % et une température moyenne de 20,6°C, le moule est enlevé. L'échantillon est ensuite pesé, mesuré et fixé sur le support de la machine d'essai MTS, afin d'effectuer les essais mécaniques de compression ou de traction (Figure 2.9). Avant le lancement de l'essai, une photo de l'échantillon est prise afin de visualiser la surface de l'éprouvette. Ces dernières montrent que la couleur de la pâte, la quantité des hydrates et la taille des hydrates, visibles sur la surface, dépendent du temps d'hydratation. La Figure 2.17a) 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'interface ou 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 de ciment de l'ordre de $2,22 \pm 0,22 \text{ g/cm}^3$, sans variation importante avec le temps d'hydratation, comme en témoigne la Figure 2.17b).

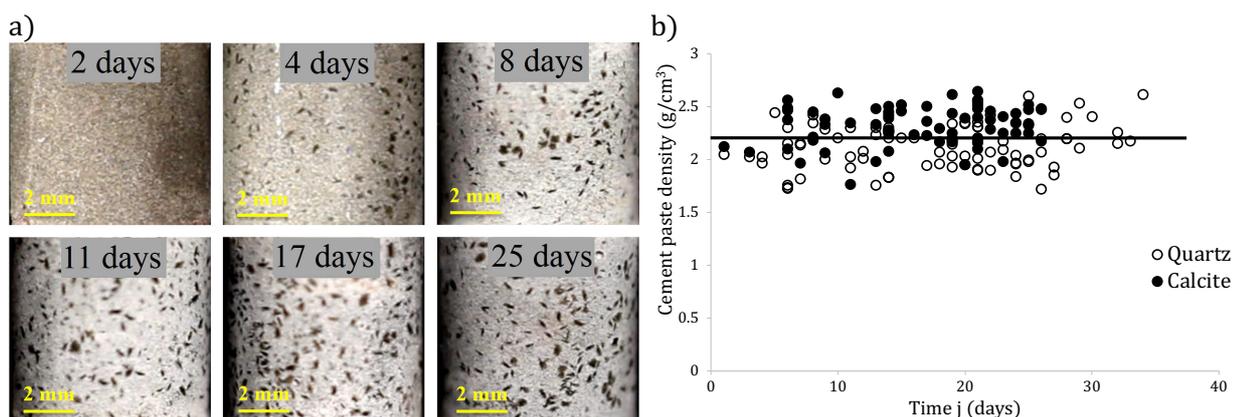


Figure 2.17 – Photographies des a) échantillons et b) densité de la pâte de ciment à différents stades d'hydratation.

Pour les essais de compression (Figure 2.18a) et b)) et de traction (Figure 2.18c) et d)), les courbes caractérisant la force en fonction du déplacement sont enregistrées pour chaque type d'échantillon (Figure 2.18a) et c) pour la calcite et Figure 2.18b) et d) pour le quartz) et à différents stades d'hydratation.

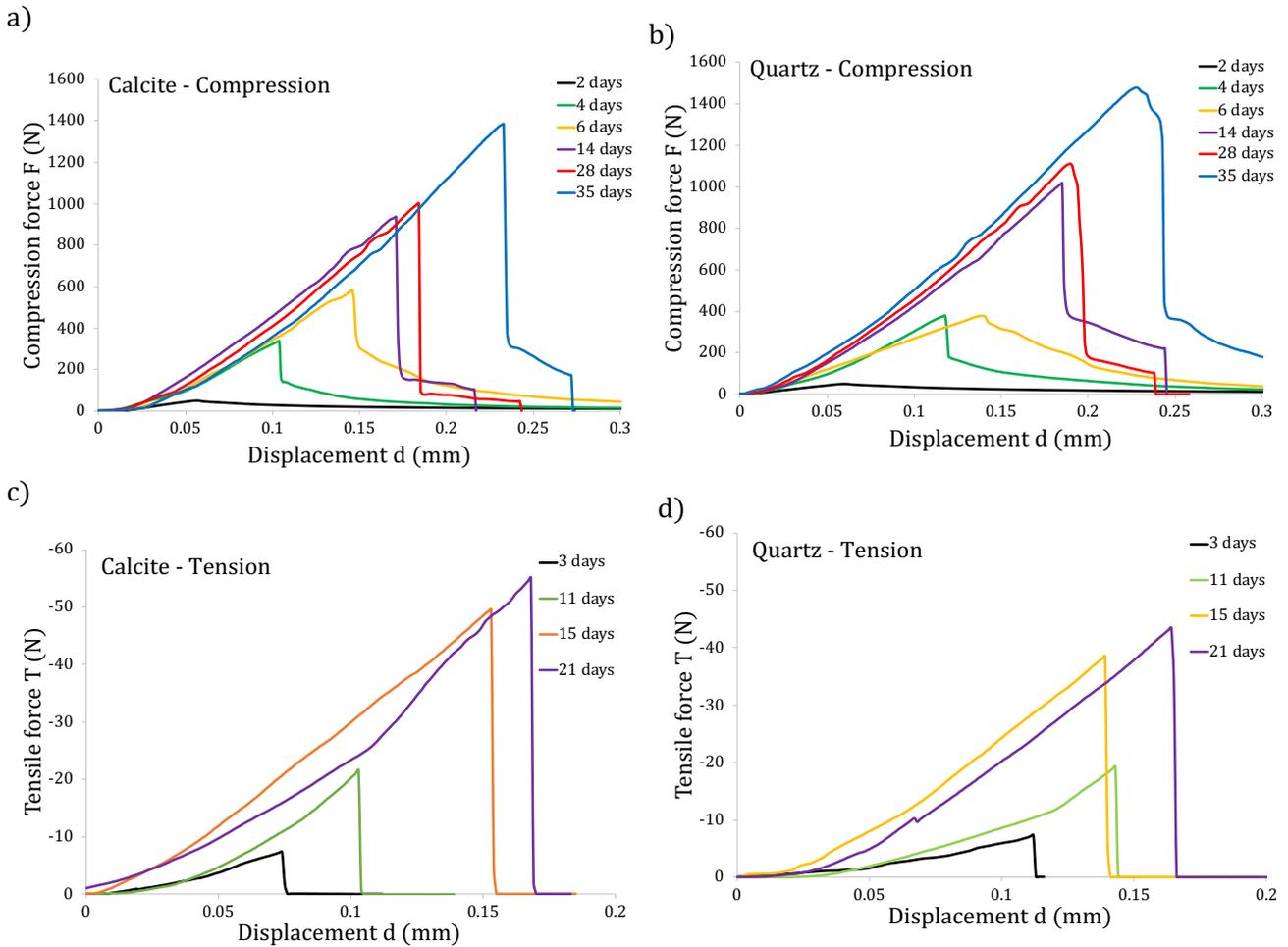


Figure 2.18 – Évolution de la force en fonction du déplacement lors des essais de a) et b) compression et de c) et d) traction sur des échantillons avec des granulats en a) et c) calcite et b) et d) quartz.

La Figure 2.19 donne des photographies au cours des essais de compression et de traction. En compression (Figure 2.19a)), la fissure se développe le long d'une génératrice dans la pâte de ciment et la résistance à la rupture du composite est conditionnée par la résistance à la compression de la pâte de ciment. En traction (Figure 2.19b)), la fissure apparaît à l'interface pâte de ciment / granulats et la résistance à la rupture du composite est liée à celle de l'interface caractérisant l'adhésion entre la pâte de ciment et le granulats.

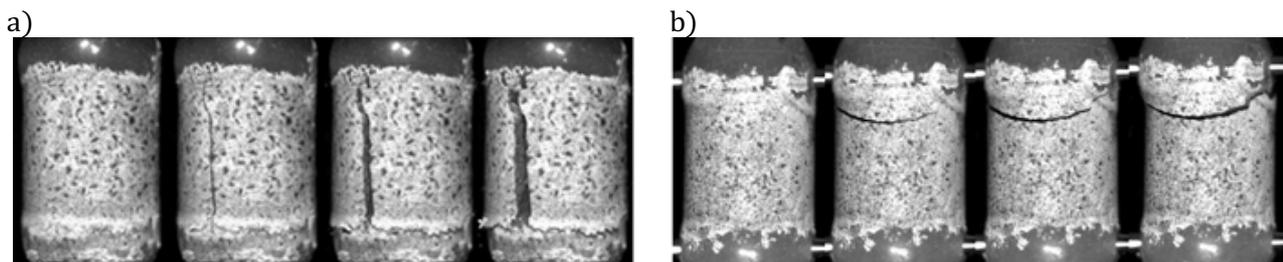


Figure 2.19 – Photographies des échantillons au cours a) d'un essai de compression (23 jours d'hydratation) et b) d'un essai de traction (21 jours d'hydratation) pour des granulats en quartz.

Les valeurs de la force maximale à la rupture (N) pour la compression F_{rup} et pour la traction T_{rup} ainsi que les raideurs (kN/mm) pour la compression k_c et pour la traction k_t sont présentées à la Figure 2.20 en fonction du temps j d'hydratation (en jours) pour les doublets en calcite et en quartz. Dans le cas de la compression, les évolutions de la force à la rupture $F_{rup}(j)$ et de la raideur $k_c(j)$ en fonction du temps j d'hydratation ont été approchées en utilisant une fonction de type exponentielle telles que proposée dans l'Eurocode pour estimer classiquement les résistances macroscopiques du béton. Dans le cas de la traction, les évolutions de la force à la rupture $T_{rup}(j)$ et de la raideur $k_t(j)$ en fonction du temps j d'hydratation ont été approchées en utilisant une formule décrite dans le BAEL.

Les expressions sont les suivantes :

$$F_{rup}(j) = \beta_{cc}(j) \times F_{rup}(28) \quad (2.9)$$

$$k_c(j) = (\beta_{cc}(j))^{0,3} \times k_c(28) \quad (2.10)$$

$$T_{rup}(j) = 0,05 \times F_{rup}(j) \quad (2.11)$$

$$k_t(j) = 0,05 \times k_c(j) \quad (2.12)$$

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

$$\beta_{cc}(j) = \exp\left(s \left(1 - \left(\frac{28}{j}\right)^{0,5}\right)\right) \quad (2.13)$$

avec s est un coefficient qui dépend du type de ciment. Ce paramètre est déterminé par interpolation linéaire.

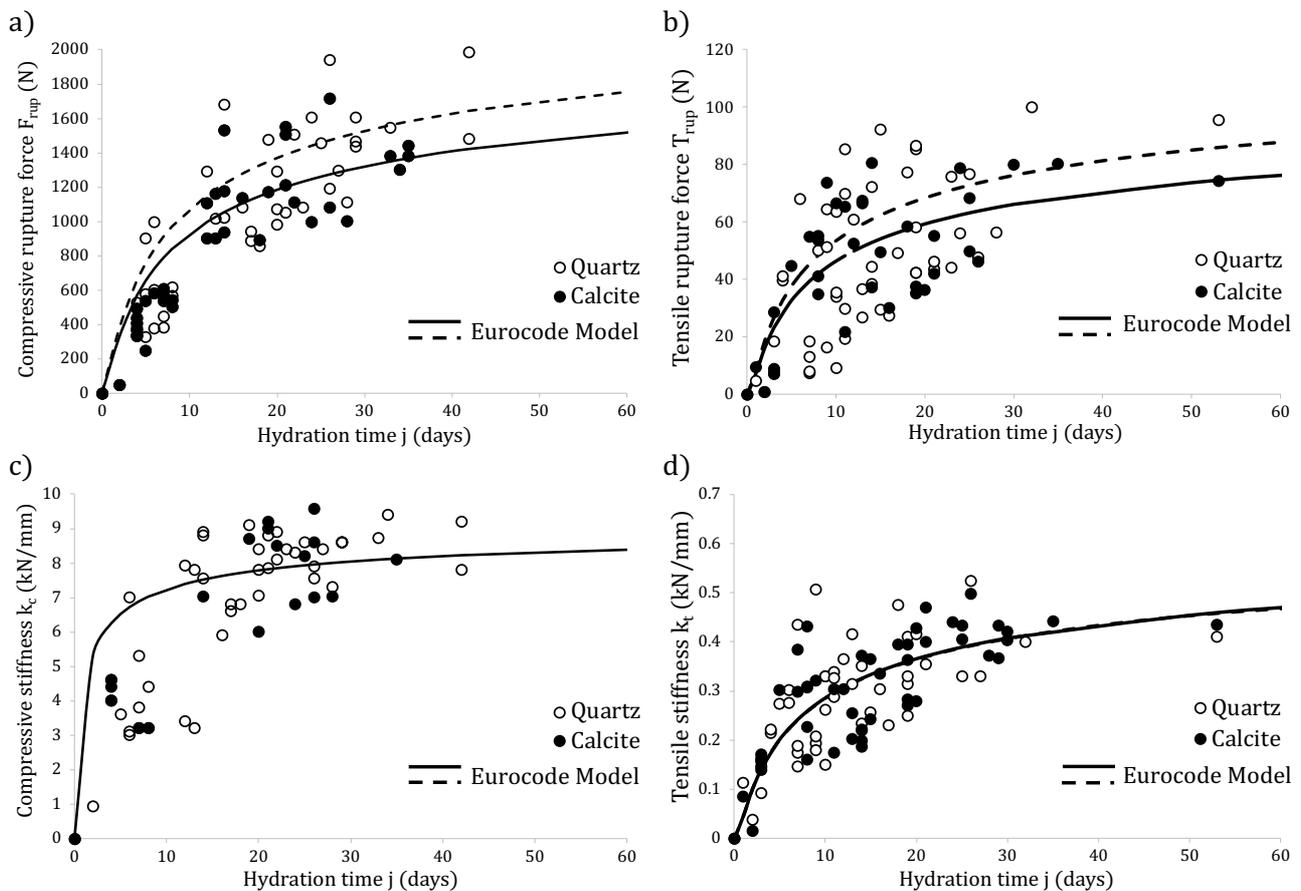


Figure 2.20 – Évolutions en fonction du temps d'hydratation j de la force à la rupture a) en compression $F_{rup}(j)$ et b) en traction $T_{rup}(j)$ ainsi que des raideurs c) en compression $k_c(j)$ et d) en traction $k_t(j)$ pour les granulats en calcite et en quartz.

Les paramètres utilisés dans la modélisation sont regroupés dans le Tableau 2.7.

	$F_{rup}(28)$ (N)	$k_c(28)$ (kN/mm)	s (/)
Calcite	1300	8	0,5
Quartz	1500	8	0,5

Tableau 2.7 – Paramètres du modèle pour prédire les forces à la rupture et les raideurs pour chaque temps d'hydratation.

Pour les essais en compression et en traction, on constate d'une part, l'augmentation de la force à la rupture (Figure 2.20a) et b)) et de la raideur (Figure 2.20c) et d)) en fonction du temps d'hydratation, et d'autre part, les ordres de grandeur sont comparables pour les deux types de granulats. Néanmoins, les résultats des essais de traction présentent une plus grande dispersion que dans le cas des essais de compression ce qui est généralement largement admis également à l'échelle macroscopique. En effet,

les essais de traction sont plus délicats dans leur mise en œuvre et leur réalisation où la répétabilité des résultats est toujours moins bonne que pour les essais de compression. Bien que l'essai de traction directe soit simple dans le principe, sa réalisation est plus délicate et nécessite de multiples précautions. Ceci provient du fait que chaque défaut dans l'alignement des dispositifs de traction ou dans l'inclinaison de l'échantillon induit de la flexion parasite qui altère le résultat. De 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'interface pâte de ciment/granulats influencent fortement le comportement en traction. Ces paramètres sont par ailleurs difficiles à contrôler.

Dans le cadre de la thèse de Jebli (2016), en collaboration avec L'Institut des Mines Télécom d'Alès sur la thématique de la caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat - application à la lixiviation, on a souhaité réduire les dispersions constatées. Plusieurs protocoles ont été modifiés comme celui de la conservation des échantillons par une immersion dans l'eau saturée en chaux plutôt qu'un conditionnement à atmosphère régulée à $HR = 100\%$ pour limiter le retrait de dessiccation ou bien encore l'amélioration du système de confection pour l'alignement des tiges en acier pour limiter le phénomène de flexion de la bille supérieure en sollicitation de traction.

Suite à ces modifications, les résultats obtenus dans le cas des granulats de calcite sont présentés à la Figure 2.21. Dans le cas de la compression, les évolutions de la force à la rupture $F_{rup}(j)$ et de la raideur $k_c(j)$ en fonction du temps j d'hydratation ont été approchées en utilisant les équations (2.9) et (2.10). Par contre, dans le cas de la traction, les évolutions de la force à la rupture $T_{rup}(j)$ et de la raideur $k_t(j)$ en fonction du temps j d'hydratation ont été approchées en utilisant une fonction de type exponentielle telles que proposée dans l'Eurocode 2. Les expressions sont les suivantes :

$$T_{rup}(j) = (\beta_{cc}(j))^\alpha \times T_{rup}(28) \quad (2.14)$$

$$k_t(j) = (\beta_{cc}(j))^\alpha \times k_t(28) \quad (2.15)$$

où $T_{rup}(28)$ est la force à la rupture en traction des échantillons à 28 jours, $k_t(28)$ est la raideur en traction des échantillons à 28 jours et α est un coefficient qui dépend de l'âge du béton.

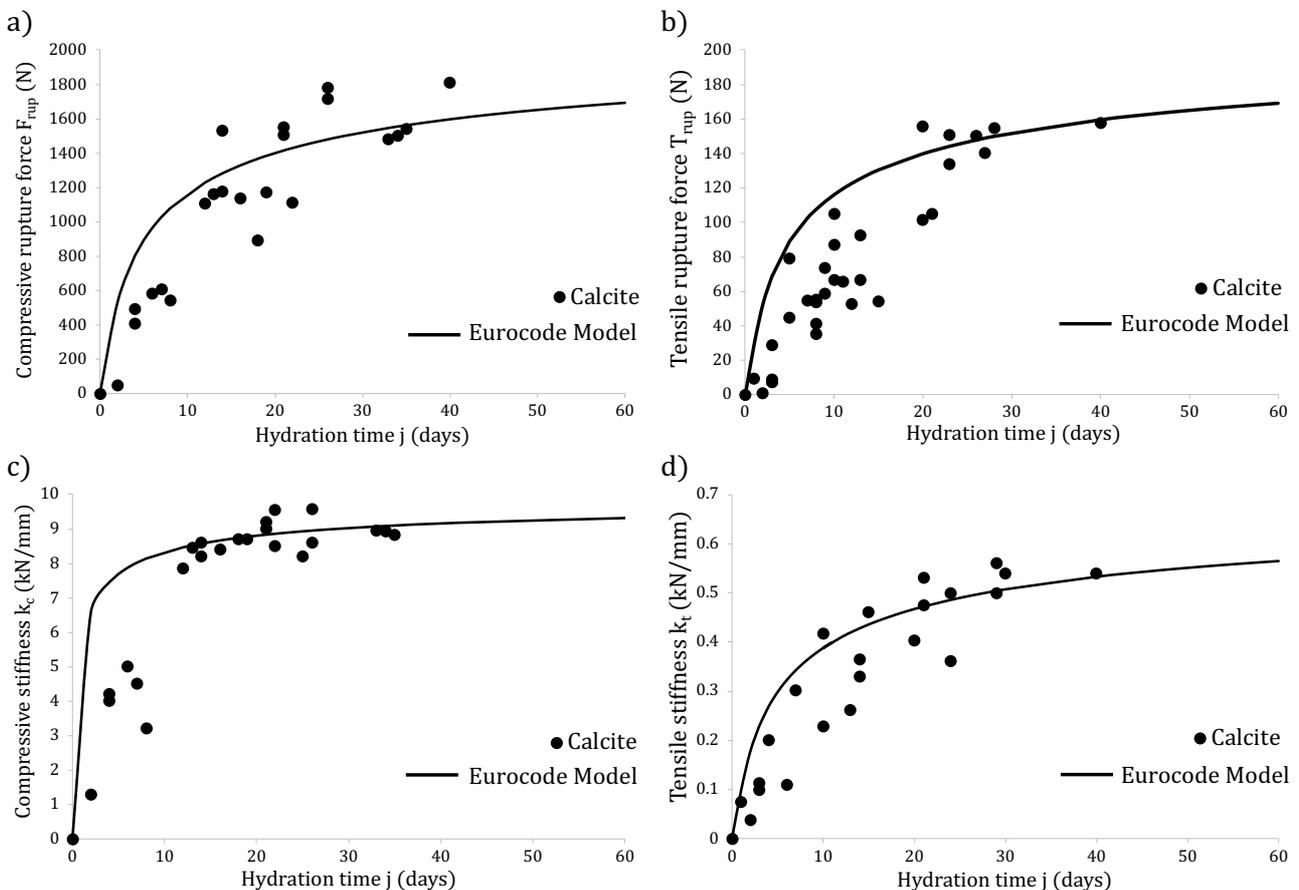


Figure 2.21 – Évolutions en fonction du temps d'hydratation j de la force à la rupture a) en compression $F_{rup}(j)$ et b) en traction $T_{rup}(j)$ ainsi que des raideurs c) en compression $k_c(j)$ et d) en traction $k_t(j)$ pour les granulats en calcite.

Les paramètres utilisés dans la modélisation sont regroupés dans le Tableau 2.8

	$F_{rup}(28)$ (N)	$k_c(28)$ (kN/mm)	$T_{rup}(28)$ (N)	$k_t(28)$ (kN/mm)	s (/)	α (/)
Calcite	1500	9,0	150	0,5	0,38	1

Tableau 2.8 – Paramètres du modèle pour prédire les forces à la rupture et les raideurs pour chaque temps d'hydratation.

Les valeurs des paramètres s et α sont ceux fournies par l'Eurocode à savoir $s = 0,38$ pour un ciment de type CEM 32,5N et $\alpha = 1$ pour des temps d'hydratation $j < 28$ jours. On constate que les différentes propriétés mécaniques sont surévaluées pour des temps d'hydratation inférieurs à 15 jours mais la prédiction semble particulièrement pertinente au-delà. Les évolutions de la force à la rupture et de la raideur sont bien approchées par une fonction de type exponentiel utilisée classiquement à l'échelle macroscopique pour estimer l'évolution des propriétés mécaniques du béton.

Comme à l'échelle macroscopique, on note à l'échelle locale une bonne résistance à la compression et une faible résistance à la traction où l'on constate un rapport de dix entre les forces à la rupture en compression et en traction (Figure 2.21a) et b)), ce qui est généralement admis dans la littérature à l'échelle macroscopique pour les bétons ordinaires. Le changement de la méthode de conservation des échantillons montre que la qualité de l'interface (essai de traction) entre la pâte de ciment/granulat est sensible à la méthode de conditionnement des échantillons. Les résultats obtenus montrent une augmentation des forces à la rupture en traction pour les échantillons conditionnés dans l'eau saturée en chaux (Figure 2.20b) et Figure 2.21b)). Ceci a permis de minimiser l'influence du retrait chimique et de dessiccation. De plus, les propriétés mécaniques de l'interface ne semblent pas être affectées par la chimie des granulats contrairement à l'échelle macroscopique (Figure 2.20). 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 granulats calcaires avec les granulats siliceux. Les granulats siliceux ont souvent une forme roulée et les granulats calcaires sont généralement concassés.

Ces premiers résultats, publiés par Mielniczuk et al. (2016) ainsi que Jebli et al. (2016), suggèrent un certain nombre d'améliorations du dispositif expérimental, notamment au niveau de sa configuration géométrique. Ce type d'échantillon à granulats sphériques correspond assez bien à la configuration de grains « réels », qui ont souvent des formes convexes, mais l'interprétation des résultats obtenus est complexe. En effet, même à cette échelle, la forme des grains introduit un effet « structure » qui rend l'accès aux contraintes impossibles 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 rupture, etc. Il serait certainement plus approprié d'utiliser d'autres géométries d'échantillons, avec des surfaces planes, et avec une direction constante du vecteur normal à l'interface pâte de ciment/granulat. L'objectif est dans ce cas de mieux décrire le comportement de l'interface. Pour cette raison, une autre géométrie de granulat a été choisie où des granulats parallélépipédiques ont été adoptés avec des surfaces planes qui peuvent être représentés comme un élément des granulats sphériques (Figure 2.2). 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'interface. Une des conséquences directes est la définition des contraintes rendue possible.

2.3.2. Composites à granulats parallélépipédiques

Dans le cadre de la thèse de Jebli (2016), en collaboration avec L'Institut des Mines Télécom d'Alès sur la thématique de la caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat - application à la lixiviation, des granulats parallélépipédiques de calcaire ont été confectionnés à partir de roches massives issues de carrière de Villeneuve lès Maguelone et ont été liaisonnés avec une pâte de ciment de type CEM II/B-LL 32.5 N de chez Lafarge préparée avec un rapport $e/c = 0,5$. La préparation des granulats parallélépipédiques (Figure 2.3) a été réalisée conjointement en collaboration avec l'IMT d'Alès. Afin de comparer les résultats obtenus avec les composites, des échantillons de pâte pure de mêmes dimensions (Figure 2.7) ont été fabriqués et testés mécaniquement dans les mêmes conditions expérimentales que les échantillons composites. 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. A chaque échéance de temps d'hydratation, trois échantillons sont soumis à des essais directs de traction (Figure 2.10) et de cisaillement (Figure 2.11) pour déterminer les propriétés mécaniques.

Lors des essais mécaniques, les courbes caractérisant la force en fonction du saut de déplacement via la corrélation d'images (Figure 2.12) sont enregistrées pour des granulats calcaire à différents stades d'hydratation. Grâce à la nouvelle géométrie, l'exploitation de ces courbes permet de déterminer la contrainte maximale à la rupture et les modules élastiques des échantillons. La Figure 2.22 donne les résultats expérimentaux des essais de traction (Figure 2.22a) et b)) et de cisaillement sans confinement (Figure 2.22c) et d)) obtenus pour la pâte de ciment (Figure 2.22a) et c)) et pour les composites (Figure 2.22b) et d)) à différents stades d'hydratation. Dans le cas du cisaillement, des essais ont été également réalisés en prenant en compte des efforts de confinement en imposant une contrainte normale $\sigma_N = 0, 0,5, 1,0$ et $1,5 \text{ MPa}$ afin de définir les lois de cisaillement de la pâte de ciment (Figure 2.22e)) et de l'interface pâte de ciment/granat (Figure 2.22f)) à 40 jours d'hydratation.

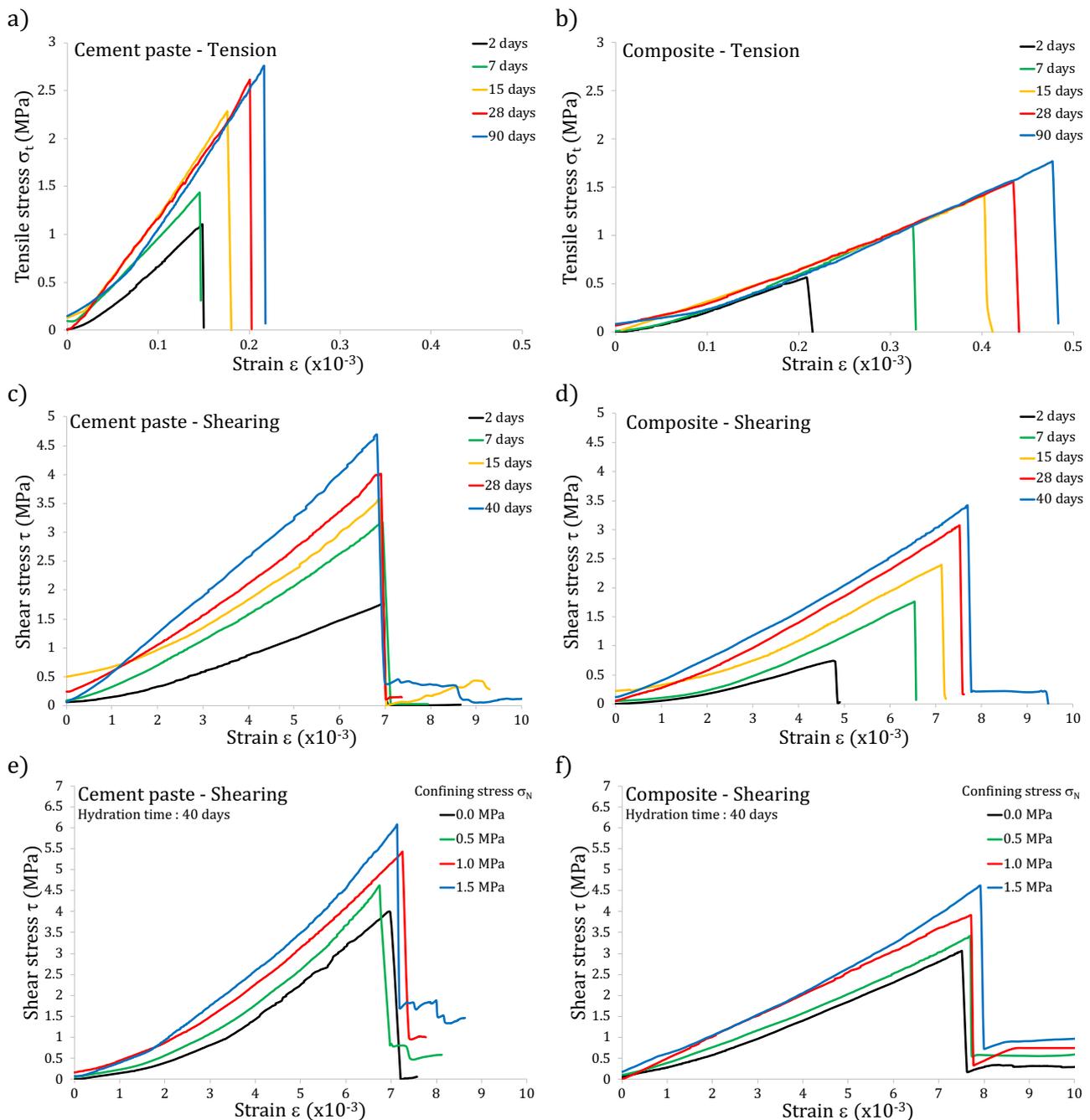


Figure 2.22 – Évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors des essais de a) et b) traction, de c) et d) cisaillement sans confinement à différents stades d'hydratation ainsi que de e) et f) cisaillement avec confinement à 40 jours d'hydratation sur la pâte de ciment pure et le composite.

A partir des courbes contrainte/déformation présentées ci-dessus, on est en mesure de déterminer l'énergie critique à la rupture $W_i(j)$ en fonction du temps j d'hydratation. Le comportement linéaire jusqu'à la rupture et le caractère quasi-fragile de la rupture (Figure 2.22), nous permettent d'approcher cette énergie comme la surface du triangle sous la courbe contrainte/déformation, à partir de la relation :

$$W_i(j) = \int_0^{\varepsilon_r} \sigma_{r,i}(j) d\varepsilon = \frac{1}{2} \frac{(\sigma_{r,i}(j))^2}{E_i(j)} \quad (2.16)$$

où l'indice i correspond au mode de sollicitation (traction ou cisaillement), ε_r est la déformation à la rupture, $\sigma_{r,i}(j)$ est la contrainte à la rupture et $E_i(j)$ est le module élastique de la sollicitation étudiée en fonction du temps j d'hydratation.

A partir des résultats expérimentaux (Figure 2.22), les valeurs des contraintes à la rupture pour la traction σ_r et pour le cisaillement τ_r , des modules élastiques pour la traction E_T et pour le cisaillement E_S et des énergies de rupture pour la traction W_T et pour le cisaillement W_S sont présentées à la Figure 2.23 en fonction du temps j d'hydratation (en jours) pour la pâte de ciment et pour le composite.

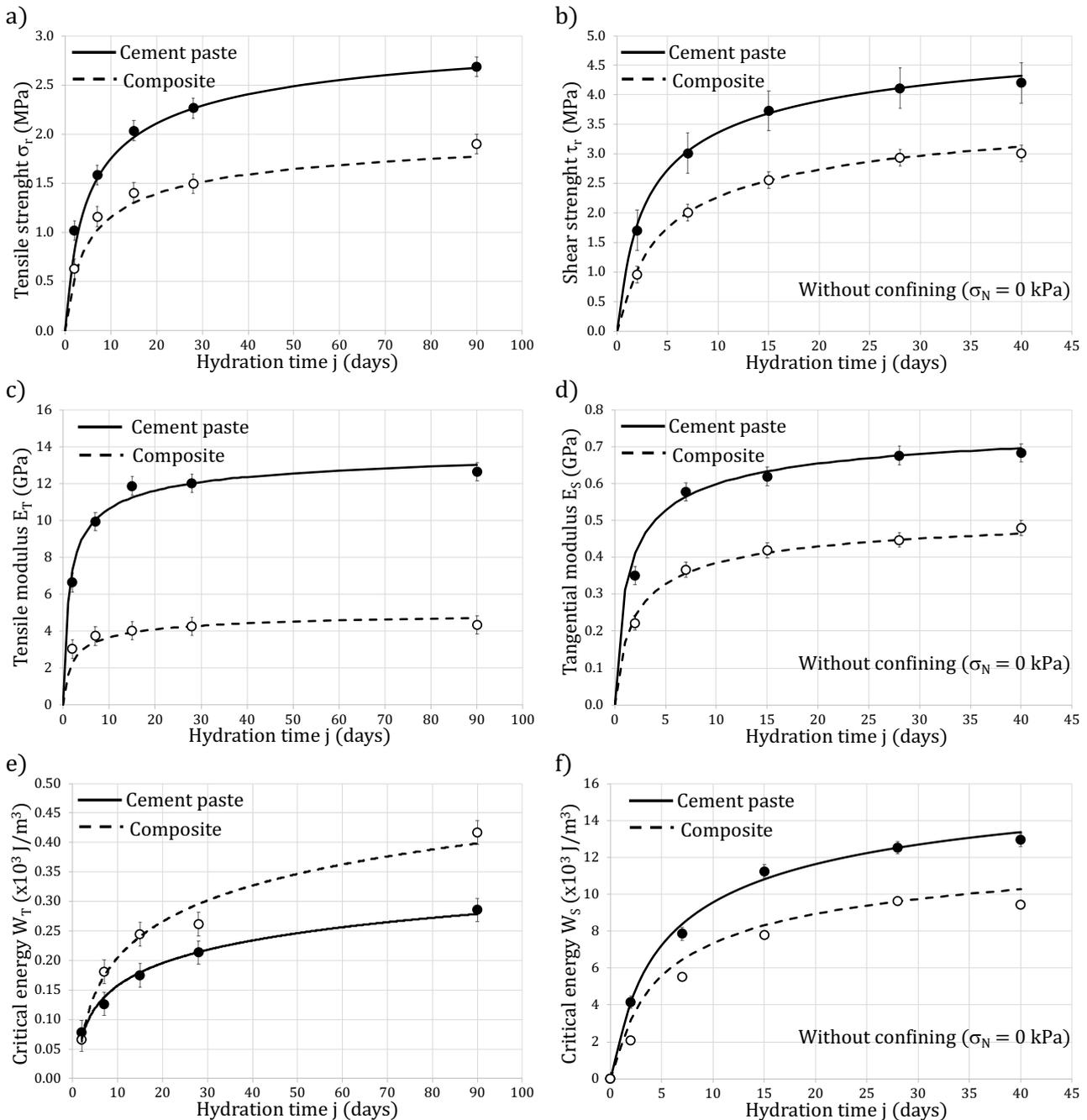


Figure 2.23 – Évolutions en fonction du temps d'hydratation j des a) et b) contraintes à la rupture, des c) et d) modules élastiques ainsi que de e) et f) l'énergie de rupture pour la pâte de ciment et pour le composite.

Concernant les résultats des essais de cisaillement avec contraintes de confinement (Figure 2.22e) et f)), les résultats présentés à la Figure 2.24 montrent que la résistance au cisaillement en fonction de la contrainte normale peut être modélisée par une loi de type Mohr-Coulomb où l'on peut définir une cohésion c et un angle de frottement ϕ définis par :

$$\tau_r(40 \text{ jours}) = c + \sigma_N \times \tan \phi \quad (2.17)$$

Après la rupture, la même loi peut être utilisée pour définir les paramètres résiduels de cohésion c_{res} et un angle de frottement ϕ_{res} . Les différentes valeurs de cohésion et d'angle de frottement sont regroupées dans le Tableau 2.9.

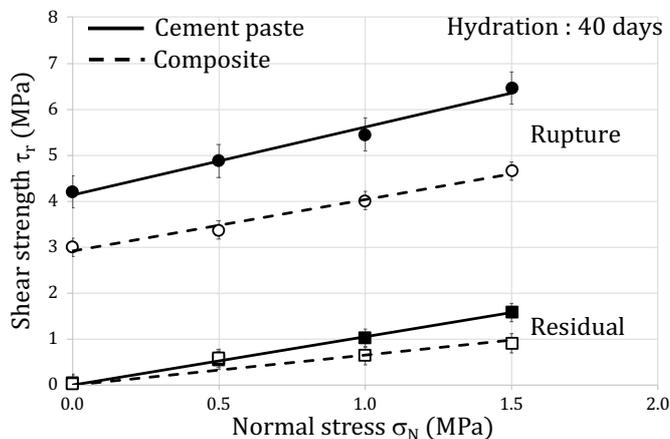


Figure 2.24 – Droite de Mohr - Coulomb à rupture et résiduelle pour la pâte de ciment et le composite à 40 jours d'hydratation.

	Rupture		Résiduel	
	c (MPa)	ϕ (°)	c_{res} (MPa)	ϕ_{res} (°)
Pâte de ciment	4,1	55,8	0	46,3
Composite	2,9	48,3	0	33,4

Tableau 2.9 – Paramètres de la loi de type Mohr-Coulomb à rupture et résiduelle pour la pâte de ciment et le composite à 40 jours d'hydratation.

Les résultats des essais de traction et de cisaillement sans confinement sur des composites pâte de ciment / granulats montrent que les résistances et les modules élastiques augmentent avec le temps d'hydratation, mais restent inférieures à celles de la pâte de ciment pure. Ces observations peuvent être justifiées par la porosité plus élevée de l'interface et la différence de microstructure qui affectent le comportement de cette zone. Pour les essais de traction, la déformation du composite à la rupture est supérieure à celle de la pâte de ciment ce qui montre une ductilité plus importante de l'interface.

L'évolution de ces paramètres (résistances et modules élastiques) est bien approchée par une fonction exponentielle dont les paramètres sont ceux préconisés par l'Eurocode 2 pour un ciment CEM II. Ce type d'équation est couramment utilisé pour estimer la résistance macroscopique du béton. La cinétique d'évolution des propriétés mécaniques est la même pour le composite et la pâte de ciment.

Les résultats des essais de cisaillement direct avec confinement ont montré que la résistance au cisaillement du composite reste inférieure à celle de la pâte pure. Grâce à une loi de type Mohr-Coulomb, on a pu déterminer une « cohésion locale » et un « angle de frottement local » pour la pâte de ciment et l'interface pâte de ciment / granulats de la même manière qu'à l'échelle macroscopique. Les valeurs de cohésion locale tendent à confirmer que l'interface est la zone la plus faible du béton. Les valeurs d'angle de frottement local à la rupture et en résiduel montrent que l'interface pâte de ciment / granulats est moins frottante que la pâte de ciment pure.

Ces résultats, publiés par Jebli et al. (2018a), ont permis de contribuer de manière originale à l'étude des propriétés de l'interface pâte de ciment / granulats. Néanmoins, il reste encore à améliorer les dispositifs expérimentaux afin de diminuer les effets de flexion sur les bords des échantillons. De même, vu le caractère fragile des échantillons, il serait souhaitable de pouvoir contrôler les essais en vitesse de chargement et de réaliser des cycles de charge/décharge pour optimiser la détermination des modules élastiques. D'ailleurs, dans l'analyse des résultats expérimentaux, on parle de module élastique du composite (et non de l'interface) car la mesure des déformations par la corrélation d'image prend en compte le granulats, l'interface et la pâte de ciment. Dès lors, il ne s'agit pas d'un

module élastique lié à l'interface mais d'un module élastique équivalent pâte/interface/granat. Ainsi, les énergies de rupture, calculées à partir des modules élastiques, ne correspondent pas à ce qui est développé à l'interface.

2.3.3. Bilan sur l'échelle locale

Des essais originaux sur des échantillons à l'échelle locale ont été réalisés pour caractériser les propriétés de l'interface pâte de ciment/granat.

Dans un premier temps, des échantillons avec des granulats de forme sphérique ont été confectionnés et testés mécaniquement en compression et en traction. Dans ces essais, les résultats apparaissent cohérents où l'on observe un rapport 10 entre les résistances à la compression et à la traction ce qui est classiquement admis à l'échelle macroscopique. Outre les problèmes liés au conditionnement au cours de l'hydratation, ces échantillons à l'échelle locale présentent plusieurs inconvénients :

- la fabrication des échantillons est complexe dans la mise en œuvre notamment pour assurer le parallélisme des trous de billes pour les essais de traction,
- la forte dispersion des résultats due à la fabrication et au conditionnement des échantillons,
- la traction est le seul mode permettant de caractériser les propriétés mécaniques de l'interface puisque la compression sollicite avant tout la pâte de ciment,
- l'impossibilité d'utiliser la corrélation d'image pour estimer les déplacements au cours du chargement à cause de la forme convexe des échantillons,
- l'impossibilité de définir les variables classiques de la mécanique (contrainte/déformation).

Dans un second temps, pour répondre à ces inconvénients, des échantillons avec des granulats de forme parallélépipédique ont été réalisés et soumis à des essais de traction et de cisaillement puisque cette forme est plus adaptée à ces types de sollicitations mécaniques. Dans ces essais, on constate une meilleure répétabilité après les améliorations dans les protocoles de conditionnement et de fabrication des échantillons. De plus, deux méthodes de sollicitation (traction et cisaillement correspondant aux modes de rupture des matériaux) ont été développées permettant de caractériser directement l'interface. Concernant les essais de cisaillement direct, l'avantage de notre dispositif expérimental est la possibilité d'appliquer différentes contraintes normales, ce qui donne accès à la loi de cisaillement à l'échelle locale.

Dans notre approche, les résultats obtenus sur les échantillons composite ont été comparés systématiquement à ceux réalisés sur des échantillons de pâte de ciment pure. Néanmoins, si les faciès de rupture pour les composites sont clairement au niveau de l'interface pâte de ciment / granulat, dans le cas de la pâte de ciment pure, ces derniers sont totalement aléatoires. En effet, au cours des essais mécaniques, la fissuration se développe au niveau des zones de fragilité du matériau. Si l'interface constitue cette zone de fragilité pour les composites, pour la pâte de ciment pure (matériau plus homogène), il est logique d'avoir plus de dispersion de résultats puisque les zones de fragilité sont dispersées de façon totalement aléatoire.

Ces résultats préliminaires constituent une première approche pour caractériser les propriétés mécaniques de l'interface avec des outils expérimentaux originaux. Ces outils, développés à l'échelle locale, permettront de mieux comprendre les phénomènes plus globaux à l'échelle macroscopique. En effet, la modélisation du comportement mécanique à l'échelle de l'interface pâte de ciment/granat nécessite d'importantes investigations expérimentales pour compléter les données des codes informatiques par la méthode des éléments discrets. Les valeurs de résistances, de modules élastiques et d'énergies de rupture sont attendus par la communauté scientifique intéressée par le changement d'échelle dans l'étude du comportement mécanique du béton. Ces quantités, qui ne sont pas disponibles, sont surestimées dans les simulations numériques basées sur les modèles de zone cohésive. La stratégie de ces modèles consiste à transposer le comportement local à l'échelle macroscopique pour en déduire un comportement équivalent.

2.4. Étude de quelques cas de dégradations

Dans cette partie, on se propose d'aborder les problèmes liés à la dégradation des bétons à l'échelle locale à partir d'échantillons composite de forme parallélépipédique. Trois types de dégradation ont été étudiés à savoir une dégradation d'origine thermique et deux dégradations chimiques à savoir la lixiviation et la réaction sulfatique interne.

Mes travaux de recherche se sont attachés à l'étude du comportement de l'interface pâte de ciment / granulat au cours de ces différentes dégradations. Ici, on présente l'influence de chaque dégradation sur les propriétés mécaniques de l'interface à savoir contraintes à la rupture (traction et cisaillement non confiné) ainsi que cohésion et angle de frottement locaux (cisaillement confiné). En effet, comme nous l'avons vu à la partie 2.3, l'évaluation des modules élastiques et des énergies de rupture n'a de pertinence lorsque ces quantités s'attachent aux propriétés de l'interface.

2.4.1. Dégradation d'origine thermique

Dans le cadre du Post Doctorat d'El Bitouri (2016), en collaboration avec l'IRSN de Cadarache sur le comportement multi-échelles du béton à hautes températures, on s'est attaché à évaluer l'influence de monter en température sur l'interface pâte de ciment/granulat dans le cas d'un ciment CEM II/B-LL 32,5 N à un rapport $e/c = 0,3$ et de granulats calcaires avec un conditionnement dans une boîte hermétique où règne une humidité relative supérieure à 99 % et une température moyenne de 20°C. Dans cette étude, 138 échantillons au total ont été testés mécaniquement dont 15 échantillons de pâte de ciment pure (El Bitouri et al. (2017)).

Dans le cas de la traction directe, les résultats sont présentés à la Figure 2.25.

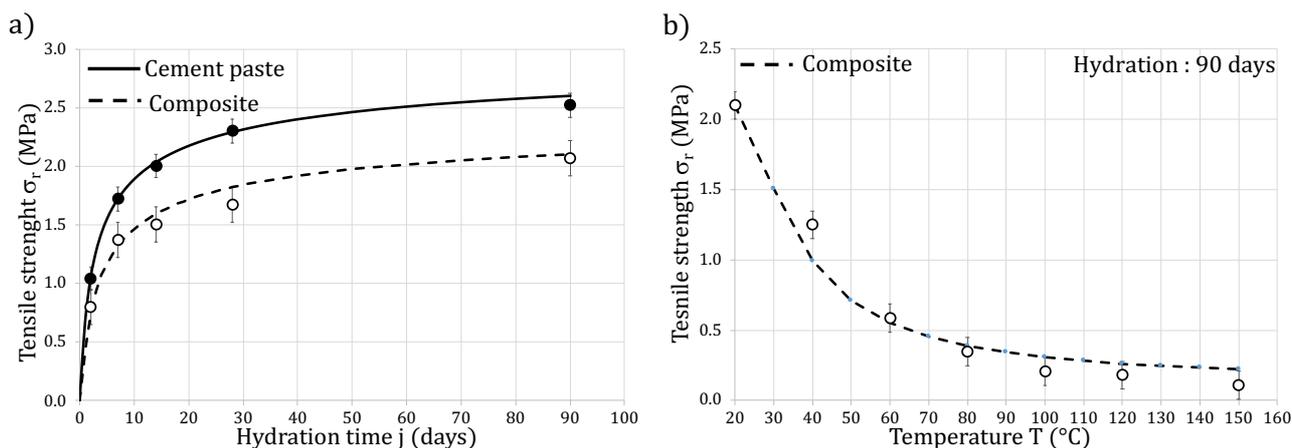


Figure 2.25 – Évolutions des contraintes à la rupture σ_r en fonction a) du temps d'hydratation j et b) de la température de cure T à 90 jours d'hydratation pour le composite sollicité par des essais de traction directe.

On peut noter une baisse progressive de la résistance qui atteint environ 70% à 60°C et 95% à 120°C. Cette perte de résistance serait due à plusieurs facteurs. Premièrement, l'ettringite qui est instable en température se dissout dans la solution interstitielle vers 70°C libérant une grande quantité d'eau, et est complètement dissoute vers 100°C. La concentration importante de l'ettringite au niveau des interfaces fait que sa dissolution peut la fragiliser davantage. Deuxièmement, la différence de coefficient de dilatation thermique entre le granulat calcaire et la pâte provoque des déformations différentielles à l'interface générant des contraintes internes, ce qui contribue à la perte d'adhérence lorsque le matériau est chauffé. Troisièmement, l'eau libre présente dans la porosité capillaire et une partie de l'eau liée s'évaporent. Ce départ de l'eau conduit à un retrait de dessiccation de la pâte, ce dernier étant thermoactivé.

Ainsi, le comportement de la pâte de ciment chauffée commence par une dilatation thermique due à l'élévation de température qui se poursuit par, si aucune précaution n'est prise contre le séchage lors du chauffage, une phase de contraction. Il existe donc une concurrence entre le retrait de dessiccation et la dilatation thermique qui accentue les incompatibilités de déformation entre la pâte et le granulat.

Dans le cas du cisaillement direct avec confinement, les résultats sont présentés à la Figure 2.26.

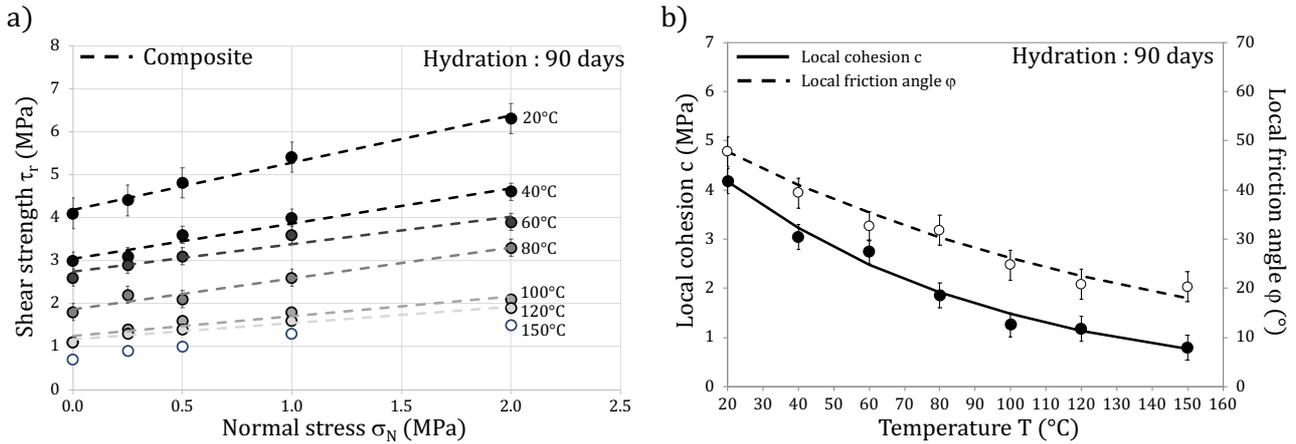


Figure 2.26 – Évolutions pour le composite des a) contraintes à la rupture τ_r à 90 jours d'hydratation en fonction de la contrainte normale appliquée σ_N et b) de la cohésion locale c et de l'angle de frottement local ϕ en fonction de la température de cure T .

Une diminution progressive de la cohésion de l'interface au cours du chauffage peut être observée (Figure 2.26a) et b)). On assiste à une fragilisation de l'interface lorsque la température de cure augmente. Les causes de cette fragilisation seraient les mêmes que celles énoncées précédemment, à savoir la dissolution de l'ettringite et les contraintes internes dues aux déformations différentielles entre la pâte et le granulat. Cette fragilisation entraîne une perte d'adhérence et de contact entre le granulat et la pâte illustrée par la diminution de l'angle de frottement ((Figure 2.26b)) au cours du chauffage. Ainsi, lorsque l'interface subit un chauffage, la perte de contact facilite le glissement entre la pâte et le granulat.

Les évolutions des contraintes à la rupture $\sigma_r(j)$ en fonction du temps d'hydratation j (Figure 2.25a)) pour la pâte de ciment et le composite ont été approchées en utilisant une fonction de type exponentielle telles que proposée dans l'Eurocode 2. Les évolutions de la contrainte à la rupture $\sigma_r(T)$ (Figure 2.25b)), de la cohésion locale $c(T)$ et de l'angle de frottement locale $\phi(T)$ (Figure 2.26b)) en fonction de la température de cure T ont été approchées en utilisant une fonction de type exponentielle suivante :

$$X_i(T) = X_i(T_{ref}) \exp(a_i \times (T_{ref} - T)) \quad (2.18)$$

où $X_i(T)$ correspond à la contrainte à la rupture, la cohésion locale ou l'angle de frottement local, $X_i(T_{ref})$ est une valeur de référence des composites à une température de référence T_{ref} et a_i est un paramètre de calage déterminé par ajustement. Les différentes valeurs prises en compte dans la modélisation sont regroupées dans le Tableau 2.10.

	$X_i(T)$	T_{ref} (°C)	$X_i(T_{ref})$	a_i ($\times 10^{-2} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)
Traction	$\sigma_r(T)$	20	2,1 MPa	3,00
Cisaillement	$c(T)$	20	4,2 MPa	1,30
	$\phi(T)$	20	47,8°	0,75

Tableau 2.10 – Paramètres pour la modélisation des évolutions de la contrainte à la rupture $\sigma_r(T)$, de la cohésion locale $c(T)$ et de l'angle de frottement locale $\phi(T)$ en fonction de la température de cure T pour les composites.

Afin de visualiser l'influence de la température de cure sur l'interface pâte de ciment / granulat, des essais au MEB ont été entrepris. La Figure 2.27 montre l'état de l'interface après chaque température de cure.

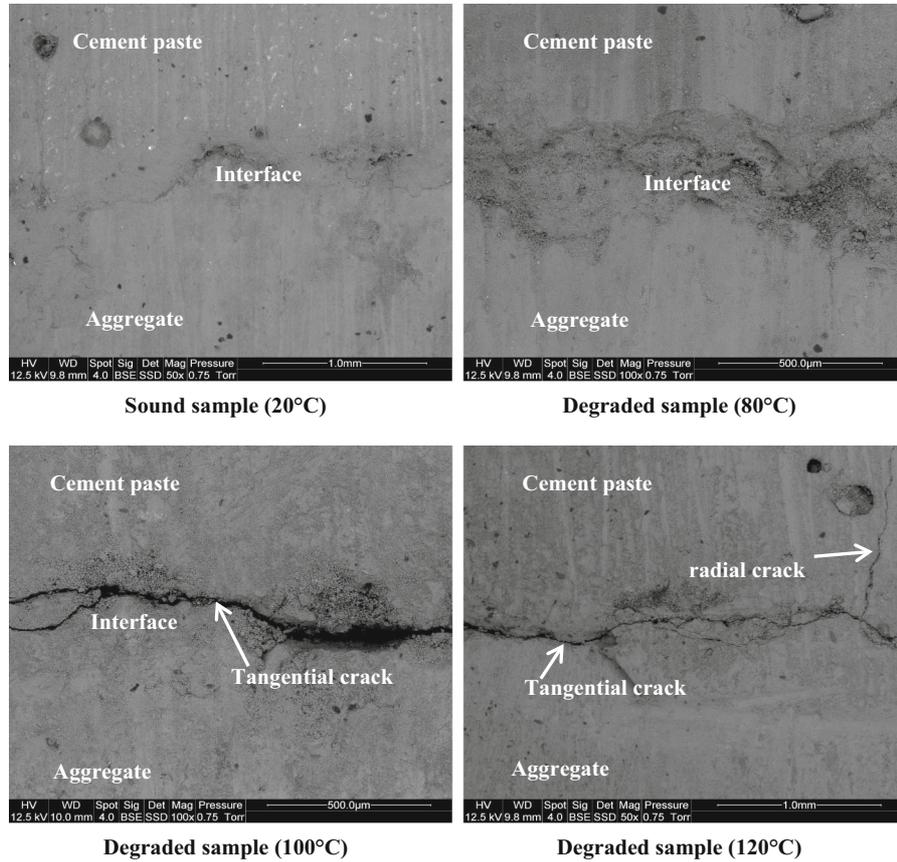


Figure 2.27 – Photos MEB montrant l'interface pâte de ciment /granulat avant et après le chauffage.

Le principal mécanisme expliquant la diminution de la résistance mécanique après traitement thermique est la différence significative de dilatation thermique entre la pâte de ciment et les granulats. En effet, la différence de coefficient de dilatation thermique provoque des déformations différentielles (mécanisme de décalage thermique), qui induisent le développement de contraintes internes conduisant à des fissures tangentielles ($T < 120^{\circ}C$) et radiales ($T \geq 120^{\circ}C$) comme le montre la Figure 2.27.

2.4.2. Dégradation par lixiviation

Dans cette partie sur la dégradation de l'interface pâte de ciment/granulat par lixiviation, on s'attachera uniquement aux résultats obtenus sur des composites de forme parallélépipédique avec des granulats calcaire liaisonnés avec une pâte de ciment de type CEM II/B-LL 32.5 N de chez Lafarge préparée avec un rapport $e/c = 0,5$. Les études expérimentales sur cette thématique sur des grains de forme sphérique ont été publiées par Jebli et al. (2016).

Afin d'évaluer l'influence de la dégradation sur le comportement mécanique de l'interface et en considérant une surface de forme carrée de $e_0 = 10 \text{ mm}$ de côté, on définit un taux de dégradation δ par lixiviation de la façon suivante :

$$\delta = \frac{S_d}{S_0} = \frac{S_0 - S_s}{S_0} = \frac{e(e_0 - e)}{25} \quad (2.19)$$

où e est l'épaisseur dégradée, $S_0 = e_0^2$ est la surface initiale, S_d est la surface dégradée au cours de la lixiviation et $S_s = e_s^2 = (e_0 - 2e)^2$ est la surface restant saine.

L'épaisseur dégradée e (Figure 2.28a)) au cours du temps d'immersion dans le nitrate d'ammonium a été déterminée expérimentalement en estimant l'épaisseur moyenne dégradée de la pâte de ciment et du composite (Figure 2.28b)). La Figure 2.28c) montre une évolution linéaire de l'épaisseur moyenne dégradée e mesurée sur les deux types d'échantillons en fonction de la racine carrée du temps d'immersion dans la solution agressive de NH_4NO_3 où une pente de 2 est déduite.

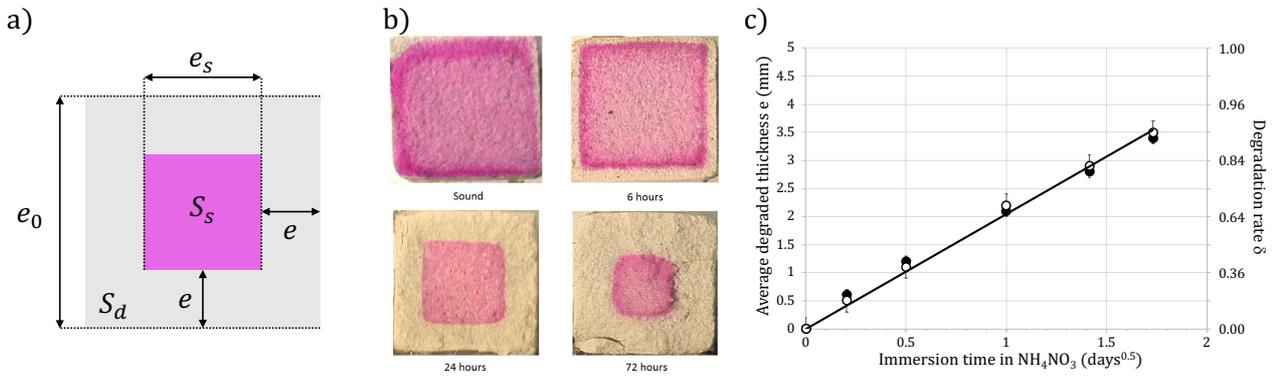


Figure 2.28 – a) Schématisation de la méthode de mesure de l'épaisseur dégradée selon équation 2.2, b) photographies de l'épaisseur dégradée par la phénolphtaléine, sur des échantillons ayant subi respectivement 0 h, 6 h, 24 h, 72 h de dégradation chimique et c) évolution de l'épaisseur dégradée en fonction de la racine carrée du temps d'immersion dans le nitrate d'ammonium.

Dans le cas de la traction directe, les résultats sont présentés à la Figure 2.29a).

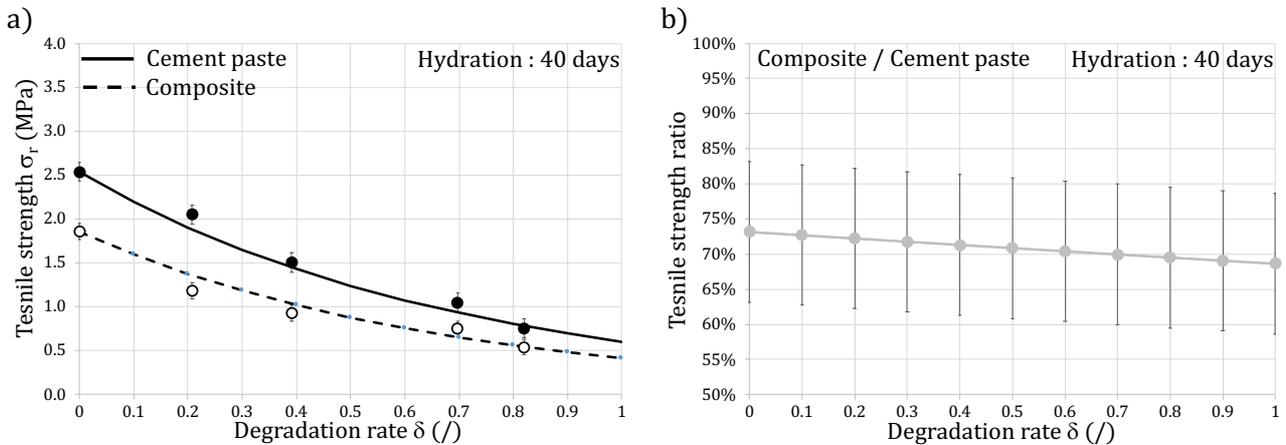
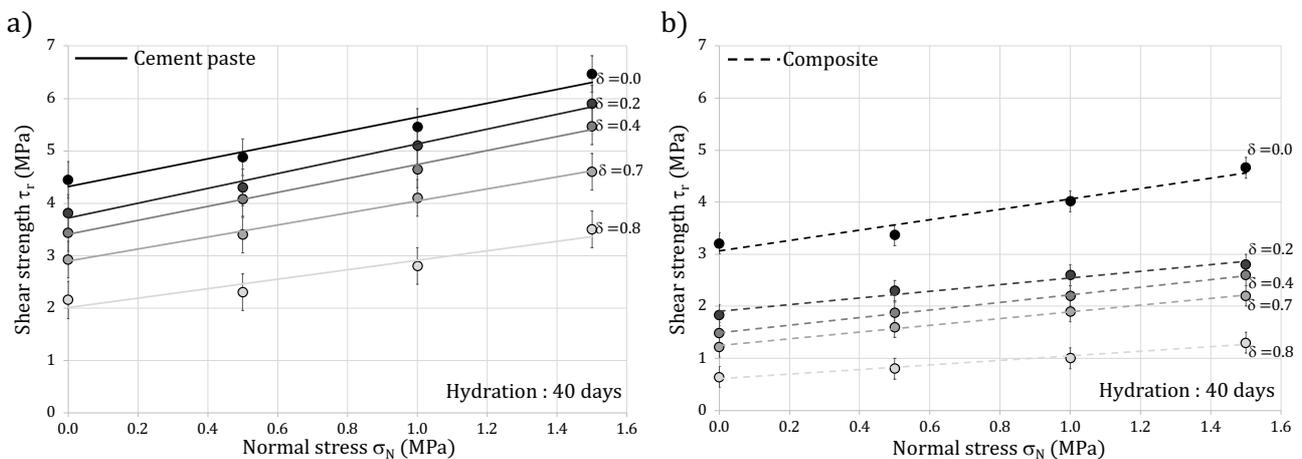


Figure 2.29 – Évolutions a) des contraintes à la rupture σ_r pour la pâte de ciment et le composite et b) du rapport σ_r^c / σ_r^p (composite/pâte) en fonction du taux de dégradation δ à 40 jours d'hydratation pour des essais de traction directe.

Dans le cas des essais de traction directe, on note une diminution de la résistance avec l'augmentation de la dégradation. Le rapport entre les résistances du composite et de la pâte de ciment en fonction du taux de dégradation est illustré à la Figure 2.29b) afin de démontrer l'effet de la présence de l'interphase sur les propriétés mécaniques. Au cours de la dégradation, le rapport entre ces résistances reste constant où la résistance à la traction du composite est d'environ 70% de celle de la pâte de ciment.

Dans le cas du cisaillement direct avec confinement, les résultats sont présentés à la Figure 2.30.



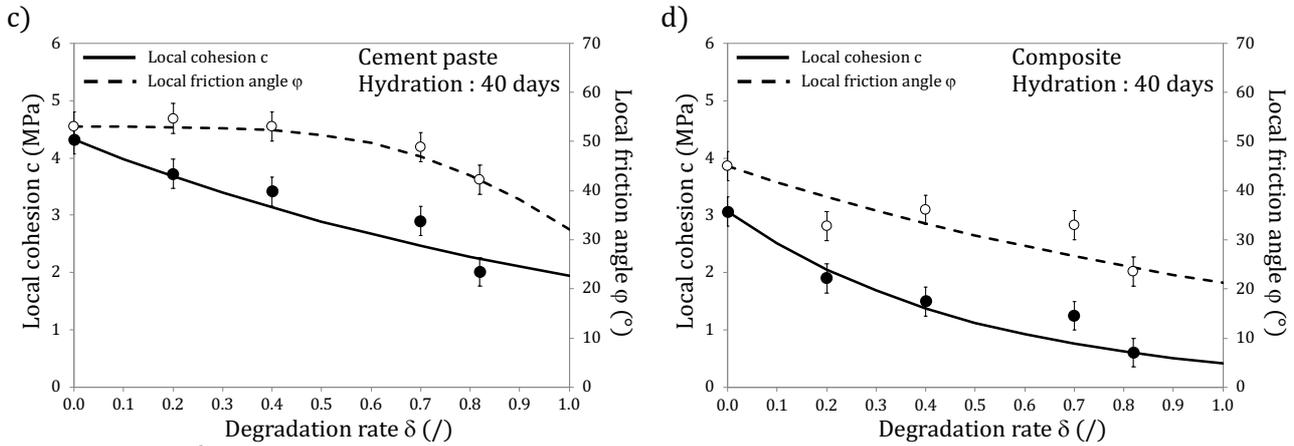


Figure 2.30 – Évolutions des contraintes à la rupture τ_r pour a) la pâte de ciment et b) le composite en fonction de la contrainte de confinement σ_N appliquée et évolutions de la cohésion local et l'angle de frottement local pour c) la pâte de ciment et d) le composite en fonction du taux de dégradation δ à 40 jours d'hydratation pour des essais de cisaillement direct avec confinement.

Dans le cas des essais de cisaillement direct avec confinement, on note également une diminution de la résistance avec l'augmentation de la dégradation qui est plus importante dans le cas du composite (Figure 2.30c) et d)). La cohésion locale et l'angle de frottement local diminuent rapidement dans le cas du composite au cours de la dégradation alors que la diminution est plus modérée pour la pâte de ciment. On constate par ailleurs que l'angle de frottement local pour la pâte de ciment ne commence à diminuer que pour un taux de dégradation d'environ 40% alors que pour le composite, ce paramètre est affecté dès le début de la dégradation.

Les évolutions de la contrainte à la rupture $\sigma_r(\delta)$ (Figure 2.29a)), de la cohésion locale $c(\delta)$ et de l'angle de frottement locale $\phi(\delta)$ (Figure 2.30c) et d)) en fonction du taux de dégradation δ ont été approchées en utilisant une fonction de type exponentielle suivante :

$$X_i(\delta) = X_i(0) \exp(-a_i \times \delta^{\alpha_i}) \quad (2.20)$$

où $X_i(\delta)$ correspond à la contrainte à la rupture, la cohésion locale ou l'angle de frottement local pour un taux de dégradation δ , $X_i(0)$ est une valeur de référence pour des échantillons sains ($\delta = 0$), a_i et α_i sont deux paramètres de calage déterminés par ajustement. Les différentes valeurs prises en compte dans la modélisation sont regroupées dans le Tableau 2.11.

	$X_i(\delta)$	Matériau	$X_i(0)$	a_i (/)	α_i (/)
Traction	$\sigma_r(\delta)$	Pâte de ciment	2,54 MPa	1,44	1,00
		Composite	1,86 MPa	1,50	1,00
Cisaillement	$c(\delta)$	Pâte de ciment	4,32 MPa	0,80	1,00
		Composite	3,06 MPa	2,00	1,00
	$\phi(\delta)$	Pâte de ciment	53,0°	0,50	4,00
		Composite	45,0°	0,75	1,00

Tableau 2.11 – Paramètres pour la modélisation des évolutions de la contrainte à la rupture $\sigma_r(\delta)$, de la cohésion locale $c(\delta)$ et de l'angle de frottement locale $\phi(\delta)$ en fonction du taux de dégradation δ pour la pâte de ciment et le composite.

Ces résultats montrent clairement une perte très importante des résistances mécaniques des composites dès le début de la dégradation. Ce fait renforce l'idée que l'interface pâte de ciment/granulat est une zone plus sensible à la dégradation que la pâte de ciment en raison de la porosité plus élevée de l'interface. Cette porosité augmente la diffusion des ions vers l'extérieur, puis accélère la dégradation dans cette zone. Ces résultats confirment les résultats de Jébli et al. (2016) obtenus par des essais de traction sur des composites dégradés par lixiviation accélérée avec des granulats sphériques.

2.4.3. Dégradation par réaction sulfatique interne

Dans le cadre du Post Doctorat de Jébli (2018), en collaboration avec l'IRSN de Cadarache sur les investigations multi-échelles du vieillissement du béton atteint de la réaction sulfatique interne, on s'est attaché à évaluer l'influence de la RSI sur l'interface pâte de ciment/granulat dans le cas d'un ciment CEM I 52,5 R de Beaucaire commercialisé par Ciment Calcia à un rapport $e/c = 0,5$ et des granulats siliceux.

Dans cette étude, suite aux protocoles de développement de la RSI réalisés conformément au §2.2.3 et afin d'évaluer l'influence de la dégradation sur le comportement mécanique de l'interface, des mesures d'expansion ont été réalisées et des observations au Microscope Électronique à Balayage ont été effectuées pour :

- quantifier les expansions au cours de la formation d'ettringite,
- visualiser les zones de développement de l'ettringite.

A partir des mesures d'expansion sur une pâte de ciment pure ε_p et sur un composite ε_c , il a été possible d'estimer les expansions ayant lieu au niveau de l'interface ε_i grâce à la relation (2.8). La Figure 2.31a) donne les expansions obtenues pour la pâte de ciment, pour le composite et celle déduite pour l'interface en fonction du temps de dégradation. La Figure 2.31b) montre la présence d'ettringite à l'interface pâte de ciment/granulat.

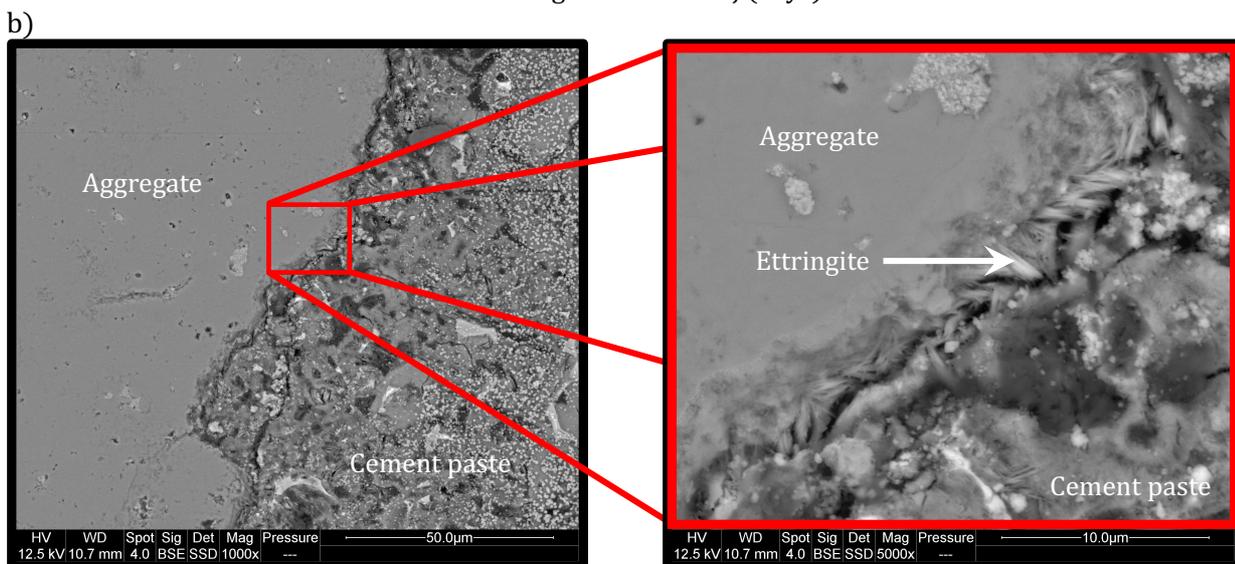
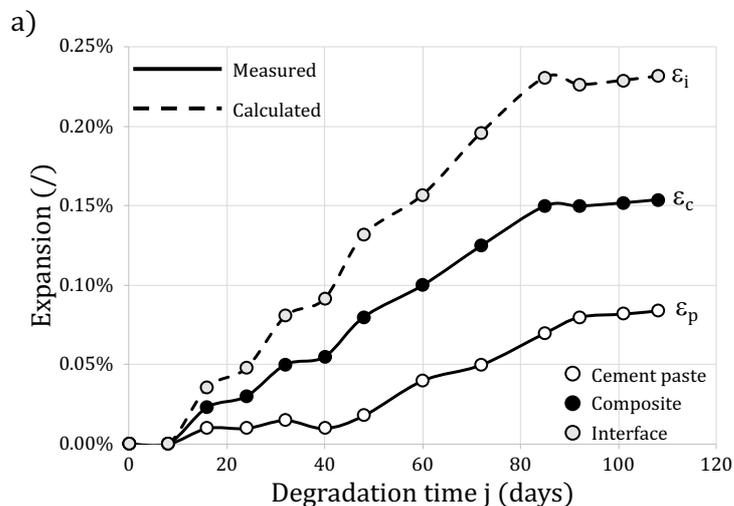


Figure 2.31 – a) Évolutions des expansions pour une pâte de ciment pure et un composite et b) photographies au MEB montrant la formation d'ettringite à l'interface d'un composite à 100 jours.

On observe beaucoup plus de gonflement au niveau de l'interface pâte de ciment/granulat qu'au niveau de la pâte de ciment. La cinétique d'expansion de l'interface augmente significativement à partir de 20 jours avec une cinétique plus élevée pour les composites que pour la pâte de ciment. Pour les composites à l'échelle locale, les expansions semblent se stabiliser à partir de 100 jours de temps de dégradation.

Les observations effectuées au MEB sur les composites (Figure 2.31b)) permettent de confirmer les conclusions faites dans la littérature sur des échantillons macroscopiques (Brown & Bothe Jr (1993)), à savoir que la zone d'interface pâte de ciment/granulat est la zone privilégiée pour le développement de la DEF. Néanmoins, au cours ces observations, il a été noté que l'ettringite ne se forme pas de façon homogène sur toute la surface de l'interface du même échantillon. En effet, la Figure 2.32 montre des cartographies des espèces chimiques et notamment aluminium / sulfate réalisées à l'IMT d'Alès où certaines zones montrent l'absence d'ettringite à l'interface (Figure 2.32a)) alors que d'autres zones présentent une forte concentration d'ettringite (Figure 2.32b)) pour un même composite à 100 jours de dégradation.

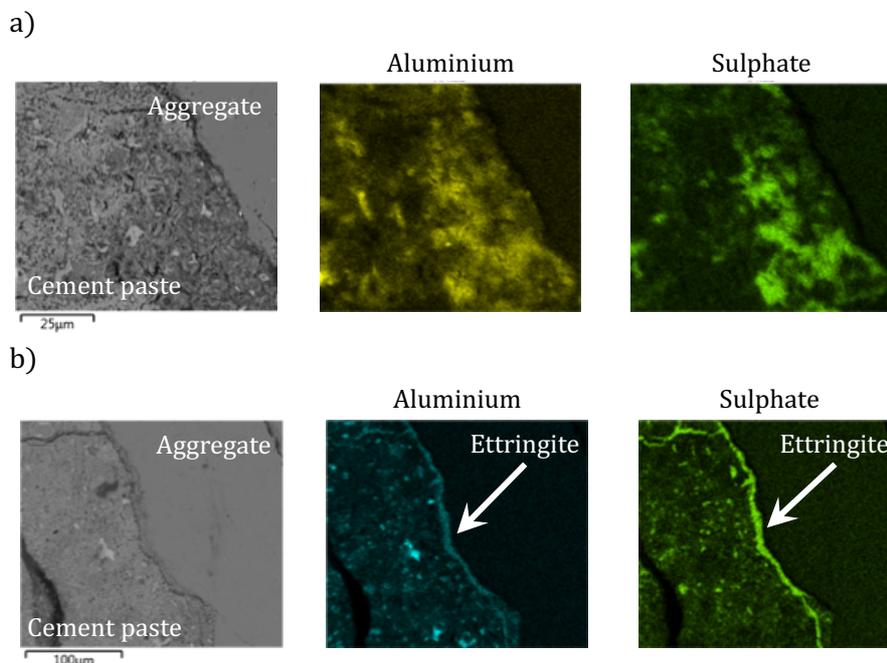


Figure 2.32 – Cartographies des espèces chimiques aux alentours de l'interface pâte de ciment / granulat pour deux endroits différents d'un composite à 100 jours montrant la formation d'ettringite au niveau a) de la pâte et b) de l'interface.

D'autres essais au MEB, réalisés à l'IRSN de Fontenay aux Roses, confirment les résultats obtenus ci-dessus où, au niveau des granulats d'un échantillon VER ayant subi le traitement pour développer la pathologie RSI. Il apparaît que certains granulats présentent une importante formation d'ettringite (Figure 2.33a)) alors que d'autres montrent l'absence d'ettringite (Figure 2.33b)). On en déduit que la formation d'ettringite peut être très localisée et se développe de façon hétérogène au sein de l'interface.

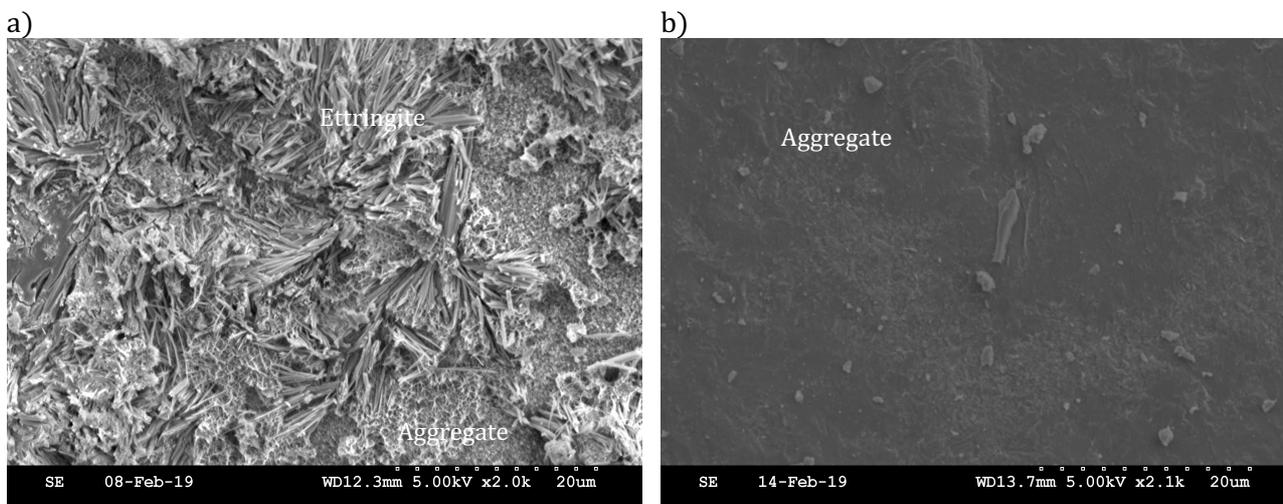


Figure 2.33 – Photographies au MEB sur un échantillon VER à 200 jours de développement de la pathologie RSI au niveau de la surface des granulats où l'on constate a) la présence d'ettringite et b) l'absence d'ettringite.

Ces mesures d'expansion et ces images prises au MEB démontrent que la procédure expérimentale adoptée a permis de déclencher le phénomène de RSI par la formation d'ettringite différée à l'échelle de l'interface pâte de ciment/granulat.

Afin d'évaluer l'influence de la dégradation sur le comportement mécanique de l'interface et en considérant les valeurs obtenues d'expansion au niveau de l'interface en fonction du temps de dégradation (Figure 2.31a)), on définit un taux de dégradation δ par RSI de la façon suivante :

$$\delta = \frac{\varepsilon_i(j)}{\varepsilon_i^{max}} \quad (2.21)$$

où $\varepsilon_i(j)$ est l'expansion de l'interface à un temps de dégradation j donné et ε_i^{max} est l'expansion finale à la fin du développement de la RSI.

Dans les cas de la traction directe et du cisaillement direct, les résultats sont présentés à la Figure 2.34.

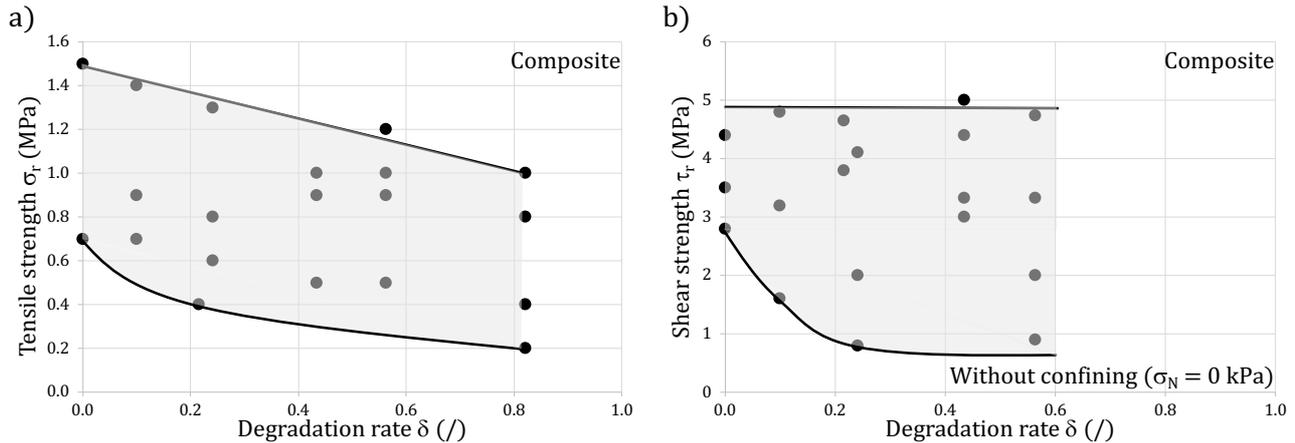


Figure 2.34 – Évolutions des contraintes à la rupture a) pour la traction directe σ_r et b) pour le cisaillement direct sans confinement τ_r pour des composites en fonction du taux de dégradation δ .

Les résultats des essais mécaniques montrent une grande dispersion des résultats. Cette perturbation s'explique par la formation non homogène d'ettringite à l'interface observée au MEB pour deux échantillons (composite et VER). Néanmoins, on observe globalement une baisse de résistance avec la formation de l'ettringite. Les résultats suggèrent l'explication suivante concernant les comportements vis-à-vis de la traction et du cisaillement :

- faible formation d'ettringite à l'interface : le contact entre la pâte de ciment et le granulat n'est pas altéré ce qui implique que la contrainte à la rupture reste proche de celle de l'échantillon sain avec une légère diminution avec le gonflement de l'échantillon.
- forte formation d'ettringite à l'interface : le contact entre la pâte de ciment et le granulat est altéré ce qui engendre une diminution notable de la résistance et ce, juste après le traitement thermique à l'origine de la formation d'ettringite.

Pour confirmer ces résultats, des techniques de visualisation non destructives telles que la tomographie seraient nécessaires pendant l'évolution pathologique. Les études expérimentales sur cette pathologie sont actuellement en cours dans le cadre du Post Doctorat de Tlajji, en collaboration avec l'IRSN de Cadarache sur le vieillissement des bétons des installations de sûreté : études expérimentales multi-échelles de la pathologie RSI.

2.5. Conclusion

Des études expérimentales originales portant sur les évolutions des propriétés mécaniques (modules élastiques, contraintes à la rupture, énergies de rupture, etc.) de l'interface pâte de ciment/granulat au cours de l'hydratation et soumis à trois dégradations (thermique, lixiviation et réaction sulfatique interne) ont été réalisées au laboratoire. Ces études ont nécessité la mise en place de protocoles revisités par rapport à la littérature ainsi que la conception et la fabrication d'outils spécifiques permettant de caractériser le comportement mécanique de l'interface en traction directe et en cisaillement direct avec la possibilité de mettre en place un confinement. Afin de mieux comprendre les mécanismes de dégradation, des observations précises effectuées au MEB ont permis de comprendre en partie les actions de chaque dégradation.

Dans une première approche, des granulats sphériques ont été utilisés pour comprendre l'influence de l'interface sur les propriétés mécaniques du lien cimenté. Si les premiers résultats ont été plutôt intéressants où l'on retrouve des comportements « similaires » à ceux d'échantillons macroscopiques (rapport force à la rupture entre traction et compression d'environ 10%, modèles Eurocode 2 décrivent assez bien les évolutions des forces à la rupture et des raideurs), la géométrie des échantillons ne permet pas de définir les paramètres classiques utilisés en mécanique et d'utiliser des outils plus performants d'imagerie en vue de la mesure des déformations locales.

Dans une seconde approche, des granulats parallélépipédiques ont été utilisés et deux modes de sollicitation directe de l'interface ont été développés à savoir la traction et le cisaillement. Dans ces configurations, on a montré que l'interface était bien une zone moins résistante mécaniquement par rapport à la pâte de ciment. Néanmoins, même si l'on s'est attaché dans un premier temps à déterminer des paramètres mécaniques liés à l'interface comme les modules élastiques, les contraintes à la rupture, les énergies de rupture, la cohésion locale et l'angle de frottement local (au sens de Mohr-Coulomb), l'épaisseur de cette interface n'étant que de quelques micromètres, les seuls paramètres mécaniques qui nous semblent pertinents sont les contraintes à la rupture, la cohésion locale et l'angle de frottement local. En effet, les modules élastiques (et a fortiori les énergies de rupture qui sont déduits grâce aux modules élastiques) sont déduits par un calcul des déformations moyennes autour de l'interface comprenant aussi le granulat et la pâte de ciment. Dès lors, il s'agit de modules élastiques moyens.

Par la suite, on a étudié trois types de dégradation où on a pu mettre en évidence les effets de chacune sur l'interface pâte de ciment / granulat. Si les dégradations thermique et chimique par lixiviation endommagent de façon significative l'interface dès le début, il est plus difficile de faire le même constat dans le cas d'une dégradation par réaction sulfatique interne. Une des premières explications données grâce aux différentes analyses au MEB est que la formation d'ettringite ne se fait pas de façon homogène au sein de l'espace poral, ce qui implique que certaines interfaces subissent un endommagement très important localement alors que d'autres interfaces ne développent pas la pathologie et conserveront ainsi leurs propriétés mécaniques comme à l'état sain.

3. Conclusion générale et Perspectives

L'expérimentation sur les géomatériaux sous sollicitations multi-physiques reste une gageure pour les scientifiques afin de comprendre les phénomènes à l'origine des pathologies sur les ouvrages affectant leur durabilité. Il apparaît alors souvent judicieux d'isoler certains mécanismes afin d'interpréter les résultats expérimentaux obtenus à différentes échelles.

Dans le cas des sols, les phénomènes observés à l'échelle macroscopique sous les influences de la percolation de l'eau ou/et de la température semblent être liés à l'évolution des forces capillaires au sein des macropores (pores inter-agrégats). Dans le cas du phénomène d'effondrement sous imbibition d'eau (§1.2), les ponts capillaires dispersés au sein des macropores assurent une stabilité d'ensemble jusqu'à un point de non-retour où la généralisation de la coalescence des ponts liquides annihile la cohésion locale entre grains solides. Cette cohésion locale est imperceptible à l'échelle macroscopique par l'intermédiaire d'essais classiques de cisaillement en mécanique des sols et pourtant, on peut observer son effet lors de la consolidation mécanique des sols (§1.3) en conditions non saturées avec une augmentation de la surface de charge quelle que soit la nature du sol. Cet effet « bénéfique » sur la stabilité des ouvrages semble néanmoins être compromis lors d'une augmentation de température pour les sols fins mais on observe au contraire une augmentation de la capacité portante dans le cas de sols à grains grossiers. Cette contradiction, mise en évidence à l'échelle macroscopique, suggère que d'autres phénomènes liés à la température agissent au sein des micropores (pores intra-agrégats) tout comme le phénomène de gonflement sous imbibition d'eau qui est inexistant pour les sols à grains grossiers insensibles aux variations hydriques. Au cours du séchage, de la saturation à l'état quasiment sec (§1.4), les mécanismes de transport d'eau sont régis par la distribution de l'eau au sein de l'espace poral où la continuité de la phase liquide induit un transport d'eau par filtration de la phase liquide majoritairement et limite l'apparition de changements de phase eau/vapeur qui conditionne la diffusion de la vapeur d'eau. Des limites entre les différents domaines hydriques ont pu être identifiées permettant ainsi de connaître la distribution de l'eau au sein de l'espace poral. L'évaluation des forces capillaires (§1.5) a été rendue possible en s'attachant au développement d'une échelle plus petite s'intéressant à l'interaction entre des ponts liquides et plusieurs grains. Ces essais réalisés à l'échelle dite « locale » sur des doublets, triplets et quadruplets capillaires, ont permis une avancée certaine pour la modélisation numérique de ponts liquides entre grains en fonction du diamètre des grains, de la distance inter-granulaire, du volume du pont liquide dans des conditions de séchage ou d'humidification. Il s'avère que les forces capillaires entre trois ou quatre grains sont plus importantes pour des grands volumes d'eau avec une valeur maximale dans le cas d'un pont coalescé ce qui semble encore une fois contradictoire avec les résultats expérimentaux obtenus à l'échelle macroscopique. Au cours d'essais d'évaporation ou d'imbibition, on observe un point particulier concordant avec la rupture du pont liquide où il se produit une chute importante de la force et la coalescence des ponts liquides où il se produit une augmentation importante de la force. Cependant, la transposition de ces résultats à l'échelle macroscopique se limite au régime pendulaire, ce qui reste très restrictif lorsque l'on souhaite comprendre la perte de cohésion notamment dans le régime funiculaire. En effet, les résultats expérimentaux montrent par exemple que, sur des triplets ou des quadruplets capillaires, lors de la fusion des ponts liquides au cours de l'imbibition, la force capillaire se stabilise. Néanmoins, ces résultats ne permettent pas de constater la chute de la force capillaire pour des volumes d'eau important du fait de la présence permanente de ménisque capillaire.

Dans le cas des matériaux cimentaires, la majorité des études expérimentales s'attachent à l'étude du comportement mécanique sous l'influence des diverses pathologies à l'échelle macroscopique, souvent accompagnée par des visualisations microscopiques et des analyses chimiques par l'intermédiaire du microscope électronique à balayage. Néanmoins, ces dispositifs ne permettent pas de répondre clairement aux interrogations sur les modifications des propriétés mécaniques au niveau de l'interface pâte de ciment / granulats. Quelques équipements expérimentaux sont en mesure d'apporter des éléments de réponse avec notamment l'utilisation de la nano-indentation mais les explications purement locales des résultats sont parfois difficiles à mettre en lumière. Dans ce contexte, des protocoles et des dispositifs expérimentaux originaux ont été développés (§2.2) pour s'attacher à la caractérisation des propriétés mécaniques de l'interface pâte de ciment / granulat avec des granulats sphériques dans un premier temps et, des granulats parallélépipédiques dans un second temps. Au cours de l'hydratation (§2.3), on observe une augmentation des propriétés mécaniques de l'interface qui peut être modélisée en considérant les approximations proposées par l'Eurocode 2 dont les

paramètres sont dépendants du type de ciment utilisé. Parmi les deux formes de grains utilisées, celle à granulats parallélépipédiques a été retenue pour poursuivre cette recherche fondamentale car elle permet de définir des paramètres couramment utilisés en mécanique et elle a l'avantage de permettre l'utilisation de moyens expérimentaux basés sur l'imagerie comme la corrélation d'images grâce à la surface plane des échantillons. Néanmoins, caractériser directement les propriétés mécaniques de l'interface reste une difficulté majeure car les mesures de champs de déplacement s'attachent aux composites constitués de la pâte de ciment, de l'interface et du granulats. Malgré cette difficulté, les résultats expérimentaux obtenus constituent une avancée scientifique non négligeable sur la mise en évidence de la zone de fragilité dans les bétons. Pour trois types de dégradations courantes (§2.4), on a mis en évidence la dégradation des propriétés mécaniques de l'interface qui peut être modélisée assez aisément pour les dégradations d'origine thermique et par lixiviation. Concernant la réaction sulfatique interne, le gonflement de l'interface au cours du développement de la pathologie a été mesuré et semble suivre une évolution proche de celle constatée dans le cas d'échantillons macroscopique. Cependant, la caractérisation des propriétés mécaniques de l'interface reste un point bloquant car il s'avère que le développement de l'ettringite responsable du gonflement ne se produit pas de manière homogène au sein des pores ce qui explique en partie la dispersion des résultats observés.

Suite à ce bilan, on se propose d'avancer quelques perspectives de ce travail de recherche dans les deux thématiques décrites ci-dessus. Pour certaines, des actions de recherche sont déjà lancées, mais leurs potentialités et leurs complexités en font des axes de recherche à moyen voire long terme.

3.1. Résultats expérimentaux versus modélisation numérique

Dans certains cas, l'expérimentation permet de mettre en évidence les mécanismes locaux responsables des désordres observables à l'échelle macroscopique. Néanmoins, il s'avère nécessaire d'élaborer des méthodes et des outils d'évaluation et de prédiction fiables. Les modèles sont d'une grande importance pour prédire le comportement mécanique des matériaux sous les actions, souvent couplées, de conditions thermiques, hydriques ou chimiques. Il est donc primordial de contribuer au développement de modèles implantés dans les outils numériques souvent complexes pour l'expérimentateur néophyte.

3.1.1. Capillarité entre grains

Pour les sols granulaires non saturés, l'étude des phénomènes liés à la capillarité demeure une thématique de recherche suscitant de vives discussions (Hueckel et al. (2019)). Si l'expérimentateur est confronté à la difficulté de mettre en évidence les phénomènes liés à la capillarité sur tout le domaine hydrique (de la saturation à l'état hygroscopique), les « numériciens » font face à la problématique de n'avoir aucun résultat de référence pour alimenter leurs modèles micromécaniques. Dès lors, des hypothèses sont faites pour satisfaire des concepts admis par la communauté scientifique. Dans le cas du phénomène d'effondrement d'origine purement capillaire, outre la limitation du domaine de teneur en eau liée au développement des essais à l'échelle locale, les résultats obtenus dans le cadre de la thèse d'El Korchi (2017) vont être confrontés à des simulations numériques sur le logiciel de minimisation d'énergie « Surface Evolver » grâce aux travaux de collaboration en cours avec L'IRSTEA d'Aix Marseille et de l'Université de Grenoble Alpes (Miot et al. (2019)). Dans un premier temps, il s'agira de reproduire fidèlement les résultats obtenus à l'échelle locale lors des essais d'imbibition sur les triplets et quadruplets capillaires. Dans un second temps, les expériences menées à l'échelle macroscopique seront modélisées numériquement dans l'objectif de simuler le phénomène d'effondrement capillaire observé sur des billes de verre. Un défi important dans ce projet sera d'identifier correctement les variations de la tension superficielle et de l'angle de mouillage ainsi que de prendre en compte les effets de la gravité pour les essais à l'échelle locale.

3.1.2. Cimentation à l'interface pâte / granulat

Pour la durabilité et le vieillissement des bétons, il s'agit également d'enrichir les modèles implémentés dans des codes de calcul existants (LMGC90 ou Xper). Néanmoins, il s'avère qu'il existe plusieurs points bloquants à franchir :

- le premier est le constat que les expériences en laboratoire sont, par nature, imparfaites contrairement aux expériences numériques,
- le deuxième est la possibilité de mesurer directement les paramètres introduits dans les codes de calcul qui ne sont pas toujours des paramètres matériaux,
- le troisième est la capacité de mettre en évidence les phénomènes et de quantifier les paramètres indicateurs d'une dégradation.

Pour illustrer ces différents points, quelques études préliminaires portant sur le comportement mécanique des bétons avec prise en compte des propriétés interfaciales ont été réalisées dans le cadre des thèses de Jébli (2016), Salah (en cours) et Lhonneur (en cours) en collaboration avec l'IMT d'Alès et l'IRSN de Cadarache. Ces études ont été menées sur les modèles de zones cohésives développés dans le code de calcul LMG90 (Dubois et al. (2011)). Il ne s'agit pas ici de décrire intégralement le code de calcul utilisé mais de faire un état non exhaustif des difficultés de communication entre l'expérimentation et le calcul numérique.

Concernant le premier point, les conditions initiales et les conditions aux limites sont des facteurs prépondérants dans les résultats finaux, ce qui oblige l'expérimentateur à réduire autant que possible les incertitudes de mesure et d'adapter le plus souvent les protocoles expérimentaux. Lhonneur (2019) a mis en évidence sur les essais de traction directe sur une pâte de ciment à l'échelle locale, dans la partie réversible des essais, que l'origine des dispersions des résultats expérimentaux peut être imputable à divers facteurs :

- une dispersion des caractéristiques mécaniques de la pâte de ciment due au fait que la taille caractéristique de l'échelle locale est faible devant celle d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER) pour la fissuration,

- une dispersion des caractéristiques mécaniques de la colle servant à lier les fixations en acier à l'éprouvette,
- une dispersion de la géométrie des zones réellement collées,
- une dispersion du positionnement des fixations sur l'éprouvette.

A partir d'une campagne de simulations numériques en déformations planes (2D) par des essais de traction avec un tirage aléatoire des positions de fixations en supposant que le collage des cales est parfait, les résultats montrent que la seule influence d'un défaut de positionnement des fixations peut entraîner des variations conséquentes sur les réponses mécaniques. Aussi, pour obtenir, à partir de ces essais de traction directe, une estimation des propriétés élastiques moyennes de la pâte de ciment à l'échelle locale avec une précision à moins de 2%, il faut effectuer une moyenne sur au moins dix essais avec le dispositif expérimental utilisé.

Concernant le deuxième point, Malachanne et al. (2018) ainsi que Salah et al. (2019) ont réalisé des simulations numériques pour identifier les paramètres d'un modèle de zone cohésive pour l'interface pâte de ciment/granulat pour un essai de traction directe pour le premier et un essai de cisaillement direct pour le second. Le modèle de zone cohésive développé dans le code de calcul LMGC90 (Dubois et al. (2011)), est basé sur une loi cohésive (Halphen & Nguyen (1974), Frémond (1982, 1985 et 1987), Raous et al. (1999), Brettelle et al. (2001), Talon & Curnier (2003) et Raous (2011)), dont les paramètres sont les suivants :

- C_N et C_T sont respectivement les rigidités normale et tangentielle de l'interface,
- σ^{max} est la contrainte maximale du domaine élastique,
- w est l'énergie dissipée à la rupture,
- μ_{res} est le coefficient de frottement résiduel (post-rupture),
- $\beta = 1 - D$ est l'intensité d'adhérence entre les deux corps en contact qui est fonction du paramètre d'endommagement D ($D = 0$, aucun endommagement et $D = 1$, rupture de la liaison).

La Figure 3.1 présente de façon schématique les lois cohésives utilisées selon Malachanne et al. (2018) et Salah et al. (2019).

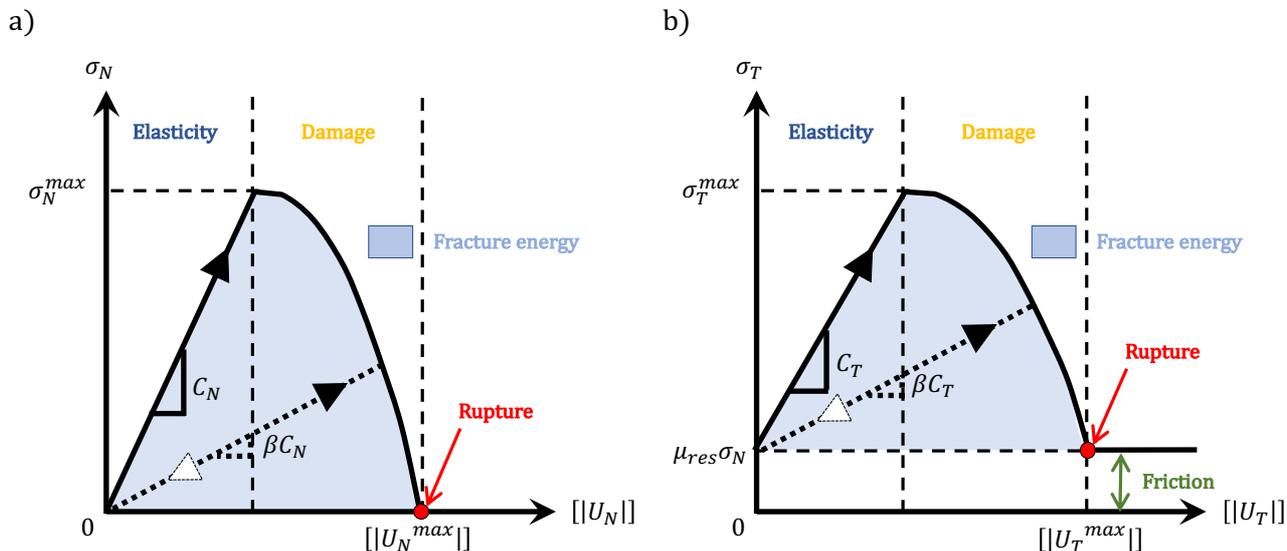


Figure 3.1 – Schématisation des lois cohésives utilisées a) pour la traction directe (σ_N - mode I) et b) pour le cisaillement direct avec confinement σ_N (σ_T - mode II) selon Salah et al. (2019).

Parmi ces paramètres, les dispositifs expérimentaux à l'échelle locale permettent de déterminer la contrainte maximale (σ^{max}) dans les essais de traction directe et de cisaillement direct ainsi que le coefficient de frottement résiduel (μ_{res}) dans la mesure où les essais de cisaillement direct avec confinement sont poursuivis au-delà de la rupture. En effet, comme nous l'avons vu dans le §2.3, les modules élastiques (E), correspondant aux rigidités (C_N et C_T), déterminés à partir des résultats expérimentaux ne s'attachent pas à l'interface mais à un composite constitué d'un grain, de l'interface et d'une pâte de ciment. Ensuite, les courbes expérimentales ne révèlent aucun endommagement au cours des chargements où l'on constate un comportement élastique fragile. Néanmoins, il semble nécessaire de procéder à la vérification de ce point par des essais cycliques de charge/décharge pour

confirmer un comportement parfaitement élastique. Si, à l'inverse, on observe de l'endommagement, on sera en mesure de déterminer l'évolution du paramètre D . Enfin, l'énergie dissipée à la rupture w étant tributaire de toutes ces vérifications, il serait intéressant de réaliser les essais expérimentaux en contrôlant la vitesse de chargement au lieu de la vitesse de déplacement de la traverse ... mais le réglage de la machine d'essai utilisée (Mechanical Testing System) permettant de paramétrer cette condition est fastidieux puisqu'il faut calibrer le PID (Proportionnel, Intégrale et Dérivée).

Concernant le troisième point, il s'agit d'être en mesure de modéliser les évolutions des propriétés mécaniques et de transport au cours de chaque dégradation. Dans ce cadre, la principale difficulté reste de déterminer les cinétiques de dégradation dans chaque phase d'autant plus si l'on souhaite prendre en compte le fait que les interfaces pâte de ciment / granulats dans un volume élémentaire représentatif ont une cinétique de dégradation différente de celle de la pâte de ciment pure du fait de sa plus forte porosité et de sa composition chimique spécifique. Actuellement, les problématiques de la modélisation du processus de lixiviation des bétons est étudiée dans la thèse de Salah (en cours) en collaboration avec l'IMT d'Alès et la modélisation du processus de réaction sulfatique interne est abordée dans la thèse de Lhonneur (en cours) en collaboration avec l'IRSN de Cadarache. Ce travail devient de fait plus complexe lorsque, expérimentalement, on arrive à mettre en évidence que le développement de la pathologie n'est pas forcément homogène au sein de l'interface, d'une part, et au sein d'un échantillon macroscopique, d'autre part, comme il apparaît être le cas pour la RSI.

3.2. Investigations multi-échelles

Pour compléter davantage les données expérimentales, et dans l'objectif de valider les modèles de comportement développés ci-dessus, il s'avère nécessaire de considérer les propriétés intrinsèques de chaque matériau (minéralogie, forme, rugosité, porosité, etc.), ce qui rend les calculs numériques de plus en plus complexes car souvent limités par le nombre de grains. Afin de valider une démarche scientifique, il apparaît judicieux de travailler à différentes échelles pour prédire le comportement des structures dans leur globalité. Le développement d'outils expérimentaux originaux pour comprendre les phénomènes observables à l'échelle locale a été une source prolifique de données expérimentales malgré la complexité de mettre en place l'ensemble des protocoles expérimentaux. Un des objectifs de l'utilisation de l'échelle locale a été de comprendre et d'expliquer les résultats à l'échelle macroscopique. Néanmoins, à partir des différents résultats obtenus, il est nécessaire de conclure sur la pertinence de tels essais et, dans l'affirmative, de proposer des perspectives qui peuvent être dégagées pour la capillarité et la cimentation.

3.2.1. Force capillaire entre grains

Dans le cas de l'évaluation de la force capillaire, comme nous l'avons vu au §1.5, les essais à l'échelle locale sur des doublets (Soulié (2005), Soulié et al. (2006), Gras (2011), Hueckel et al. (2013) et Mielniczuk et al. (2014)), triplets, quadruplets et quintuplets (Gras (2011), Hueckel et al. (2013), El Korchi (2017) et Hueckel et al. (2019)) capillaires ont permis une avancée certaine pour la modélisation numérique de ponts liquides entre grains en fonction du diamètre des grains, de la distance inter-granulaire, du volume du pont liquide, dans des conditions d'évaporation ou d'imbibition. Cependant, la transposition des résultats à l'échelle macroscopique se limite au régime pendulaire, ce qui reste très restreint lorsque l'on souhaite comprendre la perte de cohésion dans le domaine funiculaire. En effet, les résultats expérimentaux montrent par exemple que, sur des triplets ou des quadruplets capillaires, lors de la fusion des ponts liquides au cours de l'imbibition, la force capillaire se stabilise mais ne révèle pas de chute de cette dernière pour des volumes d'eau importants du fait de la présence permanente de ménisque capillaire. Lorsque l'on s'intéresse au phénomène d'effondrement d'origine purement hydrique dans les sols non saturés, le développement d'outils expérimentaux à l'échelle locale s'avère être un verrou scientifique. Dans cette thématique, il serait intéressant d'utiliser des outils tels que la tomographie (Bruchon (2014) et Khaddour (2015)) pour observer les évolutions de la coalescence et de la rupture des ponts capillaires au cours de cycles d'imbibition et de drainage au sein d'un échantillon mésoscopique. Cette technique pourrait également apporter des éléments de réponse sur l'évolution des ménisques capillaires au cours de variations de température afin de comprendre le caractère thermo-extensif de la surface de charge pour les milieux granulaires. Des essais à l'échelle « locale » ont été initiés par Soulié (2005) mais du fait de la qualité dégradée des photographies avec l'augmentation de la température et de l'humidité relative maintenue proche de 100% pour limiter les phénomènes d'évaporation, il s'avère difficile d'effectuer des mesures précises d'évolution de l'angle de mouillage et du volume du pont liquide.

3.2.2. Forces d'adhésion et de cohésion entre une pâte de ciment et un granulat

Dans le cas de la détermination des propriétés mécaniques de l'interface pâte de ciment / granulats, comme nous l'avons vu aux §2.3 et §2.4, les essais à l'échelle locale sur des grains sphériques (§2.3) ont été plutôt satisfaisants malgré les problèmes liés à la géométrie des échantillons (Mielniczuk (2014) et Jebli (2016)) où, par exemple, la forme parabolicoïde des grains introduit un effet « structure ». Le passage d'une interface convexe à une interface plane (El Bitouri (2016) et Jebli (2016 et 2018)) a permis de limiter les effets de forme des grains et de définir des variables « classiquement » utilisées en mécanique (§2.3 et §2.4). Si les résultats obtenus à cette échelle pour des états sains et dégradés ont été plus pertinents du point de vue de la dispersion des résultats, il reste néanmoins à mener de profondes réflexions portant sur :

- la géométrie de l'échantillon pour localiser plus précisément l'apparition et la propagation de la fissure, notamment pour les échantillons de pâte de ciment pure qui sont utilisés à titre de référence ce qui est en cours de développement dans les travaux de thèse de Lhonneur,
- l'utilisation plus approfondie de la corrélation d'image permettant de visualiser les possibles concentrations de contrainte au cours des essais, ce qui est en cours de développement dans le travail de thèse de Girboveanu,

- l'utilisation d'autres techniques pour suivre la propagation de la fissure comme par exemple la mise en œuvre de peinture conductrice de courant électrique qui, par une mesure de résistivité, reliée à l'acquisition d'image pour connaître la trajectoire de la fissure, permettra d'estimer les vitesses de propagation ce qui est en cours de développement dans les travaux de thèse de Lhonneur,
- la proposition de nouveaux essais à l'échelle locale pour caractériser les propriétés de l'interface (cisaillement direct sur échantillons en forme de Y et essais de flexion 3 points) et les associer aux méthodes existantes (traction directe et cisaillement direct sous confinement) ce qui est en cours de développement dans les travaux de thèse de Girboveanu et de Lhonneur.

Au cours de ce travail, il a été mis en évidence que l'étude de l'évolution des propriétés mécaniques au cours de l'hydratation et de la dégradation de l'interface pâte de ciment/granat doit être systématiquement accompagnée d'une analyse microstructurale avec des outils expérimentaux de pointe pour comprendre les modifications de l'interface. Dès lors, les collaborations avec l'IMT d'Alès ainsi que l'IRSN de Cadarache dans le cadre de l'utilisation d'outils tels que le MEB sont des opportunités à saisir afin d'enrichir les réflexions scientifiques sur la thématique du vieillissement et de la dégradation des bétons.

Dans le cas de la prédiction de la fissuration des ouvrages en béton armé, deux échelles complémentaires aux échelles locale et macroscopique sont en cours d'investigation. Il s'agit de l'échelle mésoscopique et de l'échelle de la structure. Pour la première, il s'agit d'observer le comportement en compression simple et en flexion d'une collection de grains (quelques dizaines) et de détecter l'apparition des fissures au cours du chargement (Figure 3.2a)). Des essais préliminaires ont été réalisés à partir de grains cylindriques en acier où, grâce à la corrélation d'images, on est en mesure de suivre l'évolution des fissures au sein de la matrice cimentaire. En collaboration avec l'IRSN de Cadarache et l'IMT d'Alès, l'objectif sera de modéliser numériquement les échantillons et de comparer les résultats obtenus en injectant les paramètres du modèle CZM (développé dans LMGC90 et Xper) obtenus grâce à l'échelle locale. Pour la seconde, il s'agit de réaliser des essais de flexion quatre points sur des poutres armées et non armées afin de suivre les fissures au cours du chargement (Figure 3.2b)). En collaboration avec l'IRSN de Cadarache et de Fontenay aux Roses, ainsi que le département génie Civil de l'IUT de Nîmes, il s'agit de partir d'essais de caractérisation des propriétés mécaniques (module d'Young, coefficient de Poisson, résistances à la rupture en compression simple et fendage) sur des échantillons macroscopiques et des essais de type Gf (Hillerborg (1985)) en flexion 3 points sur des poutrelles, pour obtenir l'énergie de rupture, de comparer les résultats expérimentaux et numériques obtenus sur des poutres à l'échelle de la structure dans un premier temps à l'état sain, et dans un second temps atteint par la réaction sulfatique interne.

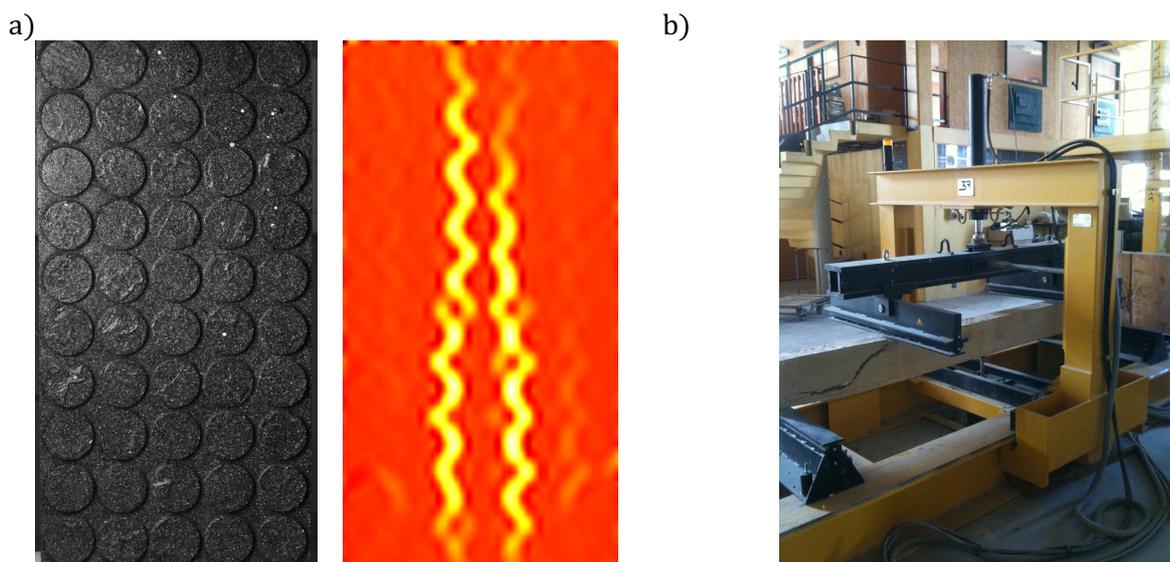


Figure 3.2 – Illustrations des essais mécaniques en cours de développement pour l'étude de l'évolution de la fissuration au cours du chargement aux échelles a) mésoscopique (collection de grains) et b) de la structure (poutre).

Les essais à l'échelle locale ont été également utilisés pour observer les propriétés de l'interface notamment concernant l'adhésion d'une pâte de ciment à une argilite dans le cadre de la thématique de stockage de déchets nucléaires dans des couches géologiques profondes (CIGEO) en partenariat avec l'IRSN de Fontenay aux Roses. Les premiers résultats ont été encourageants même s'il reste à résoudre les problèmes liés à la conservation et à la décompression de l'argilite extraite du site de Tournemire qui devient très fragile lors de l'usinage selon le sens de stratification.

Au-delà de la collaboration entre le LMGC et l'IRSN ayant permis notamment dans le cadre du laboratoire commun MIST (Micromécanique et Intégrité des Structures), la thématique sur la durabilité du matériau cimentaire nécessite des coopérations plus larges de savoir-faire expérimentaux et numériques. C'est dans ce contexte que le consortium « Concrete » est en cours de réflexion regroupant des laboratoires de l'IRSN de Cadarache et de Fontenay aux Roses, le Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique d'Aix-Marseille Université, le Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions de l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, le Laboratoire de Mécanique et Technologie de L'École Normale Supérieure de Cachan et le Laboratoire de Physique Théorique et Modélisation de l'Université de Cergy Pontoise. Un de mes objectifs sera de participer à ce consortium afin d'interagir et de contribuer sur cette thématique en apportant mes compétences sur les développements expérimentaux aux échelles locale et mésoscopique.

3.3. Autres projets ponctuels

Compactage à faible teneur en eau : Dans le cas des sols gonflants, le modèle BExM (Barcelona Expansive Model – Alonso et al. (1999)) a été largement admis pour prédire le comportement de sols sensibles aux variations de teneurs en eau. Dans le cadre de la thèse d'Ouguemat (2019), étant donné le temps imparti pour finaliser les travaux, le modèle n'a pas pu être utilisé pour vérifier la pertinence de ses prédictions. Néanmoins, plusieurs auteurs (Mrad et al. (2007), Sun & Sun (2011) et Wang et al. (2013)) déplorent un nombre trop important de paramètres nécessaires à déterminer expérimentalement pour utiliser correctement le modèle dans un code de calcul. Il serait pourtant judicieux de pouvoir proposer aux bureaux d'étude géotechnique des modèles simples nécessitant un nombre de tests en laboratoire en quantité limitée pour conclure sur les risques potentiels d'un sol sensible au gonflement. Dans ce cadre, une poursuite des travaux effectués avec l'Université de Tizi Ouzou (Algérie) est prévue mais également avec l'Université de Ouagadougou où les entreprises locales de travaux publics ont les mêmes problématiques, à savoir : comment réutiliser les sols en déblais possédant une forte quantité d'argile en les compactant à faibles teneurs en eau dans l'objectif d'économiser les ressources en eau ?

Renforcement des sols : Dans le cas de techniques innovantes liées à l'amélioration de la portance des sols, deux thématiques sont actuellement abordées, à savoir le renforcement des sols par colonnes ballastées (thèse de Bouziane) et par ajout de poudrettes de caoutchouc provenant de pneus recyclés AliaPur (thèse de Benjelloun) en collaboration avec l'Université Cadi Ayyad de Marrakech et l'École Nationale d'Ingénieurs de Tunis. En parallèle d'essais classiques en mécanique des sols (œdomètre, triaxial de révolution, boîte de Casagrande, etc.), des dispositifs expérimentaux sur modèles réduits ont été conçus et réalisés afin d'observer de façon plus globale le comportement mécanique. Dans le cas du renforcement des sols par colonnes ballastées (Figure 3.3a)), un dispositif de type Proctor Normal a été modifié afin de pouvoir créer au sein d'un échantillon de sol des colonnes en se rapprochant des techniques de forage utilisées in-situ (insufflation d'air, vibration, etc.). L'objectif de ces études est de comprendre l'influence de la forme de grains, du mode de forage, du nombre de colonnes et de leurs espacements sur l'amélioration des sols (Bouziane et al. (2020)). Dans le cas du renforcement des sols liquéfiable sous l'action d'un séisme par ajout de poudrettes de caoutchouc (Figure 3.3b)), un dispositif simulant des vibrations par mouvement sinusoïdal en maîtrisant l'amplitude et la fréquence de déplacement a été réalisé avec mise en place de capteurs de pression et d'électrodes de tension pour avoir accès aux évolutions des accélérations dans les trois directions, des pressions d'eau et de la densité du sol sur la hauteur de l'échantillon au cours de l'essai. L'objectif de ces études est de comprendre l'influence de la granulométrie de la poudrette et de la quantité mise en place par mélange sur l'amélioration de la stabilité des sols.

a)



b)



Figure 3.3 – Photographies des dispositifs expérimentaux à échelle réduite pour l'étude du renforcement des sols par a) colonnes ballastées et b) poudrettes de caoutchouc.

3.4. Défis à relever

Les projets de recherche évoqués ci-dessus ne constituent, bien entendu, pas une liste exhaustive de l'ensemble des possibilités mais présentent des problématiques qui me paraissent intéressantes à court, moyen et long terme. Le lancement de chaque projet de recherche est en réalité beaucoup plus complexe qu'il ne peut transparaître dans ce document. Outre la logistique nécessaire en matériaux et en matériels, ainsi que le temps nécessaire à dégager pour s'investir pleinement dans chaque étude expérimentale, il est évident que ce programme ambitieux n'est envisageable que si des moyens financiers conséquents sont mis en œuvre. Des aides régionales, nationales ou internationales et/ou des contrats recherche-développement avec des partenaires publics ou privés, mais aussi les moyens humains tels que techniciens et étudiants en Master, Doctorat et Post-Doctorat seront à conquérir pour assurer la réussite de ces projets.

Depuis ma nomination en qualité d'enseignant-chercheur au sein de l'Université de Montpellier, une satisfaction personnelle reste d'avoir pu participer à la mise en place d'interactions fortes entre des experts de la modélisation numérique et des spécialistes en méthodes expérimentales. En effet, la principale difficulté à mon sens reste les problèmes de communication et de compréhension des difficultés de chacun :

- un vocabulaire différent pour des paramètres mécaniques identiques,
- des conditions aux limites parfaites pour le numérique et le plus souvent imparfaites pour l'expérimentateur (même s'il essaie de faire du mieux possible !),
- des limitations en nombre de particules par manque de performance de calcul quand l'échantillon macroscopique possède plusieurs millions de grains.

Enfin, une part importante de nos missions d'enseignant-chercheur est de prodiguer nos connaissances auprès des générations futures. Cette mission, aussi passionnante et gratifiante qu'énergivore et chronophage, est souvent un moment permettant de se remettre en question face aux quelques questions très pertinentes de nos étudiants. A ces deux missions principales, il s'ajoute bien sûr des tâches collectives incontournables si on veut contribuer au bon fonctionnement de nos structures de recherche et d'enseignement.

Bibliographie

- Adenot F. & Buil M. (1992).** Modelling of the corrosion of the cement paste by deionized water. *Cement and Concrete Research*, 22(2-3), pp.489-496. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(92\)90092-A](https://doi.org/10.1016/0008-8846(92)90092-A)
- Aïtcin P.C. (2003).** The durability characteristics of high-performance concrete: a review. *Cement and Concrete Composites*, 25(4-5), pp.409-420. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(02\)00081-1](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(02)00081-1)
- Akcaoglu T., Tokyay M. & Celik T. (2004).** Effect of coarse aggregate size and matrix quality on ITZ and failure behavior of concrete under uniaxial compression. *Cement and Concrete Composites*, 26(6), pp.633-638. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(03\)00092-1](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(03)00092-1)
- Al-Attar T.S. (2013).** A quantitative evaluation of bond strength between coarse aggregate and cement mortar in concrete. *European Scientific Journal*, 9(6), pp.54-69.
- Al Shamaa M., Lavaud S., Divet L., Nahas G. & Torrenti J. M. (2015).** Influence of relative humidity on delayed ettringite formation. *Cement and Concrete Composites*, 58, pp.14-22. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2014.12.013>
- Alonso C. & Fernandez L. (2004).** Dehydration and rehydration processes of cement paste exposed to high temperature environments. *Journal of Materials Science*, 39(9), pp.3015-3024. <https://doi.org/10.1023/B:JMSC.0000025827.65956.18>
- Alonso E.E., Gens A. & Hight D.W. (1987).** Special problem soils, General report, Proceeding of 9th European Conference on Soil Mechanics Foundation Engineering, Dublin, pp.1087-1146.
- Alonso E.E., Gens A. & Josa A. (1990).** A constitutive model for partially saturated soils, *Geotechnique*, 40(3), pp.405-430. <https://doi.org/10.1680/geot.1990.40.3.405>
- Alonso E.E. (1993).** Effet des variations de teneur en eau dans les sols compactés. *Revue Française de Géotechnique*, 62, pp.7-21. <https://doi.org/10.1051/geotech/1993062007>
- Alonso E.E., Vaunat J. & Gens A. (1999).** Modelling the mechanical behaviour of expansive clays, *Engineering Geology*, 54, pp.173-183. [https://doi.org/10.1016/S0013-7952\(99\)00079-4](https://doi.org/10.1016/S0013-7952(99)00079-4)
- Alonso E.E., Pinyol N.M. & Gens A. (2013).** Compacted soil behaviour: initial state, structure and constitutive modeling. *Geotechnique*, 63(6), pp.463-478. <https://doi.org/10.1680/geot.11.P.134>
- Aregba W., Jomaa W. & Puiggali J.R. (1990).** Une approche du séchage de matériaux fortement déformables. *Revue de Physique Appliquée*, 25(11), pp.1161-1175. <https://doi.org/10.1051/rphysap:0199000250110116100>
- Audigui M., Geremew Z., Laribi S. & Cojean R. (2007).** Caractérisation au laboratoire de la sensibilité au retrait-gonflement des sols argileux. *Revue Française de Géotechnique*, 120-121, pp.67-82. <https://doi.org/10.1051/geotech/2007120067>
- Augier F., Coumans W.J., Hugget A. & Kaasschieter E.F. (2002).** On the risk of cracking in clay drying. *Chemical Engineering Journal*, 86(1-2), pp.133-138. [https://doi.org/10.1016/S1385-8947\(01\)00279-0](https://doi.org/10.1016/S1385-8947(01)00279-0)
- Ayadat T., Belouahri B. & Aït Amar R. (1998).** La migration des particules fines comme approche d'explication du mécanisme d'effondrement des sols. *Revue Française de Géotechnique*, 83, pp.73-81. <https://doi.org/10.1051/geotech/1998083073>
- Ayadat T. & Ouali S. (1999).** Identification des sols affaissables basée sur les limites d'Atterberg. *Revue Française de Géotechnique*, 86, pp.53-56. <https://doi.org/10.1051/geotech/1999086053>
- Ayadat T. & Hanna A. (2007).** Prediction of collapse behaviour in soil. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 11(5), pp.603-619. <https://doi.org/10.1080/17747120.2007.9692947>
- Baldi G., Hueckel T. & Pellegrini R. (1988).** Thermal volume changes of the mineral-water system in low-porosity clay soils. *Canadian Geotechnical Journal*, 25(4), pp.807-825. <https://doi.org/10.1139/t88-089>
- Barbarulo R., Peycelon H. & Prene S. (2003).** Experimental study and modelling of sulfate sorption on calcium silicate hydrates. *Annales de Chimie. Science des Matériaux (Paris)*, 28(1), pp.S5-S10.
- Barden L., McGow A. & Collins K. (1973).** The collapse mechanism in partly saturated soil. *Engineering Geology*, 7(1), pp.49-60. [https://doi.org/10.1016/0013-7952\(73\)90006-9](https://doi.org/10.1016/0013-7952(73)90006-9)
- Barnes B.D., Diamond S. & Dolch W.L. (1978).** The contact zone between Portland cement paste and glass "aggregate" surfaces. *Cement and Concrete Research*, 8(2), pp.233-243. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(78\)90012-1](https://doi.org/10.1016/0008-8846(78)90012-1)
- Baroghel-Bouny V. (1994).** Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons - Méthodes, analyse, interprétations. PhD Thesis, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC), Paris.

- Baver L.D., Gardner W.H. & Gardner W.R. (1972).** Soils physics. John Wiley and Sons, New York. ISBN 978-0471059745.
- Bažant Z.P. & Kaplan M. (1996).** Concrete at high temperature: material behaviour and mathematical modelling. Concrete design and construction series, Harlow: Longman. ISBN: 0582086264 9780582086265
- Bélanteur N., Tacherifet S. & Pakzad M. (1997).** Étude des comportements mécanique, thermo-mécanique et hydro-mécanique des argiles gonflantes et non gonflantes fortement compactées. Revue Française de Géotechnique, 78, pp.31-50. <https://doi.org/10.1051/geotech/1997078031>
- Bénet J.C. & Jouanna P. (1982).** Phenomenological relation of phase change of water in a porous medium: experimental verification and measurement of the phenomenological coefficient. International Journal of Heat and Mass Transfer, 25(11), pp.1747–1754. [https://doi.org/10.1016/0017-9310\(82\)90154-5](https://doi.org/10.1016/0017-9310(82)90154-5)
- Bénet J.C. & Jouanna P. (1983).** Non-equilibrium thermodynamics in non-saturated porous media with phase change. International Journal of Heat and Mass Transfer, 26(11), pp.1585–1595. [https://doi.org/10.1016/S0017-9310\(83\)80077-5](https://doi.org/10.1016/S0017-9310(83)80077-5)
- Bénet J.C., Lozano A., Cherblanc F. & Cousin B. (2009).** Phase change of water in a hygroscopic porous medium. Phenomenological relation and experimental analysis for water in soil, Journal of Non-Equilibrium Thermodynamics, 34(2), pp.133–153. <https://doi.org/10.1515/JNETDY.2009.008>
- Bernard F. & Kamali-Bernard S. (2015).** Numerical study of ITZ contribution on mechanical behavior and diffusivity of mortars. Computational Materials Science, 102, pp.250–257. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2015.02.016>
- Bicalho K.V., Gomes Correia A., Reis Ferreira S.M., Fleureau J.M. & Marinho F.A.M. (2007).** Filter paper method of soil suction measurement. Conference: XIII Panamerican Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering.
- Bourdette B., Ringot E. & Ollivier J.P. (1995).** Modelling of the transition zone porosity. Cement and Concrete Research, 25(4), pp.741-751. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(95\)00064-J](https://doi.org/10.1016/0008-8846(95)00064-J)
- Bouziane A., Jamin F., El Mandour A., El Omari M., Bouassida M. & El Youssoufi M.S. (20XX).** Experimental study on a scaled test model of soil reinforced by stone columns. European Journal of Environmental and Civil Engineering, accepted with minors revisions 2019.
- Bretelle A.S., Cocou, M. & Monerie Y. (2001).** Unilateral contact with adhesion and friction between two hyperelastic bodies. International Journal of Engineering Science, 39(18), pp.2015–2032. [https://doi.org/10.1016/S0020-7225\(01\)00052-0](https://doi.org/10.1016/S0020-7225(01)00052-0)
- Breton D., Carles-Gibergues A., Ballivy G. & Grandet J. (1993).** Contribution to the formation mechanism of the transition zone between rock-cement paste. Cement and Concrete Research, 23(2), pp.335–346. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(93\)90099-U](https://doi.org/10.1016/0008-8846(93)90099-U)
- Brooks R.H. & Corey A.T. (1964).** Hydraulic properties of porous media and their relation to drainage design. Transactions of the ASAE, 7(1), pp.26–28. <https://doi.org/10.13031/2013.40684>
- Brown P.W. & Bothe J.V. (1993).** The stability of ettringite. Advances in Cement Research, 5(18), pp.47-63. <https://doi.org/10.1680/adcr.1993.5.18.47>
- Bruchon J.F. (2014).** Analyse par microtomographie aux rayons X de l'effondrement capillaire dans les matériaux granulaires. PhD thesis, Paris Est.
- Brunetaud X., Divet L. & Damidot D. (2008).** Impact of unrestrained delayed ettringite formation-induced expansion on concrete mechanical properties. Cement and Concrete Research, 38, pp.1343–1348. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.05.005>
- Burdine N.T. (1953).** Relative permeability calculation from pore size distribution data. Journal of Petroleum Technology, 5(3). <https://doi.org/10.2118/225-G>
- Buzzi O., Boulon M., Hervé M. & Su K. (2008).** Leaching of rock-concrete interfaces. Rock Mechanics and Rock Engineering, 41(3), pp.445–466. <https://doi.org/10.1007/s00603-007-0156-5>
- Campanella R.G. & Mitchell J.K. (1968).** Influence of temperature variations on soil behaviour. Journal of the Soil Mechanics and Foundations Division, ASCE, 94(3), pp.709-734.
- Carde C., François R. & Torrenti J. M. (1996).** Leaching of both calcium hydroxide and CSH from cement paste: Modeling the mechanical behavior. Cement and Concrete Research, 26(8), pp.1257–1268. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(96\)00095-6](https://doi.org/10.1016/0008-8846(96)00095-6)
- Carde C. & François R. (1997).** Effect of the leaching of calcium hydroxide from cement paste on mechanical and physical properties. Cement and Concrete Research, 27(4), pp.539–550. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(97\)00042-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(97)00042-2)

- Carrara P., Wu T., Kruse R. & De Lorenzis L. (2016).** Towards multiscale modeling of the interaction between transport and fracture in concrete. *RILEM Technical Letters*, 10, pp. 94-101. <https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2016.21>.
- Castellote M., Alonso C., Andrade C., Turrillas X. & Campo J. (2004).** Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. *Cement and Concrete Research*, 34(9), pp. 1633-1644. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(03\)00229-1](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00229-1)
- Chammari A. (2002).** Transfert gazeux dans les sols avec changement de phase : Application à quelques aspects de géotechnique environnementale, PhD thesis, Université Montpellier 2, France.
- Chammari A., Naon B., Cherblanc F. & Bénet J.C. (2003).** Transfert d'eau en sol aride avec changement de phase. *Comptes Rendus Mécanique*, 331(11), pp.759-765. <https://doi.org/10.1016/j.crme.2003.07.005>
- Chammari A., Naon B., Cherblanc F., Cousin B. & Bénet J.C. (2008).** Interpreting the drying kinetics of a soil using a macroscopic thermodynamic non- equilibrium of water between the liquid and vapor phase. *Drying Technologie*, 26(7), pp.836-843. <https://doi.org/10.1080/07373930802135998>
- Chemkhi S., Khalifaoui K. & Zagrouba F. (2015).** Physico-chemical and mechanical behavior of natural clay as a porous medium during convective drying. *Chemical Science International Journal*, 6(3), pp.126-135. <https://doi.org/10.9734/ACSI/2015/15746>
- Chrysochoos A., Wattrisse B., Muracciole J. M. & El Kaïm Y. (2009).** Fields of stored energy associated with localized necking of steel. *Journal of Mechanics of Materials and Structures*, 4(2), pp.245-262.
- Clevenger W.A. (1958).** Experiences with loess as foundation material. *Transactions of the American Society of Civil Engineers*, 123(1), pp.151-169.
- Collepardi M. (1997).** A holistic approach to concrete damage induced by delayed ettringite formation. In *Proceedings of the Mario Collepardi Symposium Advances in Concrete Science and Technology*, Editor Mehta P.K., pp. 373-396.
- Coussy O. (1989).** A general theory of thermoporoelastoplasticity for saturated porous materials, *Transport in Porous Media*, 4(3), pp. 281-293. <https://doi.org/10.1007/BF00138040>
- Coussy O. (1991).** Mécanique des milieux poreux. Technip, Paris. ISBN: 9782710805953
- Cox D.W. (1978).** Volume change of compacted clay fills. In: *Clay fills, Proceedings of the Conference Held at the Institution of Civil Engineers, London*, pp.79-86. <https://doi.org/10.1680/cf1979.00698.0009>
- Cui Y.J., Sultan N. & Delage P. (2000).** A thermomechanical model for saturated clays. *Canadian Geotechnical Journal*, 37(3), pp.607-620. <https://doi.org/10.1139/t99-111>
- Cuisinier O. & Masrouri F. (2005).** Influence de sollicitations hydriques et mécaniques complexes sur le comportement d'un sol gonflant compacté. *Canadian Geotechnical Journal*, 42(3), pp.731-741. <https://doi.org/10.1139/t05-007>
- Currie J.A. (1960a).** Gaseous diffusion in porous media. 1: A non-steady state method. *Journal of Applied Physics*, 11(8), pp. 314-317. <https://doi.org/10.1088/0508-3443/11/8/302>
- Currie J.A. (1960b).** Gaseous diffusion in porous media. 2: Dry granular materials. *Journal of Applied Physics*, 11(8), pp. 318-324. <https://doi.org/10.1088/0508-3443/11/8/303>
- Currie J.A. (1961).** Gaseous diffusion in porous media. 3: Wet granular materials. *Journal of Applied Physics*, 12(6), pp. 275-281. <https://doi.org/10.1088/0508-3443/12/6/303>
- Dal Pont S., Meftah F. & Schrefler B.A. (2011).** Modeling concrete under severe conditions as a multiphase material. *Nuclear Engineering and Design*, 241(3), pp.562-572. <https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2010.04.015>
- Day R.L. (1992).** The Effect of Secondary Ettringite Formation on the Durability of Concrete: A Literature Analysis, Portland Cement Association, 127p. ISBN: 089312169X.
- De Larrard F. (2000).** Structures granulaires et formulation des bétons. [Études et recherches des Laboratoires des ponts et chaussées. Série Exploitation et sécurité routières, ISSN 1265-7433](https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2010.04.015)
- De Sa C. & Benboudjema F. (2011).** Modeling of concrete nonlinear mechanical behavior at high temperatures with different damage-based approaches. *Materials and Structure*, 44(8), pp.1411-1429. <https://doi.org/10.1617/s11527-011-9707-z>
- De Vries D.A. & Kruger A.J. (1967).** On the value of the diffusion coefficient of water vapor in air. *Colloques Internationaux du CNRS N°160. Phénomènes de transport avec changement de phase dans les milieux poreux colloïdaux*, Edition CNRS, Paris, pp. 61-72.

- Delage P., Audiguier M, Cui Y.J. & Howat M.D. (1996).** A microstructure of compacted silt. *Canadian Geotechnical Journal*, 33(1), pp.150-158. <https://doi.org/10.1139/t96-030>
- Delage P., Sultan N. & Cui Y.J. (2000).** On the thermal consolidation of Boom clay, *Canadian Geotechnical Journal*, 37(2), pp.343-354. <https://doi.org/10.1139/t99-105>
- Delage P. & Fry J.J. (2000).** Comportement des sols compactés : apport de la mécanique des sols non saturés. *Revue Française de Géotechnique*, 92, pp.17-29. <https://doi.org/10.1051/geotech/2000092017>
- Delage P., Cui Y.J. & Antoine P. (2005).** Geotechnical problems related with loess deposits in northern France. *Proceedings of International Conference on Problematic Soils*. May 2005, Eastern Mediterranean University, Famagusta, North Cyprus, Cyprus. pp.517-540.
- Delage P. (2010).** A microstructure approaches to the sensitivity and compressibility of some Easter Canada sensitive clays. *Geotechnique*, 60(5), pp.353-368. <https://doi.org/10.1680/geot.2010.60.5.353>
- Delage P. (2014).** Geotechnical problems due to the collapse of unsaturated soils: the case of loess from northern France. *Journal of Applied Engineering Science & Technology*, 1(1), pp.17-22.
- Diamond S. (2001).** Considerations in image analysis as applied to investigations of the ITZ in concrete. *Cement and Concrete Composites*, 23(2-3), pp.171-178. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(00\)00085-8](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(00)00085-8)
- Diamond S. & Huang J. (2001).** The ITZ in concrete-a different view based on image analysis and SEM observations. *Cement and Concrete Composites*, 23(2-3), pp.179-188. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(00\)00065-2](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(00)00065-2)
- Dias W.P.S., Houry G.A. & Sullivan P.J.E. (1990).** Mechanical properties of hardened cement paste exposed to temperatures up to 700°C. *ACI Material Journal*, 87(2), pp.160-166.
- Dubois F., Jean M., Renouf M., Mozul R., Martin A. & Bagnéris M. (2011).** LMG90. In 10^e colloque national en calcul des structures, Giens, France.
- Eriksson L.G. (1989).** Temperature effects on consolidation properties of sulphide clays. *Proceedings of the twelfth international conference on soil mechanics and foundation engineering*. Technical papers 3, pp. 2087-2090.
- Ejjaaouani H., Shakhirev V., Magnan J.P. & Bensallam S. (2013).** Comportement des sols gonflants lors de l'humidification et du séchage. *Proceedings of the International 18th Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering*, Paris, pp.1101-1104.
- El Bitouri Y. (2016).** Investigations multi-échelles du vieillissement du béton – Comportement à hautes températures et réaction sulfatique interne. Rapport à diffusion restreinte, IRSN/PSN- RES/SEMIA/2016-00237.
- El Bitouri Y., Jamin F., Péliou C. & El Youssoufi M.S. (2017).** Tensile and shear strength of the cement paste-aggregate interface subjected to high temperature, *Materials and Structures*, 50: 234. <https://doi.org/10.1617/s11527-017-1105-8>
- El Korchi F. Z., Jamin F., El Omari M. & El Youssoufi M.S. (2016).** Collapse phenomena during wetting in granular media. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 16(10), pp.1262-1276. <https://doi.org/10.1080/19648189.2016.1177602>
- El Korchi F.Z. (2017).** Approche expérimentale multi-échelle de l'effondrement capillaire de sols granulaires. PhD thesis, Université de Montpellier, France.
- El Youssoufi M.S. & Saix C. (2002a).** Quelques aspects du comportement hydro-mécanique lors de la désaturation d'une argile, In *Hydromechanical and Thermohydromechanical Behaviour of Deep Argillaceous Rock-Theory and Experiments*, Hoteit et al. Eds, Balkema, pp.89-98.
- El Youssoufi M.S., Jamin F. & Saix C. (2002b).** Retrait et transport d'eau dans une argile plastique de la saturation à l'état sec, *Bulletin du GFHN « Milieux Poreux et Transferts Hydriques »*, 48, pp.141-146.
- Escadeillas G., Aubert J.E., Segerer M. & Prince W. (2007).** Some factors affecting delayed ettringite formation in heat-cured mortars. *Cement and Concrete Research*, 37(10), pp.1445-1452. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.07.004>
- Famy C., Scrivener K.L., Atkinson A. & Brough A.R. (2001).** Influence of the storage conditions on the dimensional changes of heat-cured mortars. *Cement and Concrete Research*, 31(5), pp.795-803. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00480-X](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00480-X)
- Feda J. (1966).** Structural stability of subsident loess soil from Praha-Dejvice. *Engineering Geology*, 1(3), pp.201-219. [https://doi.org/10.1016/0013-7952\(66\)90032-9](https://doi.org/10.1016/0013-7952(66)90032-9)
- Fleureau J.M., Kheirbek-Saoud S., Soemitro R. & Taibi S. (1993).** Behavior of clayey soils on drying-wetting paths. *Canadian Geotechnical Journal*, 30(2), pp.287- 296. <https://doi.org/10.1139/t93-024>

- Fleureau J.M. & Taïbi S. (1995).** Water-air permeabilities of unsaturated soils, Proceedings of the 1st International Conference of Unsaturated Soil, UNSTA'95, Paris, pp. 479-484. ISBN: 90-5410-583-6.
- Fras G. (1989).** Macroscopisation des transferts en milieux dispersés multi-phasiques - application à l'étude de l'interface entre un milieu poreux et une atmosphère séchante, PhD thesis, Université Montpellier 2, France.
- Fredlund D.G. & Xing A. (1994).** Equations for the soil-water characteristic curve. Canadian geotechnical journal, 31(4), pp.521-532. <https://doi.org/10.1139/t94-061>
- Fredlund D.G., Xing A. & Huang S. (1994).** Predicting the permeability function for unsaturated soils using the soil-water characteristic curve, Canadian Geotechnical Journal, 31(4), pp. 533-546. <https://doi.org/10.1139/t94-062>
- Frémond M. (1982).** Équilibre des structures qui adhèrent à leur support, Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, 295 (Serie II), pp913-916.
- Frémond M. (1985).** Contact unilatéral avec adhérence. Unilateral problems in structural analysis, pp. 57-79. https://doi.org/10.1007/978-3-7091-2632-5_5
- Frémond M. (1987).** Contact unilatéral avec adhérence une théorie du premier gradient. Unilateral problems in structural analysis-2, pp. 117-137. https://doi.org/10.1007/978-3-7091-2967-8_8
- Garboczi E. J. & Bentz D. P. (1991).** Digital simulation of the aggregate-cement paste interfacial zone in concrete. Journal of Materials Research, 6(1), pp.196-201. <https://doi.org/10.1557/JMR.1991.0196>
- Gardner W.R. (1958).** Some steady-state solutions of the unsaturated moisture flow equation with application to evaporation from a water table. Soil Science, 85(4), pp.228-232.
- Gérard B., Pijaudier-Cabot G. & Laborderie C. (1998).** Coupled diffusion-damage modelling and the implications on failure due to strain localisation. International Journal of Solids and Structures, 35(31-32), pp.4107-4120. [https://doi.org/10.1016/S0020-7683\(97\)00304-1](https://doi.org/10.1016/S0020-7683(97)00304-1)
- Geremew Z., Audiguier M. & Cojean R. (2009).** Analysis of the behaviour of a natural expansive soil under cyclic drying and wetting. Bulletin of Engineering geology and the Environment, 68(3), pp.421-436. <https://doi.org/10.1007/s10064-009-0203-4>
- Germain P. (1974).** Thermodynamique des milieux continus. Entropie, 55, pp.7-14
- Germain P. (1986).** Mécanique tomes I et II, Ellipses, Paris.
- Ghembaza M.S., Taïbi S. & Fleureau J.M. (2014).** Thermo-hydro-mechanical behaviour of a sandy clay on isotropic paths. European Journal of Environmental and Civil Engineering, 18(2), pp.206-222. <https://doi.org/10.1080/19648189.2013.856034>
- Gibbs H.J. & Bara J.P. (1962).** Predicting surface subsidence from basic soils tests. Special Technical Publication n°322, American Society for Testing and Materials (ASTM), pp.231-247. <https://doi.org/10.1520/STP47043S>
- Gilbert F. (1987).** Descriptions thermo-mécaniques de milieux à plusieurs constituants et application aux milieux poreux saturés, Thèse de Doctorat d'État, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI, France. <http://www.sudoc.fr/043629067>
- Gjorv O.E., Monteiro P.J.M. & Mehta P.K. (1990).** Effect of condensed silica fume on the steel-concrete bond. Materials Journal, 87(6), pp.573-580. <https://doi.org/10.14359/2527>
- Godart. B. (2017).** Pathology, assessment and treatment of structures affected by Delayed Ettringite Formation. Structural engineering international, 2017, 27 (3), pp.362-369. <https://doi.org/10.2749/101686617X14881932436771>
- Graham J., Tanaka N., Crilly T. & Alafaro M. (2001).** Modified Cam-Clay modelling of temperature effects in clays. Canadian Geotechnical Journal, 38(3), pp. 608-621. <https://doi.org/10.1139/t00-125>
- Gras J.P. (2011).** Approche micromécanique de la capillarité dans les milieux granulaires : rétention d'eau et comportement mécanique. PhD Thesis, Université de Montpellier.
- Gras J.P., Delenne J.-Y. & El Youssoufi M.S. (2013).** Study of capillary interaction between two grains: a new experimental device with suction control. Granular Matter, 15(1), pp.49-56. <https://doi.org/10.1007/s10035-012-0388-2>
- Gu X., Hong L., Wang Z. & Lin F. (2013).** Experimental study and application of mechanical properties for the interface between cobblestone aggregate and mortar in concrete. Construction and Building Materials, 46, pp.156-166. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.04.028>
- Guggenheim E.A. (1965).** Thermodynamique, Dunod, Paris.

- Hager I. (2004).** Comportement à haute température des bétons à haute performance - évolution des principales propriétés mécaniques. PhD Thesis, ENPC, France.
- Hager I. (2013).** Behaviour of cement concrete at high temperature. Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences, 60(1), pp.145-154. <https://doi.org/10.2478/bpasts-2013-0013>
- Halphen B. & Nguyen Q.S. (1974).** Plastic and visco-plastic materials with generalized potential, Mechanics Research Communication, 1(1), pp.43-47. [https://doi.org/10.1016/0093-6413\(74\)90034-2](https://doi.org/10.1016/0093-6413(74)90034-2)
- Hamblin A.P. (1981).** Filter-paper method for routine measurement of field water potential. Journal of Hydrology, 53(3-4), pp.355-360. [https://doi.org/10.1016/0022-1694\(81\)90011-1](https://doi.org/10.1016/0022-1694(81)90011-1)
- Heinz D., Ludwig U. & Rüdiger I. (1989).** Delayed ettringite formation in heat treated mortars and concretes. Concrete Precasting Plant and Technology, 11, pp.56-61.
- Hillerborg A. (1985).** The theoretical basis of a method to determine the fracture energy G_F of concrete. Materials and Structures, 18(4), pp.291-296. <https://doi.org/10.1007/BF02472919>
- Hoshino M. (1989).** Relation Between Bleeding, Coarse Aggregate, and Specimen Height of Concrete. Materials Journal, 86(2), pp.185-190. <https://doi.org/10.14359/2252>
- Hsu T.T.C. & Slate F.O. (1963).** Tensile bond strength between aggregate and cement paste or mortar. ACI Journal Proceedings, 60(4), pp.465-485. <https://doi.org/10.14359/7863>
- Hueckel T. & Baldi G. (1990).** Thermoplasticity of saturated clays: Experimental constitutive study. Journal of Geotechnical Engineering, 116(12), pp.1778-1796. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0733-9410\(1990\)116:12\(1778\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9410(1990)116:12(1778))
- Hueckel T., Mielniczuk B. & El Youssoufi M.S. (2013).** Micro-scale study of rupture in desiccating granular media. In Proceedings of Geo-Congress 2013, pages 808-817. <https://doi.org/10.1061/9780784412787.082>
- Hueckel T., Mielniczuk B. & El Youssoufi M.S. (2019).** Adhesion-force micro-scale study of desiccating granular material. Geotechnique. <https://doi.org/10.1680/jgeot.18.P.298>
- Husem M. (2003).** 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(1-2), pp.152-158. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00595-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00595-1)
- Jamin F. (2003).** Contribution à l'étude du transport de matière et de la rhéologie dans les sols non saturés à différentes températures. PhD thesis, Université Montpellier 2, France.
- Jamin F., El Youssoufi M.S. & Saix C. (2004).** Sur le caractère thermo-extensif de la surface de charge d'un sol non saturé, Comptes Rendus Mécanique, 332, pp.153-159. <https://doi.org/10.1016/j.crme.2003.10.007>
- Jébli M. (2016).** Caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat : application à la lixiviation. PhD thesis, Université de Montpellier, France.
- Jébli M., Jamin F., Garcia-Diaz E., El Omari M. & El Youssoufi M.S. (2016)** Influence of leaching on the local mechanical properties of an aggregate-cement paste composite. Cement and Concrete Composites, vol. 73, pp. 241-250. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.05.001>
- Jébli M. (2018).** Investigations multi-échelles du vieillissement du béton atteint de la réaction sulfatique interne. Rapport à diffusion restreinte, PSN-RES/SEMIA/2018-00177, IRSN.
- Jébli M., Jamin F., Malachanne E., Garcia-Diaz E. & El Youssoufi M.S. (2018a).** Experimental Characterization of Mechanical Properties of the Cement-Aggregate Interface in Concrete. Construction and Building Materials, 161, pp.16-25. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.100>
- Jébli M., Jamin F., Péliou C., Malachanne E., Garcia-Diaz E. & El Youssoufi M.S. (2018b).** Leaching effect on mechanical properties of cement-aggregate interface. Cement and Concrete Composites, 87, pp.10-19. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.11.018>
- Kanema Tshimanga M. (2007).** Influence des paramètres de formulation sur le comportement à haute température des bétons. PhD thesis, Université de Cergy-Pontoise, France.
- Kamali-Bernard S., Keinde D. & Bernard F. (2014).** 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, 617, pp.14-17. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.617.14>
- Kchakech B., Martin R.-P., Omikrine Metalssi O. & Toutlemonde F. (2015).** Étude expérimentale de l'influence de l'histoire thermique au jeune âge sur le développement des expansions associées à la réaction sulfatique interne. GC'2015, Paris, France, (8p.).

- Kébré M.B., Cherblanc F., Ouédraogo F., Jamin F., Naon B., Zougmore F. & Bénét J.C. (2017)** Water flow in soil at small water contents: a simple approach to estimate the relative hydraulic conductivity in sandy soil. *European Journal of Soil Science*, 68(2), pp.167-176. <https://doi.org/10.1111/ejss.12408>
- Kelham S. (1996).** The effect of cement composition and fineness on expansion associated with delayed ettringite formation. *Cement and Concrete Composites*, 18(3), pp.171-179. [https://doi.org/10.1016/0958-9465\(95\)00013-5](https://doi.org/10.1016/0958-9465(95)00013-5)
- Ketelaars A.A.J. (1992).** Drying deformable media: kinetics, shrinkage and stresses. PhD Thesis, <https://doi.org/10.6100/IR386545>
- Ketelaars A.A.J., Kaasschieter E.F., Coumans W.J. & Kerkhof P.J.A.M. (1994).** The influence of shrinkage on drying behaviour of clays. *Drying Technology*, 12(7), pp.1561-1574. <https://doi.org/10.1080/07373939408962187>
- Khaddour G. (2015).** Multi-scale characterisation of the hydro-mechanical behaviour of unsaturated sand: water retention and triaxial responses. PhD thesis, Université de Grenoble, France.
- Khoury G.A. & Sullivan P.J.E. (1988).** Research at imperial college on the effect of elevated temperatures on concrete. *Fire Safety Journal*, 13(1), pp.69-72. [https://doi.org/10.1016/0379-7112\(88\)90034-3](https://doi.org/10.1016/0379-7112(88)90034-3)
- Kowalski S.J. (2002).** Modelling of fracture phenomena in dried materials. *Chemical Engineering Journal*, 86(1-2), pp.145-151. [https://doi.org/10.1016/S1385-8947\(01\)00282-0](https://doi.org/10.1016/S1385-8947(01)00282-0)
- Kroes B., Coumans W. J. & Kerkhof P.J.A.M. (1996).** Drying behaviour of deformable porous media: a mechanistic approach to clay drying. *Proceedings of the 10th International Drying Symposium*. pp.159-166
- Kroes B. (1999).** The influence of material properties on drying kinetics. PhD thesis, Eindhoven University of Technology, The Netherlands
- Lamara M., Derriche Z. & Romero E. (2009).** Microstructure et potentiel de gonflement d'une argile du Sahara algérien. *Revue Française de Géotechnique*, 126-127, pp.93-100. <https://doi.org/10.1051/geotech/2009126093>
- Larbi B., Dridi W., Dangla P. & Le Bescop P. (2016).** Link between microstructure and tritiated water diffusivity in mortars: Impact of aggregates. *Cement and Concrete Research*, 82, pp.92-99. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.01.003>
- Lawton E.C., Fragaszy R.J. & Hetherington M.D. (1992).** Review of wetting-induced collapse in compacted soil. *Journal of Geotechnical Engineering*, 118(9), pp.1376-1394. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0733-9410\(1992\)118:9\(1376\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9410(1992)118:9(1376))
- Le Bellégo C. (2001).** Couplage chimie mécanique dans les structures en béton armé attaquées par l'eau. Étude expérimentale et analyse numérique. PhD Thesis, École Normale Supérieure de Cachan, France.
- Lebon G. & Mathieu Ph. (1981).** Étude comparée de diverses théories de thermodynamique du non équilibre. *Entropie*, 100, pp. 5-86.
- Leklou N., Aubert J.E. & Escadeillas G. (2009).** Microscopic observations of samples affected by delayed ettringite formation (DEF). *Materials and Structures*, 42, pp.1369-1378. <https://doi.org/10.1617/s11527-008-9456-9>
- Lewis M., Scrivener K.L. & Kelham S. (1994).** Heat curing and delayed ettringite formation. *MRS Online Proceedings Library Archive*, 370. <https://doi.org/10.1557/PROC-370-67>
- Lhonneur J., Girboveanu A., Jamin F., Pélissou C., Monerie Y. & El Youssoufi M.S. (2019).** Étude statistique de la réponse mécanique lors d'essais de traction directe à l'échelle locale. In 14e Colloque National en Calcul de Structures - CSMA 2019, Giens, France.
- Li W., Xiao J., Sun Z., Kawashima S. & Shah P.S. (2012).** Interfacial transition zones in recycled aggregate concrete with different mixing approaches. *Construction and Building Materials*, 35, pp.1045-1055. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.06.022>
- Lingnau B.E., Graham J. & Tanaka N. (1995).** Isothermal modeling of sand-bentonite mixtures at elevated temperatures. *Canadian Geotechnical Journal*, 32(1), pp.78-88. <https://doi.org/10.1139/t95-006>
- Liu M., Lu C., Tieu K. & Yu H. (2014).** Numerical comparison between Berkovich and conical nano-indentations: Mechanical behaviour and micro-texture evolution. *Materials Science and Engineering A*, 619, pp.57-65. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.09.034>
- Lobet A., Cubaynes M. & Ollivier J. (2003).** A new testing method for determining chloride diffusion coefficient. In: *Int. Conf. On Performance of Construction Materials in the New Millennium (ICPCM)*, Cairo (Egypt), pp. 469-477.
- Lozano A.L. (2007).** Étude expérimentale du changement de phase liquide/gaz dans un sol hygroscopique - évaporation et condensation de l'eau dissolution du CO₂. PhD thesis, Université Montpellier 2, France.

- Lozano A.L., Cherblanc F., Cousin B. & Bénet J.C. (2008).** Experimental study and modelling of the water phase change kinetics in soils. *European Journal of Soil Science*, 59(5), pp.939–949. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.2008.01050.x>
- Lozano A.L., Cherblanc F. & Bénet J.C. (2009).** Water evaporation versus condensation in a hygroscopic soil. *Transport in Porous Media*, 80, pp.209–222. <https://doi.org/10.1007/s11242-009-9351-z>
- Lu N., Wu B. & Tan C.P. (2005).** A tensile strength apparatus for cohesionless soils. *Advanced experimental unsaturated soil mechanics*, Taylor & Francis Group, pp.105-110. ISBN: 0415383374
- Lu N., Wu B. & Tan C.P. (2007).** Tensile strength characteristics of un-saturated sands. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 133(2), pp.144-154. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)1090-0241\(2007\)133:2\(144\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)1090-0241(2007)133:2(144))
- Lu N., Kim T.H., Sture S. & Likos W. J. (2009).** Tensile strength of unsaturated sand. *Journal of Engineering Mechanics*, 135(12), pp.1410–1419. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)EM.1943-7889.0000054](https://doi.org/10.1061/(ASCE)EM.1943-7889.0000054)
- Malachanne E., Jébli M., Jamin F., Garcia-Diaz E. & El Yousoufi M.S. (2018).** A cohesive zone model for the characterization of adhesion between cement paste and aggregates. *Construction and Building Materials*, 193, pp. 64-71. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.188>
- Malier Y. (1992).** 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, pp.3–24.
- Merchant I.J., Macphee D. E., Chandler H. W. & R. J. Henderson (2001).** Toughening cement-based materials through the control of interfacial bonding. *Cement and Concrete Research*, 31(12), pp.1873-1880. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00500-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00500-2)
- Mielniczuk B. (2014).** Caractérisation du comportement et de la rupture du béton à l'échelle de l'interface ciment-granulats. Rapport à diffusion restreinte PSN-RES/SEMIA/2014-00215, IRSN.
- Mielniczuk B., El Yousoufi M.S., Sabatier L. & Hueckel T. (2014).** Rupture of an evaporating liquid bridge between two grains. *Acta Geophysica*, 62 (5), pp.1087-1108. <https://doi.org/10.2478/s11600-014-0225-6>
- Mielniczuk B., Jébli M., Jamin F., El Yousoufi M.S., Péliou C. & Monerie Y. (2016).** Characterization of behavior and cracking of a cement paste confined between spherical aggregate particles, *Cement and Concrete Research*, vol. 79, January 2016, pp. 235–242. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.09.016>
- Miot M., Veylon G., Wautier A., Nicot F. & Philippe P. (2019).** Calculation of capillary forces in a mesoscale assembly of grains. 24^{ème} Congrès Français de Mécanique. <https://cfm2019.sciencesconf.org/245545/document>
- Mishra A.K., Dhawan S. & Rao S.M. (2008).** Analysis of swelling and shrinkage behavior of compacted clays. *Geotechnical and Geological Engineering*, 26(3), pp.289-298. <https://doi.org/10.1007/s10706-007-9165-0>
- Mitchell J.K. & Soga K. (2005).** *Fundamentals of soil behavior*, 3rd Edition. Ed. John Wiley & Sons, New York. ISBN: 978-0-471-46302-3
- Monteiro P.J.M. & Mehta P.K. (1986).** 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, 2, pp.433–437.
- Mrad M., Abdallah A. & Masroufi F. (2007).** Modélisation numérique du comportement d'un sol gonflant chargé soumis à des variations hydriques. *Revue Française de Géotechnique*, 120-121, pp.121-130. <https://doi.org/10.1051/geotech/2007120121>
- Mualem Y. (1976).** A new model for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated porous media. *Water Resources Research*, 12(3), pp. 513-522. <https://doi.org/10.1029/WR012i003p00513>
- Muñoz-Castelblanco J.A., Pereira J-M., Delage P. & Cui Y.J. (2010).** Suction measurements on a natural unsaturated soil: A reappraisal of the filter paper method. *Unsaturated Soils - Proc. Fifth Int. Conf. on Unsaturated Soils*, pp.707–712.
- Nguyen T.D. (2013).** Étude de la zone d'interphase « granulats calcaires poreux-pâte de ciment » : Influence des propriétés physico-mécaniques des granulats ; Conséquence sur les propriétés mécaniques du mortier. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
- Nguyen V.H., Colina H., Torrenti J.M., Boulay C. & Nedjar B. (2007).** Chemo-mechanical coupling behaviour of leached concrete: Part I: Experimental results. *Nuclear Engineering and Design*, 237(20-21), pp.2083-2089. <https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2007.02.013>
- Odler I. & Chen Y. (1995).** Effect of cement composition on the expansion of heat-cured cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 25(4), pp.853–862. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(95\)00076-0](https://doi.org/10.1016/0008-8846(95)00076-0)

- Ollivier J.P., Maso J.C. & Bourdette B. (1995).** Interfacial transition zone in concrete. *Advanced Cement Based Materials*, 2(1), pp.30–38. [https://doi.org/10.1016/1065-7355\(95\)90037-3](https://doi.org/10.1016/1065-7355(95)90037-3)
- Onsager L. (1931a).** Reciprocal relations in irreversible processes I. *Physical Revue*, 37(4). <https://doi.org/10.1103/PhysRev.37.405>
- Onsager L. (1931b).** Reciprocal relations in irreversible processes II. *Physical Revue*, 38(12). <https://doi.org/10.1103/PhysRev.38.2265>
- Ouédraogo F. (2008).** Étude des transferts d'eau à l'interface sol-atmosphère : cas d'un sol du Burkina Faso à faible teneur en eau, PhD thesis, Université Montpellier II, France.
- Ouguemat A. (2019).** Comportement hydromécanique des sols argileux. Application aux ouvrages géotechniques. PhD thesis, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Algérie.
- Ouoba S. (2009).** Adsorption et transport d'un composé organique volatil (COV) dans un sol hygroscopique : Application aux pesticides dans un sol aride. PhD thesis, Université Montpellier II, France.
- Palmieri V. & De Lorenzis L. (2014).** Multiscale modeling of concrete and of the FRP–concrete interface. *Engineering Fracture Mechanics*, 131, pp.150-175. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2014.07.027>
- Pavoine A., Brunetaud X. & Divet L. (2012).** The impact of cement parameters on delayed ettringite formation. *Cement and Concrete Composites*, 34(4), pp.521–528. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.11.012>
- Penman H.L. (1940a).** Gas and vapour movement in soil. 1: The diffusion of vapour through porous solids. *Journal of Agricultural Science*, 30(3), pp. 437-462. <https://doi.org/10.1017/S0021859600048164>
- Penman H.L. (1940b).** Gas and vapour movement in soil. 2: The diffusion of carbon dioxide through porous solids. *Journal of Agricultural Science*, 30(4), pp.570-581. <https://doi.org/10.1017/S0021859600048231>
- Piasta J. (1984).** Heat deformation of cement phases and microstructure of cement paste. *Materials and Structures Research and Testing, RILEM*, 17(6), pp.415-420. <https://doi.org/10.1007/BF02473981>
- Plum R.L. & Esrig M.I. (1969).** Some temperature effects on soil compressibility and pore water pressure. *Highway Research Board Special Report*, 103, pp.231-242.
- Pope A.W. & Jennings H.M. (1992).** 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), pp.6452–6462. <https://doi.org/10.1007/BF00576298>
- Priklonskij V.A. (1952).** Gruntovenedie-utoraiva chast. Gosgeolizdat, Moscow.
- Raous M., Cangemi L. & Cocu M. (1999).** A consistent model coupling adhesion, friction, and unilateral contact. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 177(3-4), pp.383–399. [https://doi.org/10.1016/S0045-7825\(98\)00389-2](https://doi.org/10.1016/S0045-7825(98)00389-2)
- Raous M. (2011).** Interface models coupling adhesion and friction. *Comptes Rendus Mécanique*, 339(7-8), pp.491–501. <https://doi.org/10.1016/j.crme.2011.05.007>
- Recordon E. (1993).** Déformabilité des sols non saturés à diverses températures. *Revue Française de Géotechnique*, 65, pp.37-56. <https://doi.org/10.1051/geotech/1993065037>
- Richefeu V., El Youssoufi M.S. & Radjaï F. (2006).** Shear strength properties of wet granular materials. *Physical Review E*, 73(5), 051304. <https://doi.org/10.1103/PhysRevE.73.051304>
- Richefeu V., El Youssoufi M.S., Peyroux R. & Radjaï F. (2008).** A model of capillary cohesion for numerical simulations of 3D polydisperse granular media. *International Journal Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, 32(11), pp.1365–1383. <https://doi.org/10.1002/nag.674>
- Robinet J., Al Moukhtar M., Rhattas M., Plas F. & Lebon P. (1992).** Modèle de transfert de masse dans les argiles à faible porosité. Application à l'effet de la ventilation dans les galeries. *Revue Française de Géotechnique*, 61, pp.31–43. <https://doi.org/10.1051/geotech/1992061031>
- Romero E., Gens A. & Lloret A. (2001).** Temperature effects on the hydraulic behaviour of an unsaturated clay. *Geotechnical and Geological Engineering*, 19(3-4), pp.311-332. <https://doi.org/10.1023/A:1013133809333>
- Romero E., Gens A. & Lloret A. (2003).** Suction effects on a compacted clay under non-isothermal conditions. *Geotechnique*, 53(1), pp.65-81. <https://doi.org/10.1680/geot.2003.53.1.65>
- Romero E., Villar M.V. & Lloret A. (2005).** Thermo-hydro-mechanical behaviour of two heavily overconsolidated clays. *Engineering Geology*, 81(3), pp.255-268. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2005.06.011>
- Ruiz T. (1998).** Éléments de modélisation et contribution expérimentale à l'étude du transport réactif dans un sol non saturé. PhD thesis, Université Montpellier 2, France.

- Ruiz T. & Bénet J.C. (2001).** Phase change in a heterogeneous medium: comparison between the vaporisation of water and heptane in an unsaturated soil at two temperatures. *Transport in Porous Media* 44(2), pp. 337–353. <https://doi.org/10.1023/A:1010773928372>
- Salager S., François B., El Youssoufi M.S., Laloui L. & Saix C. (2008).** Experimental investigations of temperature and suction effects on compressibility and pre-consolidation pressure of a sandy silt. *Soils and Foundations*, 48(4), pp.453-466. <https://doi.org/10.3208/sandf.48.453>
- Salah N., Jébli M., Malachanne E., Jamin F., Dubois F., Caro A.S., El Youssoufi M.S. & Garcia-Diaz E. (2019).** Identification of a cohesive zone model for cement paste-aggregate interface in a shear test, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*. <https://doi.org/10.1080/19648189.2019.1623082>
- Salgues M., Sellier A., Multon S., Bourdarot E. & Grimal E. (2014).** DEF modelling based on thermodynamic equilibria and ionic transfers for structural analysis. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 18(4), pp.377-402. <https://doi.org/10.1080/19648189.2013.872579>
- Saix C. & Jouanna P. (1990).** Appareil triaxial pour l'étude du comportement thermique des sols non saturés. *Canadian Geotechnical Journal*, 27(1), pp.119-128. <https://doi.org/10.1139/t90-011>
- Saix C. (1991).** Consolidation thermique par chaleur d'un sol non saturé. *Canadian Geotechnical Journal*, 28(1), pp.42-50. <https://doi.org/10.1139/t91-005>
- Saix C., Devillers Ph. & El Youssoufi M.S. (2000).** Éléments de couplage thermomécanique dans la consolidation de sols non saturés. *Canadian Geotechnical Journal*, 37(2), pp. 308-317. <https://doi.org/10.1139/t99-112>
- Scheel M., Seemann R., Brinkmann M., Di Michiel M., Sheppard A., Breidenbach B. & Herminghaus S.(2008a).** Morphological clues to wet granular pile stability. *Nature Materials*, 7(3), pp.189–193. <https://doi.org/10.1038/nmat2117>
- Scheel M., Seemann R., Brinkmann M., Di Michiel M., Sheppard A. & Herminghaus S. (2008b).** Liquid distribution and cohesion in wet granular assemblies beyond the capillary bridge regime. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 20(49), 494236. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/20/49/494236>
- Schindler U., Durner W., Von Unold G., Mueller L. & Wieland R. (2010).** The evaporation method: Extending the measurement range of soil hydraulic properties using the air-entry pressure of the ceramic cup. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 173(4), pp.563-572. <https://doi.org/10.1002/jpln.200900201>
- Schlangen E. & Van Mier J.G.M. (1992).** Experimental and numerical analysis of micromechanisms of fracture of cement-based composites. *Cement and Concrete Composites*, 14(2), pp.105–118. [https://doi.org/10.1016/0958-9465\(92\)90004-F](https://doi.org/10.1016/0958-9465(92)90004-F)
- Schneider K., Ippisch O. & Roth K. (2006).** Novel evaporation experiment to determine soil hydraulic properties. *Hydrology and Earth System Sciences*, 10(6), pp.817-827. <https://doi.org/10.5194/hess-10-817-2006>
- Schrefler B.A., Brunello P., Gawin D., Majorana C.E. & Pesavento F. (2002).** Concrete at high temperature with application to tunnel fire. *Computational Mechanics*, 29(1), pp.43–51. <https://doi.org/10.1007/s00466-002-0318-y>
- Scrivener K.L., Damidot D. & Famy C. (1999).** Possible mechanisms of expansion of concrete exposed to elevated temperatures during curing (also known as DEF) and implications for avoidance of field problems. *Cement, Concrete and Aggregates*, 21(1), pp.93-101.
- Scrivener K.L., Crumbie A.K. & Laugesen P. (2004).** The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. *Interface Science*, 12(4), pp.411–421. <https://doi.org/10.1023/B:INTS.0000042339.92990.4c>
- Scrivener K. L. (2004).** Backscattered electron imaging of cementitious microstructures: understanding and quantification. *Cement and Concrete Composites*, 26(8), pp.935–945. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.02.029>
- Seed H.B. & Chan C.K. (1959).** Structure and strength characteristics of compacted clays. *Journal of the Soil Mechanic and Foundation Division*, 85(5), pp.87-128.
- Sicat E., Gong F., Ueda T. & Zhang D. (2014).** Experimental investigation of the deformational behavior of the interfacial transition zone (ITZ) in concrete during freezing and thawing cycles. *Construction and Building Materials*, 65, pp.122-131. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.04.035>
- Soulié F. (2005).** Cohésion par capillarité et comportement mécanique de milieux granulaires. PhD thesis, Université Montpellier 2, France.
- Soulié F., El Youssoufi M.S., Cherblanc F. & Saix C. (2006a).** Capillary cohesion and mechanical strength of polydisperse granular materials. *The European Physical Journal E*, 21(4), pp.349–357. <https://doi.org/10.1140/epje/i2006-10076-2>

- Soulié F., El Youssoufi M.S., Cherblanc F. & Saix C. (2006b).** Influence of liquid bridges on the mechanical behaviour of polydisperse granular materials. . *International Journal Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, 30(3), pp.213–228. <https://doi.org/10.1002/nag.476>
- Sultan N., Delage P. & Cui Y.J. (2002).** Temperature effects on the volume change behaviour of Boom clay, *Engineering Geology*, 64(2-3), pp. 135-145. [https://doi.org/10.1016/S0013-7952\(01\)00143-0](https://doi.org/10.1016/S0013-7952(01)00143-0)
- Sun W. & Sun D. (2011).** Coupled modelling of hydro-mechanical behaviour of unsaturated compacted expansive soils. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, 36(8), pp.1002-1022. <https://doi.org/10.1002/nag.1036>
- Sutton M. A., Wolters W. J., Peters W. H., Ranson W. F. & McNeill S. R. (1983).** Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and vision computing*, 1(3), pp.133–139. [https://doi.org/10.1016/0262-8856\(83\)90064-1](https://doi.org/10.1016/0262-8856(83)90064-1)
- Sutton M. A., Mingqi C., Peters W. H., Chao Y. J. & McNeill S. R. (1986).** Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis. *Image and Vision Computing*, 4(3), pp.143–150. [https://doi.org/10.1016/0262-8856\(86\)90057-0](https://doi.org/10.1016/0262-8856(86)90057-0)
- Tadepalli R., Rahardjo H. & Fredlund D.G. (1992).** Measurement of matric suction and volume changes during inundation of collapsible soil. *Geotechnical Testing Journal*, 15(2), pp.115-122. <https://doi.org/10.1520/GTJ10233J>
- Talon C. & Curnier A. (2003).** A model of adhesion coupled to contact and friction. *European Journal of Mechecanics- A/Solids*, 22(4), pp.545–565. [https://doi.org/10.1016/S0997-7538\(03\)00046-9](https://doi.org/10.1016/S0997-7538(03)00046-9)
- Tanaka N., Graham J. & Crilly T. (1997).** Stress-strain behaviour of reconstituted illitic clay at different temperatures. *Engineering Geology*, 47(4), pp. 339-350. [https://doi.org/10.1016/S0013-7952\(96\)00113-5](https://doi.org/10.1016/S0013-7952(96)00113-5)
- Taylor M.A. & Broms B.B. (1964).** Shear bond strength between coarse aggregate and cement paste of mortar. *Journal of the ACI*, 61(8), pp.939-958.
- Tidförs M. & Sällfors G. (1989).** Temperature effect on preconsolidation pressure. *Geotechnical Testing Journal*, 12(1), pp. 93-97. <https://doi.org/10.1520/GTJ10679J>
- Tognazzi C. (1998).** Couplage fissuration-dégradation chimique dans les matériaux cimentaires : caractérisation et modélisation. PhD Thesis, INSA Toulouse, France.
- Towhata I., Kuntiwattanaku P., Seko I. & Ohishi K. (1993a).** Volume change of clays induced by heating as observed in consolidation tests. *Soils and Foundations*, 33(4), pp.170-183. https://doi.org/10.3208/sandf1972.33.4_170
- Towhata I., Kuntiwattanaku P. & Kobayashi H. A. (1993b).** A preliminary study on heating of clays to examine possible effects of temperature on soil-mechanical properties. *Soils and Foundations*, 33(4), pp.184-190. https://doi.org/10.3208/sandf1972.33.4_184
- Towner G.D. (1987a).** The mechanics of cracking of drying clay. *Journal of Agricultural Engineering Research*, 36(2), pp.115-124. [https://doi.org/10.1016/0021-8634\(87\)90118-1](https://doi.org/10.1016/0021-8634(87)90118-1)
- Towner G.D. (1987b).** The tensile stress generated in clay through drying. *Journal of Agricultural Engineering Research*, 37(3-4), pp.279-289. [https://doi.org/10.1016/S0021-8634\(87\)80024-0](https://doi.org/10.1016/S0021-8634(87)80024-0)
- Trtik P. & Bartos P. J. M. (1999).** Micromechanical properties of cementitious composites. *Materials and Structures*, 32(5), pp.388-393. <https://doi.org/10.1007/BF02479632>
- Ulm F.J., Acker P. & Lévy M. (1999).** The “Chunnel” fire. II: analyses of concrete damage. *Journal of Engineering Mechanics*, 125(3), pp.283–289. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0733-9399\(1999\)125:3\(283\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9399(1999)125:3(283))
- Unger J.F. & Eckardt S. (2011).** Multiscale modeling of concrete. *Archives of Computational Methodes in Engineering*, 18(3), pp.341-393. <https://doi.org/10.1007/s11831-011-9063-8>
- Van Genuchten M.T. (1980).** A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils. *Soil Science Society of America Journal*, 44(5), pp. 892-898. <http://dx.doi.org/10.2136/sssaj1980.03615995004400050002x>
- Van Genuchten M.T. & Nielsen D.R. (1985).** On describing and predicting the hydraulic properties of unsaturated soils. *Annals Geophysical*, 3(5), pp. 615-628.
- Van Mier J.G.M. (1997).** Fracture processes of concrete: assessment of material parameters for fracture models. Boca Raton : CRC Press. ISBN: 0849391237
- Wang Q., Tang A.M., Cui Y.J., Barnichon J.D. & Ye W.M. (2013).** Investigation of the hydro-mechanical behaviour of compacted bentonite/sand mixture based on the BExM model. *Computers and Geotechnics*, 54, pp.46-52. <https://doi.org/10.1016/j.compgeo.2013.05.011>

- Wattrisse B., Chrysochoos A., Muracciole J.M. & Némoz-Gaillard M. (2001).** Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 41(1), pp.29-39. <https://doi.org/10.1007/BF02323101>
- Xiao J., Li W., Sun Z., Lange D.A. & Shah S.P. (2013).** Properties of interfacial transition zones in recycled aggregate concrete tested by nanoindentation. *Cement and Concrete Composites*, 37(1), pp.276-292. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.01.006>
- Xu J., Wang B. & Zuo J. (2017).** Modification effects of nanosilica on the interfacial transition zone in concrete: A multiscale approach. *Cement and Concrete Composites*, 81, pp.1-10. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.04.003>
- Yassien M.A, Mohamed M.A. & Abdo H. (2015).** Geotechnical and Mineralogical Studies on the Expansive Soil at Qena Region, Egypt. *International Journal of Scientific & Engineering Research*, 6(7), pp.870-880. ISSN 2229-5518.
- Yates S.R., Van Genuchten M.T., Leij F.J. & Warrick A.W. (1992).** Analysis of measured, predicted and estimated hydraulic conductivity using the RETC computer program. *Soil Science Society of America Journal*, 56(2), pp. 347-354. <https://doi.org/10.2136/sssaj1992.03615995005600020003x>
- Yudhbir Y. (1982).** Collapsing behavior of collapsing soils. In *Proceedings of 7th Southeast Asia geotechnical conference*, Hong Kong, pp.915-930.
- Zimbelmann R. (1985).** A contribution to the problem of cement-aggregate bond. *Cement and Concrete Research*, 15(5), pp.801-808. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(85\)90146-2](https://doi.org/10.1016/0008-8846(85)90146-2)
- Zimbelmann R. (1987).** A method for strengthening the bond between cement stone and aggregates. *Cement and Concrete Research*, 17(4), pp.651-660. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(87\)90138-4](https://doi.org/10.1016/0008-8846(87)90138-4)

DEUXIEME PARTIE

*** * * * ***

NOTICE INDIVIDUELLE

FRÉDÉRIC JAMIN

Maître de Conférences – 60^{ème} section CNU
Université de Montpellier
IUT de Nîmes / Génie Civil - Construction Durable
Laboratoire de Mécanique et Génie Civil

Né le 28 novembre 1976
à Mayenne (53 100)
Nationalité Française
Marié – 2 enfants

LMGC - UMR 5508
Université de Montpellier – CC048
163 rue Auguste Broussonnet
34 090 Montpellier

Fixe : (+33) 4 67 14 97 10
Portable : (+33) 6 11 70 78 58
Mail : frederic.jamin@umontpellier.fr

PARCOURS PROFESSIONNEL

09/2010 –	Maître de Conférences 60 ^{ème} section CNU – IUT de Nîmes / LMG	Université de Montpellier
01/2005 – 08/2010	Ingénieur en Contrôles Techniques des Constructions	Bureau Alpes Contrôles
10/2003 – 08/2004	Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche – IUT de Nîmes	Université Montpellier 2
10/2000 – 09/2003	Moniteur d'Initiation à l'Enseignement Supérieur – IUT de Nîmes	Université Montpellier 2
11/1996 – 08/1999	Maître d'Internat et Surveillant d'Externat	Rectorat de Poitiers

FORMATION – TITRES ET DIPLÔMES

2003	Thèse de Doctorat (Mention Très Honorable) Spécialité Mécanique, Génie Mécanique, Génie Civil (60 ^{ème} section) Sujet : Contribution à l'étude du transport de matière et de la rhéologie dans les sols non saturés à différentes températures Directeur de thèse : C. Saix – Professeur des Universités Thèse financée par une Bourse Allocataire de Recherche du Ministère Soutenance le 17 décembre 2003	Université Montpellier 2
2000	DEA de Génie Civil (Mention Bien – 5 ^{ème} /32) Option Ouvrages et Structures Sujet de stage : Modélisation de la stabilité des berges fluviales Responsable de stage : A. Khalifa – Maître de Conférences Soutenance le 6 juillet 2000	École Centrale de Nantes IUT de Saint Nazaire
1999	Maîtrise de Génie Civil (6 ^{ème} /16)	Université de Bordeaux 1
1998	Licence de Génie Civil (12 ^{ème} /35)	Université de Bordeaux 1
1997	DEUG Sciences de la Matière (Mention Assez Bien – 41 ^{ème} /309)	Université de Poitiers

ACTIVITÉS SCIENTIFIQUES

Thèmes de recherche	Comportement thermo-hydro-chimio-mécanique des géomatériaux – applications aux sols non saturés et aux bétons sains / dégradés	
09/2013 –	Équipe Structures Innovantes, Géomatériaux, Eco-Construction	LMGC
09/2010 – 08/2013	Équipe Physique et Mécanique des Milieux Granulaires	LMGC
Publications	10 articles publiés dans des revues internationales (+2 articles under review) 2 articles publiés dans des revues nationales 2 brevets d'invention – 1 chapitre d'ouvrage – 6 conférences internationales avec actes	
Encadrements	5 post-doctorats 3 thèses de Doctorat soutenues et 5 thèses de Doctorat en cours dont 2 thèses à l'étranger 14 stages de Master	
Responsabilités Collectives	2010 –	
2013 – 2016	Responsable Technique du Grand Plateau Technique pour la Recherche – MGC	
2015 –	Membre suppléant au Conseil de Laboratoire du LMG	
2017 –	Responsable de l'Opération de Recherche « Couplages » au sein du laboratoire commun Micromécanique et Intégrité des Structures (MIST / LMG-UM / IRSN)	
Distinctions	2018 – ... : Prime d'Encadrement Doctoral et de Recherche	

ACTIVITÉS D'ENSEIGNEMENT

Modules Physique, Confort et Énergétique – Mécanique des Fluides, Réseaux de Fluides, Acoustique, Éclairage MatériauX et Géotechnique – géotechnique de base, pour le technicien et avancée
Réglementation et Normes – Sécurité incendie et accessibilité des personnes handicapées

Formations

2008 - Licence Professionnelle Gestion Technique du Patrimoine Immobilier Social – IUT de Nîmes
2010 - DUT Génie Civil - Construction Durable – IUT de Nîmes
2010 - 2013 Licence Professionnelle Contrôle et Expertise du Bâtiment – IUT de Nîmes
2013 - 2019 Ingénieur par apprentissage Eau & Génie Civil – Polytech' Montpellier
2014 - Licence Professionnelle Acoustique et Environnement Sonore – Université de Montpellier
2017 - Master 2 Recherche Mécanique – Faculté des Sciences / Université de Montpellier

Responsabilités Collectives

2012 - Responsable du Living Lab « Bâtim'Handicap »
2013 - 2017 Responsable du Projet « Mer pour Tous »
2017 - Responsable du pôle MatériauX et Géotechnique (MXG)
2017 - Responsable du laboratoire de Géotechnique
2018 - Responsable des stages du DUT Génie Civil (1^{ère} et 2^{ème} années)

Distinctions

5 Prix étudiants sur les projets « Bâtim'Handicap » et « Mer pour Tous »
2 Prix lauréats Appel à Projets « Mer pour Tous »

ACTIVITÉS PROFESSIONNELLES

01/2005 - 08/2010 Ingénieur en Contrôles Techniques des Constructions Bureau Alpes Contrôles

Évolution

01/2005 Ingénieur Généraliste « Apprenti » en Contrôles Techniques des Constructions
09/2005 Ingénieur Généraliste « Junior » en Contrôles Techniques des Constructions
04/2007 Ingénieur Généraliste « Sénior » en Contrôles Techniques des Constructions

Spécialités

2007 - 2010 Référent de Bureau Alpes Contrôles en Acoustique du Bâtiment
2008 - 2010 Référent de Bureau Alpes Contrôles en Accessibilité des Personnes Handicapées
2009 - 2010 Habilitation de catégorie C (Dispositions Constructives) en Sécurité Incendie dans les Établissements Recevant du Public (mission SEI)

Responsabilités Collectives

2008 - 2010 Membre du COPREC Groupe de Travail n°9 – Accessibilité des Personnes Handicapées
2008 - 2010 Membre du Groupe de Travail CETE de Lyon – Accessibilité des Personnes Handicapées

Compétences

Gestion financière des activités liées au contrôle technique des constructions :
Réalisation de propositions de missions de contrôles techniques,
Facturation mensuelle des contrats de contrôles techniques.

Assistance à la conception de projets en collaboration avec la maîtrise d'œuvre, suivi technique en cours de chantiers et réception des travaux dans le cadre des missions de contrôles techniques définies dans la norme NF P 03-100 :

Solidité du Clos et Couvert (mission L), du Second Œuvre (mission P1), de l'Existant (mission LE), des Avoisinants (mission AV) et Parasismique (mission PS),
Sécurité Incendie dans les bâtiments d'habitation (mission SH), les Établissements Recevant des Travailleurs (mission STI) et les Établissements Recevant du Public (mission SEI),
Handicapés (HAND) relative à l'accessibilité handicapée,
Acoustique (PHH et PHA) relative à l'isolation acoustique des bâtiments,
Thermique (TH) relative à l'isolation thermique des bâtiments,
Brancard (BRD), Fonctionnement (F), etc...

Rédaction de rapport de diagnostics solidité des structures, sécurité des personnes et accessibilité des personnes handicapées,

Réalisation d'essais acoustiques et élaboration de fichiers de calcul en acoustique

DIVERS

2011 - 2016 Conseiller scientifique auprès de l'Institut Méditerranéen des Métiers de la Longévité (I2ML)
2019 - Membre de l'association POZEIA pour l'accessibilité à la mer pour tous

2. Activités de Recherche

Mes activités de recherche s'articulent autour de l'étude du comportement thermo-chimio-hydro-mécanique des matériaux granulaires du génie civil par l'expérimentation à l'échelle locale, à l'échelle mésoscopique, à l'échelle macroscopique et à l'échelle de la structure. Les milieux granulaires étudiés dans le cadre de mes recherches sont les sols non saturés ainsi que les bétons sains au cours de l'hydratation et soumis à des dégradations thermiques ou chimiques.

2.1. Thématiques de recherche

Pour le matériau sol en conditions non saturées, il s'agit de comprendre l'influence des conditions hydriques (hygroscopique, pendulaire, funiculaire et saturation) sur le comportement mécanique et/ou sur le transport de matière (eau ou polluant) au sein du sol. Dans cette thématique de recherche, une des originalités est de substituer les sols par un milieu granulaire modèle (billes de verre) pour se concentrer sur l'effet de l'eau au contact des grains à l'échelle macroscopique et à l'échelle locale ([St01], [St03], [Td01]). L'objectif de ce travail de recherche expérimental est de faire le lien entre le phénomène d'effondrement observé pour les sols granulaires sous imbibition d'eau sur un volume élémentaire représentatif (échelle macroscopique) et l'évolution de la force capillaire entre grains avant et après la coalescence des ponts capillaires sur des triplets ou quadruplets granulaires (échelle locale). A partir des données expérimentales obtenues, il est possible de rapprocher le phénomène de coalescence des ponts capillaires à l'échelle locale et le passage d'un régime pendulaire à un régime funiculaire dans un matériau granulaire non saturé à l'échelle macroscopique. Néanmoins, les études à l'échelle locale ne permettent pas de couvrir tous les domaines hydriques notamment celui proche de la saturation. Pour pallier ce problème, une piste actuellement en cours de réflexion est de modéliser le comportement hydro-mécanique à l'échelle locale afin d'identifier les paramètres influençant la force capillaire entre grains (angle de mouillage, tension superficielle, volume du pont, écartement des grains, etc.) et d'utiliser ce modèle pour simuler l'évolution des propriétés mécaniques des ponts capillaires au cours de l'imbibition d'eau sur un échantillon macroscopique numérique. Dans le cas de sols naturels (sable, limon et argile), plusieurs études expérimentales ont été réalisées sur le transfert d'eau dans les sols arides, le compactage à faibles teneurs en eau d'un sol argileux gonflant ([Td03]), le renforcement de sols par colonnes ballastées ([St04], [Td04]), la liquéfaction des sols sableux ([St11], [Td08]) ou la dépollution de liquides miscibles à l'eau dans les sols ([St12]).

Pour le matériau béton, dans le cadre d'une reconversion thématique depuis 2014, le savoir-faire expérimental sur l'étude de la capillarité entre grains à l'échelle locale a été transposé au cas d'un composite constitué d'un granulat (siliceux ou calcaire) et d'une pâte de ciment (CEM I ou CEM II). L'objectif de ces études expérimentales à l'échelle locale, est d'analyser le comportement mécanique de l'interface pâte de ciment / granulat au cours de l'hydratation ([Pd01], [Td02], [Td05]), au cours d'une dégradation chimique par lixiviation ([Td02], [Td05], [Td06]), sous l'action de fortes températures ([Pd02]) ou sur l'effet de la réaction sulfatique interne ([Pd04], [Td07], [Pd05]). Les dispositifs expérimentaux, conçus et développés au sein du LMGC, visent à réaliser des essais de traction directe, de cisaillement direct et de flexion sur des échantillons de taille centimétrique afin de caractériser les propriétés mécaniques (modules et limites élastiques, énergies de rupture, cohésion, angle de frottement à la rupture et post-rupture, etc.) de pâtes de ciment pure pour différents rapports eau/ciment et de l'interface pâte de ciment/granulats. De plus, des essais de caractérisation du comportement mécanique soumis à ces différents types de dégradation à l'échelle macroscopique ont été réalisés ([St02], [St06], [St08], [St09], [St10], [St13]). Actuellement, afin de réussir à faire le lien entre l'échelle locale et l'échelle macroscopique, une échelle intermédiaire dite « mésoscopique » est en cours de développement au sein du laboratoire ([Td06], [Td07]). Il s'agit ici de caractériser le comportement mécanique de grains cylindriques noyés dans une pâte de ciment par l'intermédiaire d'essais expérimentaux de compression et de flexion. Les outils expérimentaux devront permettre de maîtriser le plus fidèlement possible les conditions aux limites, les propriétés mécaniques de chaque matériau et de leurs interfaces ainsi que les dispositions géométriques des granulats au sein de la matrice cimentaire. Cette activité de recherche a également permis d'étudier l'interface entre un sol de type argilite et une pâte de ciment dans le contexte de stockage de déchets radioactifs en géologie profonde ([St14]).

2.2. Collaborations scientifiques

Concernant la thématique de recherche sur les sols non saturés, j'ai établi des étroites collaborations internationales avec :

- **Thème de recherche : transfert d'eau dans les sols arides**
 - o Université Ouaga 1 Professeur Joseph KI-ZERBO (Ouagadougou, Burkina Faso) – Laboratoire de Matériaux et Environnement (LAME) – François Ouédraogo (Enseignant-Chercheur),
- **Thème de recherche : compactage à faibles teneurs en eau d'un sol gonflant**
 - o Université Mouloud Mammeri (Tizi-Ouzou, Algérie) – Faculté de Génie de la Construction Laboratoire Géomatériaux, Environnement et Aménagement – Ali Bouheraoua (Professeur) & Ali Ouguemat (Doctorant).
 - o Université Ouaga 1 Professeur Joseph KI-ZERBO (Ouagadougou, Burkina Faso) – Laboratoire de Matériaux et Environnement – François Ouédraogo (Enseignant-Chercheur).
- **Thème de recherche : renforcement de sols par colonnes ballastées**
 - o Université Cadi Ayyad (Marrakech, Maroc) – Faculté des Sciences et Techniques Semlalia – Laboratoire d'Automatique de l'Environnement et Procédés de Transferts (LAEPT) – Mohamed El Omari (Professeur) & Abdelkhaled Bouziane (Doctorant),
 - o Université de Tunis El Manar – École Nationale d'Ingénieurs de Tunis – Mounir Bouassida (Professeur).
- **Thème de recherche : liquéfaction des sols**
 - o Université Ferhat Abbas (Sétif, Algérie) – Département Génie Civil – Mouloud Mansouri (Professeur),
 - o Université Cadi Ayyad (Marrakech, Maroc) – Faculté des Sciences et Techniques Semlalia – Département Génie Civil – Rachid Bouferra (Professeur) & Mohamed Benjelloun (Doctorant).
- **Thème de recherche : dépollution des sols**
 - o Université Ouaga 1 Professeur Joseph KI-ZERBO (Ouagadougou, Burkina Faso) – Laboratoire de Matériaux et Environnement (LAME) – Samuel Ouoba (Enseignant-Chercheur).

Concernant la thématique de recherche sur les bétons, j'ai concrétisé durablement des partenariats avec :

- **Thème de recherche : dégradation chimique par lixiviation des bétons**
 - o Institut Mines Telecom (Alès, France) – Centre des Matériaux des Mines d'Alès (C2MA) – Éric Garcia Diaz (Professeur), Anne-Sophie Caro (maître-assistant HdR) & Etienne Malachanne (maitre-assistant),
- **Thème de recherche : dégradation thermique et réaction sulfatique interne des bétons**
 - o Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire (Cadarache, France) – Pôle Sûreté Nucléaires- Laboratoire de physique et de thermodynamique des matériaux (LPTM) – Céline Péliou (Ingénieur de recherche).
- **Thème de recherche : interface ciment/argilite**
 - o Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire (Fontenay aux Roses, France) – Pôle Santé et Environnement – Laboratoire d'étude et de recherche sur les transferts et les interactions dans les sous-sols (LETIS) – Medji Néji (Chercheur).

2.3. Responsabilités administratives et collectives

2.3.1. Contrats de Recherche Scientifique

- 2013 – : **Projet « Investigations multi-échelles du vieillissement et de la dégradation du béton »**
Laboratoire MIST / LMGC / IRSN - Contrat Temporaire Étranger
Porteurs : EL YOUSOUFI M.S. et PELISSOU C.
Participants : JAMIN F., EL YOUSOUFI M.S. et PELISSOU C.
Contractuels : MIELNICZUK B. [Pd01], EL BITOURI Y. [Pd02], JEBLI M. [Pd04], TLAIJI T. [Pd05]
Rôle : mise en place de l'expérimentation et modélisation des résultats obtenus
Publications : [A.01], [A.06], [A.08], [A.12]
- 2015 – 2017 : **Projet « Structure de tenségrité légère et déployable pour activités temporaires »**
Maturation initiale M15-302 avec la SATT AxLR du 15/11/2015 au
Porteurs : JAMIN F. (15/11/2015 à 31/12/2017) et AVERSENG J. (01/01/2018 - ...)
Participants : JAMIN F., AVERSENG J., QUIRANT J. et DEVIC S.
Contractuels : AMOURI-VIGAN B.S. [Pd03]
Coût total du projet : 350 000 €
Rôle : conception et vérification de la conformité aux normes et réglementations
Publications : [Bn01], [Bi01]

2.3.2. Laboratoire

- 2017 - : Responsable de l'Opération de Recherche « Couplages » au sein du laboratoire commun Micromécanique et Intégrité des Structures (MIST / LMGC-UM / IRSN)
- 2015 - : Membre suppléant au Conseil de Laboratoire du LMGC
- 2013 – 2016 : Responsable Technique du Grand Plateau Technique pour la Recherche – MGC
- 2010 - : Responsable Scientifique de la Plateforme Expérimental Géomatériaux du LMGC

2.3.3. Membre de comités d'organisation

- 2017 : Journées thématiques AUGC – Vieillissement du béton – approches multi-échelles et couplages multi-physiques, 27-28 avril 2017, Montpellier, France – Chairman de session
- 2015 : GdR MeGe : Milieux granulaires polyphasiques. Capillarité-Cimentation-Érosion, 19-20 mars 2015, Montpellier, France – Chairman de session

2.3.4. Expertises

- Révisions d'articles pour revues internationales : Acta Geophysica, Construction and Building Materials, European Journal of Environmental and Civil Engineering.

2.4. Publications scientifiques

Synthèse :

- 10 articles (+2 under review) dans des revues internationales à comité de lecture,
- 2 articles dans des revues nationales à comité de lecture,
- 1 chapitre d'ouvrage,
- 1 brevet d'invention international et 1 brevet d'invention national,
- 6 conférences internationales avec actes,
- 23 conférences nationales avec actes,
- 14 colloques, symposiums et séminaires sans acte.

2.4.1. Articles dans des revues internationales à comité de lecture

[A.12] JEBLI M., **JAMIN F.**, PELISSOU C., LHOPITAL E., EL YOUSOUFI M.S., Characterization of the expansion due to the Delayed Ettringite Formation at the cement paste-aggregate interface, *Materials and Structures*, submitted November 2019.

[A.11] BOUZIANE A., **JAMIN F.**, EL MANDOUR A., EL OMARI M., BOUASSIDA M., EL YOUSOUFI M.S., Experimental study on a scaled test model of soil reinforced by stone columns, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, submitted December 2018, accepted with minor revision November 2019, accepted January 2020.

[A.10] SALAH N., JEBLI M., MALACHANNE E., **JAMIN F.**, DUBOIS F., CARO A.S., EL YOUSOUFI M.S., GARCIA-DIAZ E., Identification of a cohesive zone model for cement paste-aggregate interface in a shear test, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, June 2019.
<https://doi.org/10.1080/19648189.2019.1623082>

[A.09] MALACHANNE E., JEBLI M., **JAMIN F.**, GARCIA-DIAZ E., EL YOUSOUFI M.S., A cohesive zone model for the characterization of adhesion between cement paste and aggregates, *Construction and Building Materials*, vol.193, December 2018, pp. 64-71.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.188>

[A.08] JEBLI M., **JAMIN F.**, PELISSOU C., MALACHANNE E., GARCIA-DIAZ E., EL YOUSOUFI M.S., Leaching effect on mechanical properties of cement-aggregate interface, *Cement and Concrete Composites*, vol.87, March 2018, Pages 10-19.
<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.11.018>

[A.07] JEBLI M., **JAMIN F.**, MALACHANE E., GARCIA-DIAZ E., EL YOUSOUFI M.S., Experimental Characterization of Mechanical Properties of the Cement-Aggregate Interface in Concrete, *Construction and Building Materials*, vol.161, February 2018, pp. 16-25.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.100>

[A.06] EL BITOURI Y., **JAMIN F.**, PELISSOU C., EL YOUSOUFI M.S., Tensile and shear strength of the cement paste-aggregate interface subjected to high temperature, *Materials and Structures*, December 2017, 50: 234.
<https://doi.org/10.1617/s11527-017-1105-8>

[A.05] KEBRE M.B., CHERBLANC F., OUEDRAOGO F., **JAMIN F.**, NAON B., ZOUGMORE F., BENET J.C., Water flow in soil at low water content: a simple approach to estimate the unsaturated permeability, *European Journal of Soil Science*, vol. 68, Issue 2, March 2017, pp. 167-176.
<http://dx.doi.org/10.1111/ejss.12408>

[A.04] BENET J.-C., **JAMIN F.**, EL YOUSOUFI M.S., Chemical potential of two-component liquid in a porous media: case of an unsaturated soil, *Geomechanics for Energy and the Environment Journal*, vol.9, March 2017, pp. 36-45.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.gete.2016.09.001>

[A.03] EL KORCHI F.Z., **JAMIN F.**, EL OMARI M., EL YOUSOUFI M.S., Collapse phenomena during wetting in granular media, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, Issue 10: AUGC 2015, vol.20, November 2016, pp. 1262-1276.
<http://dx.doi.org/10.1080/19648189.2016.1177602>

[A.02] JEBLI M., JAMIN F., GARCIA-DIAZ E., EL OMARI M., EL YOUSOUFI M.S., Influence of leaching on the local mechanical properties of an aggregate-cement paste composite, *Cement and Concrete Composites*, vol.73, October 2016, pp. 241-250.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.05.001>

[A.01] MIELNICZUK B., JEBLI M., JAMIN F., EL YOUSOUFI M.S., PELISSOU C., MONERIE Y., Characterization of behavior and cracking of a cement paste confined between spherical aggregate particles, *Cement and Concrete Research*, vol.79, January 2016, pp. 235-242.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.09.016>

2.4.2. Articles dans des revues nationales à comité de lecture

[An02] SALAGER S., JAMIN F., EL YOUSOUFI M.S., SAIX C., Influence de la température sur la courbe de rétention d'eau de milieux poreux, *C. R. Mécanique* 334, 2006, pp. 393-398.
<https://doi.org/10.1016/j.crme.2006.05.003>

[An01] JAMIN F., EL YOUSOUFI M.S., SAIX C., Sur le caractère thermo-extensif de la surface de charge d'un sol non saturé, *C. R. Mécanique* 332, 2004, pp. 153-159.
<https://doi.org/10.1016/j.crme.2003.10.007>

2.4.3. Ouvrages – Chapitre d'ouvrages

[Ou01] EL YOUSOUFI M.S., SAIX C., JAMIN F., Thermo-mechanical Behaviour of a Soil. Yield Surface Evolution. Fremond, Michel, Maceri, Franco. *Mechanical Modelling and Computational Issues in Civil Engineering*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2005, pp.123-132.
http://link.springer.com/chapter/10.1007%2F3-540-32399-6_4#page-1

2.4.4. Brevets d'invention

[Bi01] JAMIN F., QUIRANT J., AVERSENG J., DEVIC S., Assembly of foldable tensegrity modules, brevet d'invention international WO2017194775 (A1), 16 Novembre 2017, 47 pages.
<https://worldwide.espacenet.com/>

[Bn01] JAMIN F., QUIRANT J., AVERSENG J., DEVIC S., Assemblage de modules de tenségrité pliables, brevet d'invention national FR3051207 (A1), 17 Novembre 2017, 30 pages.
<https://worldwide.espacenet.com/>

2.4.5. Congrès internationaux avec actes

[Ci06] JEBLI M., JAMIN F., PELISSOU C., GARCIA-DIAZ E., EL YOUSOUFI M.S., Étude expérimentale des propriétés mécaniques de l'interface pâte de ciment-granulat. Conférence Internationale Francophone NoMaD 2018, Novembre 2018, Liège, Belgique.
<https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-01167695/document>

[Ci05] EL KORCHI F.Z., JAMIN F., EL YOUSOUFI M.S., Collapse of granular media subjected to wetting. *Powders and Grains 2017 – 8th International Conference on Micromechanics on Granular Media EPJ Web Conf.* Volume 140, Article 10010, 2017, Montpellier, France.
<https://doi.org/10.1051/epjconf/201714010010>

[Ci04] JEBLI M., JAMIN F., MALACHANE E., GARCIA-DIAZ E., EL YOUSOUFI M.S., An Experimental characterization of mechanical properties of the cement paste aggregate interface in concrete. *Powders and Grains 2017 – 8th International Conference on Micromechanics on Granular Media EPJ Web Conf.* Volume 140, Article 12014, 2017, Montpellier, France.
<https://doi.org/10.1051/epjconf/201714012014>

[Ci03] MALACHANE E., SALGUES M., JEBLI M., JAMIN F., A cohesive zone model for the characterization of the interfacial transition zone (ITS) between cement paste and aggregates. *ECCOMAS Congress 2016, VII European Congress on Computational Methods in Applied Sciences and Engineering*, 5-10 June 2016, Crete Island, Greece.
<https://www.eccomas2016.org/proceedings/pdf/5387.pdf>

[Ci02] JAMIN F., EL YOUSOUFI M.S., SAIX C., Experimentation and modelling of unsaturated soils behaviour in non-isothermal conditions. *3rd International Symposium on Deformation Characteristics of Geomaterials, IS LYON 03*, 22-24 September 2003, Lyon. In "Deformation Characteristics of Geomaterials", Di Benedetto et al (eds.), Balkema, 2003, pp. 1009-1017.

[Ci01] JAMIN F., EL YOUSOUFI M.S., SAIX C., Temperature influence on the yield surface for unsaturated soils. Communication to the 2nd Biot conference on poromechanics, 26-28 August 2002, Grenoble. In "Poromechanics II", Auriault et al. (eds.), Swets and Zeitlinger, Lisse, 2002, pp. 461-466. ISBN 90 5809 394 8.

2.4.6. Congrès nationaux avec actes

[Cn23] LHONNEUR J., GIRBOVEANU A., JAMIN F., PELISSOU C., MONERIE Y., EL YOUSOUFI M.S., Étude statistique de la réponse mécanique lors d'essais de traction directe à l'échelle locale, 14^e Colloque National en Calcul de Structures - CSMA 2019, Mai 2019, Giens, France.

[Cn22] LHONNEUR J., GIRBOVEANU A., JAMIN F., PELISSOU C., MONERIE Y., EL YOUSOUFI M.S., Étude statistique de la réponse mécanique lors d'essais de traction directe à l'échelle locale. Mecamat - Rupture des Matériaux et des Structures, Janvier 2019, Aussois, France.

[Cn21] SALAH N., JEBLI M., MALACHANE E., JAMIN F., DUBOIS F., CARO A.S., Identification d'un modèle de zone cohésive pour la zone de transition interfaciale (ITZ) entre le ciment et les granulats lors d'un essai de cisaillement, Rencontres Universitaires de Génie Civil, 20-24 juin 2018, Saint Etienne, France.

[Cn20] GIRBOVEANU A., JEBLI M., JAMIN F., HUON V., GEORGESCU D., EL YOUSOUFI M.S., Caractérisation expérimentale des propriétés chimio-mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granat par MEB et nano-indentation, Rencontres Universitaires de Génie Civil, 20-24 juin 2018, Saint Etienne, France.

[Cn19] JEBLI M., JAMIN F., PELISSOU C., EL YOUSOUFI M.S., Caractérisation de l'expansion due à la réaction sulfatique interne à l'échelle de l'interphase pâte de ciment-granat, Rencontres Universitaires de Génie Civil, 20-24 juin 2018, Saint Etienne, France.

[Cn18] AVERSENG J., JAMIN F., QUIRANT J., Système de tenségrité déployable et modulaire pour le développement de l'accessibilité, Rencontres Universitaires de Génie Civil, 22-24 Mai 2017, Nantes, France.

[Cn17] JEBLI M., JAMIN F., GARCIA-DIAZ E., EL YOUSOUFI M.S., Caractérisation expérimentale de la résistance au cisaillement de l'interface pâte de ciment-granat, Rencontres Universitaires de Génie Civil, 22-24 Mai 2017, Nantes, France.

[Cn16] EL KORCHI F.Z., JAMIN F., EL YOUSOUFI M.S., Étude expérimentale à l'échelle locale de la coalescence de ponts capillaires dans les sols granulaires, Rencontres Universitaires de Génie Civil, 22-24 Mai 2017, Nantes, France.

[Cn15] JAMIN F., AVERSENG J., QUIRANT J., AMOURI-VIGAN B.S., La mer accessible à tous : les systèmes de tenségrité déployables au service de l'autonomie. Handicap 2016, 8-10 Juin 2016, Paris, France.

[Cn14] EL KORCHI F.Z., JAMIN F., LAKHAL L., EL OMARI M., EL YOUSOUFI M.S., Comportement hydromécanique des milieux granulaires fins au cours de l'imbibition, 1^{er} Congrès International sur les Ingénieries Civile, Mécanique et Électrique pour l'Énergie, 16-19 Novembre 2015, Marrakech, Morocco.

[Cn13] JEBLI M., JAMIN F., EL OMARI M., GARCIA-DIAZ E., EL YOUSOUFI M.S., Comportement chimio-mécanique du béton lixivié à l'échelle locale, 1^{er} Congrès International sur les Ingénieries Civile, Mécanique et Électrique pour l'Énergie, 16-19 Novembre 2015, Marrakech, Morocco.

[Cn12] AVERSENG J., JAMIN F., QUIRANT J., Les systèmes de tenségrité déployables : application à l'accessibilité de la baignade en mer, Rencontres Universitaires de Génie Civil, 27-29 Mai 2015, Bayonne, France.

[Cn11] JEBLI M., MIELNICZUK B., JAMIN F., PELISSOU C., EL YOUSOUFI M.S., Étude expérimentale de la lixiviation du béton à l'échelle de l'interface pâte de ciment-granulats, Rencontres Universitaires de Génie Civil, 27-29 Mai 2015, Bayonne, France.

[Cn10] EL KORCHI F.Z., JAMIN F., EL YOUSOUFI M.S., Processus d'effondrement d'origine hydrique dans les milieux granulaires, Rencontres Universitaires de Génie Civil, 27-29 Mai 2015, Bayonne, France.

[Cn09] JEBLI M., JAMIN F., EL YOUSOUFI M.S., EL OMARI M., EL MANDOUR A., Comportement mécanique du béton dégradé à l'échelle de l'interface ciment-granulats, 12^{ème} Congrès de Mécanique, 21-24 Avril 2015, Casablanca, Morocco.

[Cn08] EL KORCHI F.Z., **JAMIN F.**, LAKHAL L., EL OMARI M., EL YOUSOUFI M.S., Effondrement de milieux granulaires lors de l'imbibition d'eau, 12^{ème} Congrès de Mécanique, 21-24 Avril 2015, Casablanca, Morocco.

[Cn07] EL KORCHI F.Z., **JAMIN F.**, LAKHAL L., EL OMARI M., EL YOUSOUFI M.S., Effect of water on granular matter mechanics, macroscopic scale: Collapse of granular media during wetting, Alert Workshop, 29 September – 1^{er} October 2014, Aussois, France.

[Cn06] **JAMIN F.**, CAMPAGNE C., La plateforme technique « Le Bâtim'Handicap » : Formation, sensibilisation et recherche appliquée dans le cadre bâti. Handicap 2014, 11-13 Juin 2014, Paris, France.

[Cn05] **JAMIN F.**, BONNEVILLE G., CAMPAGNE C., AVERSENG J., COMPANY O., FIOL T., LEFEBVRE H., Conception et réalisation d'une plateforme technique « logement témoin accessible », 2^{ème} Congrès National de la Recherche en IUT, 12-14 Juin 2013, Corte, France.

[Cn04] **JAMIN F.**, EL YOUSOUFI M.S., Temperature influence on the water transport in the unsaturated soils, Alert Workshop, 3-5 October 2011, Aussois, France.

[Cn03] SALAGER S., **JAMIN F.**, EL YOUSOUFI M.S., SAIX C., Étude expérimentale du coefficient relatif de perméabilité d'un sol non saturé, communication aux 7^{èmes} journées d'Étude sur les Milieux Poreux, Octobre 2005, Bordeaux, France.

[Cn02] SALAGER S., **JAMIN F.**, EL YOUSOUFI M.S., SAIX C., Caractérisation thermo- hydrique de milieux poreux partiellement saturés d'eau, Communication au 17^{ème} Congrès Français de Mécanique, 29 Août - 2 Septembre 2005, Troyes, France. CD-ROM.

[Cn01] EL YOUSOUFI M.S., **JAMIN F.**, SAIX C., Retrait et transport d'eau dans une argile plastique de la saturation à l'état sec, Communication aux 27^{èmes} Journées Scientifiques du GFHN "Milieux poreux déformables", 26-27 novembre 2002, Vandœuvre-lès-Nancy, France.

2.4.7. Colloques, symposiums et séminaires sans acte

[Cs14] BOUZIANE A., **JAMIN F.**, EL MANDOUR A., EL OMARI M., EL YOUSOUFI M.S., Analysis of the behavior of compressible soils reinforced by stone columns – an experimental laboratory study. International Conference on Civil Engineering and Materials 2017 (ICCEM'2017), 11-12 may 2017, Al Hoceima, Morocco.

[Cs13] JEBLI M., **JAMIN F.**, GARCIA-DIAZ E., EL YOUSOUFI M.S., Étude expérimentale de la lixiviation de l'interphase pâte de ciment - granulats. Journées thématiques AUGC – Vieillessement du béton : approches multi-échelles et couplages multi-physiques, 27-28 avril 2017, Montpellier, France.

[Cs12] **JAMIN F.**, Bâtim'Handicap, plateforme de mise en situation de handicap. Les matinales de Nîmes Métropole - Les plateformes et équipements technologiques sur Nîmes Métropole, 18 mars 2016, Nîmes, France.

[Cs11] JEBLI M., **JAMIN F.**, EL YOUSOUFI M.S., EL OMARI M., GARCIA-DIAZ E., Effect of leaching on the local mechanical properties of aggregates-ciment paste. Workshop MIST : Friction, Fracture, Failure, 12-15 october 2015, Montpellier, France.

[Cs10] EL YOUSOUFI M.S., **JAMIN F.**, HUECKEL T., Variations de volumes et rupture lors de déshydratation d'une argile. GdR MeGe : Couplages Multi-Physiques et Multi-Echelles en Mécanique Géo-Environnementale, 22-24 juin 2015, La Rochelle, France.

[Cs09] OUGUEMAT A., **JAMIN F.**, EL YOUSOUFI M.S., Compactage à faible teneur en eau de sols de remblais. GdR MeGe : Milieux granulaires polyphasiques. Capillarité-Cimentation- Érosion, 19-20 mars 2015, Montpellier, France.

[Cs08] JEBLI M., **JAMIN F.**, EL YOUSOUFI M.S., GARCIA-DIAZ E., Etude expérimentale de la lixiviation des matériaux cimentaires à l'échelle de l'interface ciment granulats. GdR MeGe : Milieux granulaires polyphasiques. Capillarité-Cimentation-Érosion, 19-20 mars 2015, Montpellier, France.

[Cs07] EL KORCHI F.Z., **JAMIN F.**, EL YOUSOUFI M.S., Processus d'effondrement d'origine hydrique dans les milieux granulaires. GdR MeGe : Milieux granulaires polyphasiques. Capillarité-Cimentation-Érosion, 19-20 mars 2015, Montpellier, France.

[Cs06] **JAMIN F.**, Le Bâtim'Handicap. 5^{ème} forum sur le handicap : Handicap et Nouvelles Technologies, 28 novembre 2014, Nîmes, France.

[Cs05] JAMIN F., AVERSENG J., QUIRANT J., La Mer pour Tous. 5^{ème} forum sur le handicap : Handicap et Nouvelles Technologies, 28 novembre 2014, Nîmes, France.

[Cs04] MIELNICZUK B., EL YOUSOUFI M.S., JAMIN F., PELISSOU C., Apport de l'imagerie dans l'étude de l'interface ciment-granulats. Techniques d'Imagerie pour la Caractérisation des Matériaux et des Structures du Génie Civil, 20-21 mars 2014, Clermont Ferrand, France.

[Cs03] JAMIN F., L'accessibilité au logement. DREAL – Bâtiments Durables, 5 juin 2014, Montpellier, France.

[Cs02] JAMIN F., LAURENT C., Les plateformes « longévité » sur Nîmes Métropole. Les matinales de Nîmes Métropole - La " Silver economy ", une priorité nationale : " bien vieillir chez soi ", un moteur de développement économique, 29 novembre 2013, Nîmes, France.

[Cs01] JAMIN F., La plateforme « logement accessible ». Journée de l'accessibilité, 22 novembre 2012, Nîmes, France.

2.4.8. Mémoires

[M02] JAMIN F., Contribution à l'étude du transport de matière et de la rhéologie dans les sols non saturés à différentes températures, Thèse de Doctorat de l'Université Montpellier 2, dir. C. Saix, M.S. El Youssoufi, 2003, 299 pages.

[M01] JAMIN F., Modélisation de la stabilité des berges fluviales, Mémoire de DEA du Laboratoire de Génie Civil de Nantes – Saint Nazaire, resp. A. Khalifa, 2000, 130 pages.

2.5. Encadrements scientifiques

Synthèse :

- 5 encadrements de post-doctorat,
- 8 encadrements de thèse de Doctorat dont 3 soutenues et 5 en cours,
- 14 encadrements de stage de Master 2 Recherche.

2.5.1. Post-doctorats

[Pd05] TLAIJI Tala, 02/05/2019 – ... Taux d'encadrement : 30%
Financement : Contrat Temporaire Étranger - Institut de Radioprotection et Sureté Nucléaire
Titre : Vieillissement des bétons des installations de sûreté : études expérimentales multi-échelles de la pathologie RSI.
Responsable : EL YOUSOUFI M.S.
Encadrants : JAMIN F. (30%), EL YOUSOUFI M.S. (50%) et PELISSOU C. (20%)
Publications : [-]

[Pd04] JEBLI Mouad, 01/02/2017 – 30/07/2018 Taux d'encadrement : 30%
Financement : Contrat Temporaire Étranger - Institut de Radioprotection et Sureté Nucléaire
Titre : Investigations multi-échelle du vieillissement du béton atteint de la réaction sulfatique interne.
Responsable : EL YOUSOUFI M.S.
Encadrants : JAMIN F. (30%), EL YOUSOUFI M.S. (50%) et PELISSOU C. (20%)
Publications : [A.12]

[Pd03] AMOURI-VIGAN Badra Sarah, 04/04/2016 – 04/04/2017 Taux d'encadrement : 40%
Financement : Contrat SATT AxLR M15-302 JAMIN
Titre : Structure de tenségrité pour activités temporaires
Responsable : JAMIN F.
Encadrants : JAMIN F. (40%), AVERSENG J. (40%) et IVALDI P. (20%)
Publications : [Bi01] et [Bn01]

[Pd02] EL BITOURI Youssef, 01/02/2015 – 31/05/2016. Taux d'encadrement : 30%
Financement : Contrat Temporaire Étranger - Institut de Radioprotection et Sureté Nucléaire
Titre : Investigations multi-échelles du vieillissement du béton sous sollicitations thermiques.
Responsable : EL YOUSOUFI M.S.
Encadrants : JAMIN F. (30%), EL YOUSOUFI M.S. (50%) et PELISSOU C. (20%)
Publications : [A.06]

[Pd01] MIELNICZUK Boleslaw, 01/01/2013 – 31/12/2014. Taux d'encadrement : 30%
Financement : Contrat Temporaire Étranger - Institut de Radioprotection et Sureté Nucléaire
Titre : Caractérisation du comportement et de la rupture du béton à l'échelle de l'interface ciment-granulats
Responsable : EL YOUSOUFI M.S.
Encadrants : JAMIN F. (30%), EL YOUSOUFI M.S. (50%) et PELISSOU C. (20%)
Publications : [A.01]

2.5.2. Thèses de doctorat

- [Td08] BENJELLOUN Mohamed (*)**, 30/11/2018 – Taux d'encadrement : 20%
Financement : Bourse d'excellence CNRST - Maroc
Sujet : Renforcement des sols liquéfiables par des granulats de caoutchouc
Directeurs de thèse : IBOUH H. (50%)
Co-encadrants : BOUFERRA R. (30%) et JAMIN F. (20%)
Période de stage au LMGC : du 11/06/2018 au 27/07/2018, du 14/01/2019 au 29/03/2019 et du 05/05/2019 au 19/07/2019 – soit 5 mois.
Publications : -
- [Td07] LHONNEUR Joffrey**, 21/11/2017 – Taux d'encadrement : 20%
Financement : TAF Institut de Radioprotection et Sureté Nucléaire
Sujet : Approche par changement d'échelles du vieillissement des bétons. Expérimentations et simulations numériques
Directeurs de thèse : EL YOUSOUFI M.S. (30%) et MONERIE Y. (30%)
Co-encadrants : PELISSOU C. (20%) et JAMIN F. (20%)
Publications : -
- [Td06] SALAH Nesrine**, 30/09/2017 – Taux d'encadrement : 20%
Financement : Institut Mines Telecom - École des Mines d'Alès
Sujet : Modélisation du comportement mécanique des bétons avec prise en compte des propriétés interfaciales : influence du durcissement et de la lixiviation
Directeurs de thèse : EL YOUSOUFI M.S. (30%) et CARO A.S. (30%) – Co-direction
Co-encadrants : MALACHANE E. (20%) et JAMIN F. (20%)
Publications : [A.10]
- [Td05] GIRBOVEANU Andrei Sorim**, 01/10/2016 – Taux d'encadrement : 20%
Financement : Erasmus et Institut Français de Roumanie
Sujet : Approche multi-échelle de la dégradation chimique de matériaux cimentaires – Application à la durabilité des ouvrages en béton
Directeurs de thèse : EL YOUSOUFI M.S. (30%) et GEORGESCU D.P. (30%) – Co-tutelle
Co-encadrants : HUON V. (20%) et JAMIN F. (20%)
Publications : -
- [Td04] BOUZIANE Abdelkhalek (*)**, 06/01/2014 – Taux d'encadrement : 20%
Financement : Ministère d'enseignement supérieur au Maroc
Sujet : Renforcement par colonnes ballastées de sols compressibles – Expérimentation et simulations DEM
Directeurs de thèse : EL YOUSOUFI M.S. (30%) et EL OMARI M. (30%) – Co-direction
Co-encadrants : JAMIN F. (20%) et BOUASSIDA M. (20%)
Période de stage au LMGC : du 09/09/2015 au 30/05/2016 – soit 9 mois.
Publications : [A.11]
- [Td03] OUGEMAT Ali (*)**, 01/10/2007 – 30/10/2019 Taux d'encadrement : 20%
Financement : -
Sujet : Comportement hydromécanique des sols argileux : Application aux ouvrages géotechniques.
Directeurs de thèse : BOUHERAOUA A. (50%) et EL YOUSOUFI M.S. (30%) – Co-direction
Co-encadrants : JAMIN F. (20%)
Période de stage au LMGC : du 18/12/2012 au 17/01/2013, du 09/10/2013 au 08/12/2013 et du 01/10/2014 au 31/03/2016 – soit 21 mois.
Publications : 1 article en cours de rédaction
Situation actuelle : Enseignant de l'Université Mouloud MAMMARI de TIZI-OUZOU (Algérie)
- [Td02] JEBLI Mouad**, 01/09/2013 – 30/11/2016 Taux d'encadrement : 40%
Financement : Ministère d'enseignement supérieur au Maroc et École des Mines d'Alès
Sujet : Caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granat : application à la lixiviation
Directeurs de thèse : EL YOUSOUFI M.S. (40%) et GARCIA DIAZ E. (20%) - Co-direction
Co-encadrants : JAMIN F. (40%)
Publications : [A.10], [A.09], [A.08], [A.07], [A.02], [A.01]
Situation actuelle : ATER département Génie Civil Construction Durable / IUT de Nîmes

[Td01] EL KORCHI Fatima, 10/12/2013 – 12/07/2017

Taux d'encadrement : 30%

Financement : Centre National pour le Recherche Scientifique et Technique du Maroc et LabEx NUMEV

Sujet : Approche expérimentale multi-échelle de l'effondrement capillaire de sols granulaires

Directeurs de thèse : EL YOUSOUFI M.S. (50%) et EL OMARI M. (20%) - Co-tutelle

Co-encadrants : JAMIN F. (30%)

Publications : [A.03]

Situation actuelle : Enseignante vacataire rectorat

(*) étudiant(e)s non inscrit(e)s en thèse au sein l'Université de Montpellier

2.5.3. Stade de Master 2 Recherche

[St14] GBEWADE Coffi Fabrice, 01/02/2019 au 31/07/2019 Taux d'encadrement : 50%
Université de Lorraine (Metz, France) – Master 2 Recherche Comportement Mécanique des Géomatériaux et Structures.

Titre : Étude expérimentale de l'évolution du comportement mécanique de l'interface argilite/ciment.

Responsable de stage : JAMIN F.

Encadrants : JAMIN F. (50%), NEJI M. (20%), PELISSOU C. (20%) et EL YOUSOUFI M.S. (10%)

[St13] ALILI Ahmed Lamine, 06/02/2017 au 07/07/2017 Taux d'encadrement : 80%
Université de Lorraine (Metz, France) – Master 2 Recherche Construction, Aménagement, Management.

Titre : Étude des conditions et du temps caractéristique de dégradation par la RSI de matériaux cimentaires au laboratoire à différentes échelles (locale et Volume Élémentaire Représentatif).

Responsable de stage : JAMIN F.

Encadrants : JAMIN F. (80%), PELISSOU C. (10%) et EL YOUSOUFI M.S. (10%)

[St12] DIALLO Salmata, 05/04/2017 au 03/10/2017 Taux d'encadrement : 80%
Université Ouaga 1 Professeur Joseph KI-ZERBO (Ouagadougou, Burkina Faso) – Master 2 Recherche Eau-Énergie-Environnement.

Titre : Étude expérimentale des propriétés d'une solution aqueuse dans un sol.

Responsable de stage : EL YOUSOUFI M.S.

Encadrants : JAMIN F. (80%) et EL YOUSOUFI M.S. (20%)

[St11] BOUCHENINE Salma, 01/03/2016 au 30/06/2016 Taux d'encadrement : 40%
Université Ferhat Abbas Sétif 1 (Sétif, Algérie) – Master 2 Recherche Génie Civil option Structures.

Titre : Étude expérimentale au laboratoire de la liquéfaction des matériaux granulaires

Responsable de stage : EL YOUSOUFI M.S.

Encadrants : JAMIN F. (40%), AVERSENG J. (40%) et EL YOUSOUFI M.S. (20%)

[St10] NGUYEN Kim Quyen, 15/02/2016 au 15/07/2016 Taux d'encadrement : 80%
Institut National des Sciences Appliquées (Toulouse, France) – Master 2 Recherche Génie Civil, Matériaux, Structures.

Titre : Caractérisation mécanique de la dégradation chimique du béton par lixiviation à l'échelle de Volume Élémentaire Représentatif.

Responsable de stage : EL YOUSOUFI M.S.

Encadrants : JAMIN F. (80%) et EL YOUSOUFI M.S. (20%)

[St09] PHAN Manh Duc Huy, 15/02/2016 au 15/07/2016 Taux d'encadrement : 80%
Université de Bordeaux (Bordeaux, France) – Master 2 Recherche Mécanique et Ingénieries spécialité Génie Civil, Architecture et construction.

Titre : Identification et caractérisation de la dégradation du béton sous sollicitations thermiques à l'échelle du Volume Élémentaire Représentatif.

Responsable de stage : EL YOUSOUFI M.S.

Encadrants : JAMIN F. (80%), PELISSOU C. (10%) et EL YOUSOUFI M.S. (10%)

[St08] GIRBOVEANU Andréi Sorim, 21/02/2016 au 19/06/2016 Taux d'encadrement : 80%
Université Technique de Construction de Bucarest (Bucarest, Roumanie) – Master 2 Recherche Génie Civil, Structures.

Titre : Caractérisation mécanique de la dégradation chimique par lixiviation à l'échelle de l'éprouvette et de la structure.

Responsable de stage : BENOIT J.M.

Encadrants : JAMIN F. (80%), EL YOUSOUFI M.S. (10%) et BENOIT J.M. (10%)

[St07] DUPONT Eliot, 01/03/2016 au 31/07/2016 Taux d'encadrement : 40%
Polytech' (Montpellier, France) – 3^{ème} année cycle ingénieur.

Titre : Conception et développement de structures de tenségrité légère et déployable.

Responsable de stage : IVALDI P.

Encadrants : JAMIN F. (40%), AVERSENG J. (40%) et IVALDI P. (20%)

[St06] MEZOUAR Mohamed, 01/04/2015 au 31/07/2015 Taux d'encadrement : 80%
Université de Lille 1 (Lille, France) – Master 2 Recherche Génie Civil.

Titre : Étude d'un comportement d'un calcaire et d'une pâte de ciment soumis à une dégradation chimique et/ou thermique : campagne d'essais de caractérisation

Responsable de stage : JAMIN F.

Encadrants : JAMIN F. (80%) et EL YOUSOUFI M.S. (20%)

- [St05] SEELEUTHNER Thibaud**, 01/02/2015 au 31/07/2015 Taux d'encadrement : 100%
 Université de Montpellier (Montpellier, France) – Master 2 Recherche Énergie.
 Titre : Contraste visuel : études physiques par caméra vidéo-luminancemètre P32F
 Responsable de stage : JAMIN F.
 Encadrants : JAMIN F. (100%)
- [St04] GARGAR Youssef**, 01/02/2013 au 31/07/2013 Taux d'encadrement : 60%
 Université Cadi Ayyad (Marrakech, Maroc) – Master 2 ICP-BTP.
 Titre : Comportement des colonnes ballastées par modèle macroscopique en laboratoire
 Responsable de stage : EL YOUSSEOUFI M.S.
 Encadrants : JAMIN F. (60%), EL OMARI M. (10%) et EL YOUSSEOUFI M.S. (30%)
- [St03] LAAOUATNI Amine**, 01/02/2013 au 31/07/2013 Taux d'encadrement : 60%
 Université Cadi Ayyad (Marrakech, Maroc) – Master 2 ICP-BTP.
 Titre : Comportement mécanique des milieux granulaires : cohésion par capillarité, cristallisation et cimentation
 Responsable de stage : EL YOUSSEOUFI M.S.
 Encadrants : JAMIN F. (60%), EL OMARI M. (10%) et EL YOUSSEOUFI M.S. (30%)
- [St02] JEBLI Mouad**, 01/02/2012 au 31/07/2012 Taux d'encadrement : 60%
 Université Cadi Ayyad (Marrakech, Maroc) – Master 2 ICP-BTP.
 Titre : Étude expérimentale du comportement mécanique des milieux granulaires à matrice cimentaire
 Responsable de stage : EL YOUSSEOUFI M.S.
 Encadrants : JAMIN F. (60%), EL OMARI M. (10%) et EL YOUSSEOUFI M.S. (30%)
- [St01] EL KORCHI Fatima**, 01/02/2012 au 31/07/2012 Taux d'encadrement : 60%
 Université Cadi Ayyad (Marrakech, Maroc) – Master 2 ICP-BTP.
 Titre : Étude expérimentale du comportement hydromécanique des milieux granulaires : effet de la saturation
 Responsable de stage : EL YOUSSEOUFI M.S.
 Encadrants : JAMIN F. (60%), EL OMARI M. (10%) et EL YOUSSEOUFI M.S. (30%)

3. Activités d'enseignement et de formation

Mes activités d'enseignement s'effectuent principalement dans la formation du DUT Génie Civil de l'IUT de Nîmes au sein des modules de Physique, Confort & Énergétique (Hydraulique, Plomberie/VMC, Éclairage, Acoustique) ainsi que de MatériauX & Géotechnique (Géotechnique de base, Géotechnique pour le Technicien et Géotechnique Avancée pour le Technicien). Grâce à mon expérience en qualité d'ingénieur en contrôle technique des constructions de janvier 2005 à août 2010, j'interviens également dans des Licences Professionnelles (Contrôle et Expertise en Bâtiment, Gestion Technique du Patrimoine Immobilier et Social, Acoustique et Environnement Sonore) pour enseigner de manière plus approfondie des modules tels que la Sécurité Incendie des Bâtiments, l'Accessibilité des Personnes Handicapées et l'Acoustique du Bâtiment. Je participe parallèlement aux formations de Polytech' (Eau et Génie Civil) et de Master Recherche de Mécanique (Modélisation et Simulation Mécanique).

3.1. Interventions pédagogiques

L'ensemble de mes interventions est résumé dans le Tableau 1 ci-après.

Périodes	Modules d'enseignement	Formations
2010 – 2013	PCE4 – Électricité	1 ^{ère} Année DUT Génie Civil
2010 – 2015	MTU – Méthodes de Travail Universitaire	1 ^{ère} Année DUT Génie Civil
2010 – 2015	PCE2 – Hydraulique	1 ^{ère} Année DUT Génie Civil
2010 – 2017	PCE1 – Plomberie / VMC	1 ^{ère} Année DUT Génie Civil
2013 –	PCE3 – Éclairage / Acoustique	1 ^{ère} Année DUT Génie Civil
2013 –	EDC – Étude de cas	2 ^{ème} Année DUT Génie Civil
2017 –	MXG4 – Base de la Géotechnique	2 ^{ème} Année DUT Génie Civil
2017 –	MXG5 – Géotechnique pour le Technicien	2 ^{ème} Année DUT Génie Civil
2017 –	MXG6 – Géotechnique Avancée pour le Technicien	2 ^{ème} Année DUT Génie Civil
2010 – 2013	Incendie / Accessibilité / Comportement des Structures	LP CEB
2010 –	Incendie / Accessibilité	LP GTPIS
2014 –	Acoustique du bâtiment	LP Acoustique et Environnement
2014 – 2018	Géotechnique 1 & 2	EGC Polytech' Montpellier
2015 –	Matériaux et Structures du Génie Civil - Géomatériaux	Master 2 Recherche Mécanique

Tableau 1– Bilan des interventions pédagogiques.

Le Tableau 1.1 précise le volume horaire effectué année par année depuis ma nomination en qualité de Maître de Conférences au sein de l'Université de Montpellier.

Année	Cours (heures)	TD ¹ (heures)	TP ² (heures)	Total (equ. TD)
2010 – 2011	6	42	77	128
2011 – 2012	68	160	140	355
2012 – 2013	112	156	78	376
2013 – 2014	62	189	97	347
2014 – 2015	76	224	107	409
2015 – 2016	60	206	62	349
2016 – 2017	65	267	90	443
2017 – 2018	57	188	192	422
2018 – 2019	47	160	178	367

¹ Les heures de TD mentionnées comprennent le présentiel et le suivi de projets d'étudiants en Licence Professionnelle et en École d'Ingénieur par apprentissage (15 heures equ. TD par étudiant et par an).

² Les heures de TP mentionnées comprennent le suivi des Projets de Fin d'Études proposés aux étudiants de DUT Génie Civil (9 heures TP par étudiant).

Tableau 2– Volume horaire d'enseignement par an.

Depuis 2016, j'ai également participé au suivi d'apprentis ingénieurs durant leurs 3 années de formation et d'apprentis sur un an de niveau Licence Professionnelle.

3.2. Responsabilités pédagogiques et para-pédagogiques

Ma contribution en termes de charges administratives au sein du département Génie Civil (Tableau 3) porte sur les responsabilités telles que :

Périodes	Responsabilités	Établissement
2012 –	Responsable du Living Lab « Bâtim’Handicap »	Département Génie Civil
2013 – 2017	Responsable du Projet « Mer pour Tous »	Département Génie Civil
2017 –	Responsable du laboratoire de Géotechnique	Département Génie Civil
2017 –	Responsable du pôle MatériauX et Géotechnique (MXG)	Département Génie Civil
2018 –	Responsable des stages du DUT Génie Civil (1 ^{ère} et 2 ^{ème} années)	Département Génie Civil

Tableau 3– Bilan des responsabilités pédagogiques et para-pédagogiques.

3.2.1. Projets Accessibilité du cadre bâti

A partir de 2012, j’ai souhaité participer activement aux développements de moyens, d’outils et de matériels pédagogiques au sein de mon département d’affectation d’enseignement. Dans ce cadre, j’ai contribué à l’élaboration de projets pédagogiques tels que :

- la journée de l’accessibilité du département Génie Civil, séminaire annuel donné aux étudiants de 2^{ème} année du DUT Génie Civil avec des associations de personnes handicapées (APF, FAF, etc.),
- le « Bâtim’Handicap », un Living Learning Lab permettant la mise en situation de handicap qui a été inauguré en novembre 2016 en présence de la présidence de l’Université de Montpellier,
- la « mer pour tous », une structure déployable de tenségrité pour l’accessibilité à la mer pour tous qui a obtenu le soutien financier et humain de la SATT AxLR,
- le réaménagement des cheminements extérieurs de l’IUT de Nîmes dans le cadre de l’Ad’Ap (Agenda d’Accessibilité programmée).

Pour les projets « Bâtim’Handicap », « mer pour tous » et « réaménagement des cheminements extérieurs de l’IUT de Nîmes », ces actions ont permis de participer à plusieurs concours nationaux où le département Génie Civil a été récompensé par 7 distinctions :

- 3 prix étudiants pour le projet « Bâtim’Handicap »,
- 1 prix étudiants et 2 prix professionnels pour le projet « mer pour tous »,
- 1 prix étudiants pour le projet « réaménagement extérieur de l’IUT de Nîmes ».

Références :

AVERSENG J., JAMIN F., QUIRANT J., Réalisation d’un ascenseur à eau autonome pour l’accès à la mer pour tous, Appel à projets pour le Développement Durable de Nîmes Métropole, juillet 2017, Nîmes, France – Prix de 10 000 €

JAMIN F., AVERSENG J., QUIRANT J., La mer pour tous, Challenge Handicap et Technologie 2016, mai 2016, Metz, France – Prix Étudiants « Défi Citoyenneté ».

JAMIN F., AVERSENG J., QUIRANT J., Réalisation d’un prototype pour un accès à la mer pour tous, Appel à projets pour le Développement Durable de Nîmes Métropole, octobre 2015, Nîmes, France – Prix de 5 000 €

DENHEZ C., JAMIN F., CAMPAGNE C., L’IUT de Nîmes se rénove, 6^{ème} Challenge Construction Durable, mai 2015, La Rochelle, France – Prix Étudiants « Défi 1 : amélioration des aménagements, transports, déplacement à l’échelle du campus ».

JAMIN F., CAMPAGNE C., DENHEZ C., La plateforme technique « le Bâtim’Handicap », Challenge Handicap et Technologie 2014, mai 2014, Lille, France – Prix Étudiants « Domotique ».

JAMIN F., CAMPAGNE C., DENHEZ C., Conception et réalisation d’une plateforme technique « logement accessible », Handi-Friends 2013, juin 2013, Paris, France – Prix Étudiants « Handi-sensibilisation ».

JAMIN F., CAMPAGNE C., DENHEZ C., Conception et réalisation d’une plateforme technique « logement accessible », Handi-Friends 2013, juin 2013, Paris, France – Prix Étudiants « Coup de cœur du Public ».

Plusieurs communications dans des journaux locaux (Midi Libre, La Voix du Nord), des émissions radiophoniques (NRJ, IDFM, VivreFM) et un reportage télévisuel (France 3 Occitanie) ont été diffusés au grand public.

Références :

La mer pour tous, **NRJ Nîmes**, 12 juin 2017.

Les Living Labs, **France 3 Occitanie 9h50**, 2 mars 2017.

Handicap : l'IUT construit un appartement témoin, **Midi Libre**, 22 novembre 2016.

L'IUT de Nîmes et l'École des Mines d'Alès sont associés à un projet de ponton prolongé par un fauteuil de mise à l'eau, **Midi Libre**, 10 juillet 2014.

Lille : remise des trophées du challenge Handicap et Technologie, **La Voix du Nord**, 1^{er} juin 2014.

L'ISEN développe la créativité au profit du Handicap, **La Voix du Nord**, 26 mai 2014.

Des étudiants planchent sur un « Bâtim'Handicap », **Midi Libre**, 13 février 2014.

Le Bâtim'Handicap, **VivreFM**, 2 septembre 2013.

Le Bâtim'Handicap, **IDFM**, 21 juin 2013.

3.2.2. Laboratoires d'acoustique et de géotechnique

Mes prises de responsabilité concernant la gestion du laboratoire de Géotechnique et la coordination du pôle MatériauX & Géotechnique m'ont incité à développer d'étroites collaborations avec les entreprises spécialisées dans les études géotechniques. J'ai eu l'opportunité de rencontrer différents acteurs dans cette branche d'activité du génie civil. Ainsi, j'ai pu valider le recrutement de vacataires professionnels pour dispenser les cours et les bureaux d'études aux étudiants de 2^{ème} année de DUT qui apprécient énormément l'intervention de ces spécialistes.

De plus, suite à la volonté de la direction du département Génie Civil de moderniser les équipements et de regrouper les salles dédiées au Travaux Pratiques dans les halles, j'ai été nommé responsable de :

- la rénovation des salles dédiées aux TP Éclairage et Acoustique,
- la conception de l'aménagement des salles dédiées aux TP Géotechnique et aux TP Bois, projet en cours de conception (dossier d'autorisation de travaux et phase DCE) dont les travaux sont prévus pour l'été 2020,
- la conception et la réalisation de nouveaux TP Géotechnique in-situ comme l'essai à la plaque ou les essais d'infiltration d'eau.

3.2.3. Stages de DUT Génie Civil

Concernant la gestion des stages des étudiants en DUT Génie Civil, j'ai contribué à :

- la création d'une liste de diffusion pour les stages sous le nom iutn-gc-stages@umontpellier.fr permettant au responsable des stages et au secrétariat de recevoir tous les envois étudiants/entreprises tels que fiche d'acceptation de stage, convention de stage, fiche d'évaluation des entreprises, offres de stage, etc.,
- l'amélioration de la fiche d'acceptation de stage en y demandant l'apposition obligatoire du cachet de l'entreprise et de la signature du responsable afin de valider la proposition de stage,
- l'amélioration de la fiche d'évaluation des entreprises dont les éléments sont désormais pris en compte dans l'évaluation de la note finale de stage,
- la réception des rapports et des soutenances de stage des étudiants en utilisant l'outil Moodle disponible sur l'ENT de l'Université de Montpellier,
- la diffusion aux enseignants des rapports et des soutenances de stage des étudiants sur le serveur du département Génie Civil,
- la conception et le développement d'un logiciel de gestion des stages permettant de faire un suivi administratif intégré au logiciel de notes et améliorant la diffusion de l'état d'avancement des dossiers aux étudiants avec notamment l'envoi automatique de mails personnalisés.

Un des principaux objectifs visés dans cette fonction de responsable des stages a été de mettre en place de façon systématique la dématérialisation des documents afin de limiter notre impact sur la consommation de papier.

3.3. Synergie recherche / enseignement

La décentralisation de la composante d'enseignement (IUT de Nîmes) par rapport à la composante de recherche (LMGC de l'Université de Montpellier) peut paraître comme un frein à l'avancement de la recherche académique. Néanmoins, mon expérience en qualité d'ingénieur en contrôle technique des constructions m'a permis de développer une activité de recherche appliquée sur l'accessibilité des personnes handicapées. L'idée originelle est, d'une part, de sensibiliser les étudiants aux problèmes rencontrés par les personnes handicapées dans l'environnement et au sein des bâtiments et, d'autre part, de bénéficier du vivier d'étudiants pour participer à une recherche technologique pouvant résoudre des défis sociétaux. Dans ce cadre, deux projets ont vu le jour :

- le « Bâtim'Handicap » ([Cn05], [Cn06]) qui permet de faire des simulations de mise en situation de handicap (Living/Learning Lab) ainsi qu'une recherche appliquée sur le contraste visuel ([St05]),

<https://www.youtube.com/watch?v=tFkS4wvzthY&feature=youtu.be>

- la « mer pour tous » qui vise à offrir un accès à la baignade en toute autonomie aux personnes à mobilité réduite ([Cn12], [Cn15], [Cn18]), est issue d'une recherche académique sur les structures de tensegrité pour des applications industrielles ([Pd03], [St07]). Cette recherche a permis de développer une structure légère, pliable et dépliable permettant de construire rapidement des passerelles, pontons ou espaces scéniques ([Bi01], [Bn01]).

<https://vimeo.com/207114156>

Si cette particularité géographique (Montpellier / Nîmes) dans mes conditions d'exercice de ma fonction de Maître de Conférences a permis le développement de ce transfert technologique, l'ensemble de mes activités pédagogiques et para-pédagogiques au sein du département Génie Civil a contribué à une charge importante de travail liée essentiellement à mon investissement par le biais de Projets Tutorés et de Projets de Fin d'Études (environ 60 heures eq.TD/an) qui ont permis l'aboutissement de projets pluriannuels ainsi que de tutorat académique d'étudiants (environ 40 heures eq.TD/an).



Characterization of behavior and cracking of a cement paste confined between spherical aggregate particles



B. Mielniczuk^{a,b,c,*}, M. Jebli^{b,c}, F. Jamin^{b,c}, M.S. El Yousoufi^{b,c}, C. Pelissou^{a,c}, Y. Monerie^{b,c}

^a Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire IRSN, B.P. 3, 13115 Saint-Paul-lez-Durance Cedex, France

^b LMGC UMR UM-CNRS 5508, University of Montpellier, 34095 Montpellier Cedex 5, France

^c Laboratoire MIST, IRSN-CNRS-University of Montpellier, France

ARTICLE INFO

Article history:

Received 5 June 2015

Accepted 22 September 2015

Available online 17 October 2015

Keywords:

B. Interfacial Transition Zone

B. Image Analysis

B. Microcracking

C. Mechanical Properties

Local Scale

ABSTRACT

In this work, the cement–grain interactions in a pair of 8 mm spherical grains of quartz or calcite, linked by a Portland cement, are analyzed experimentally at a local scale (cement–grain interface) during mechanical testing. The volume of the cement paste, the water/cement ratio and the gap between the grains are constant. Examined samples are conditioned in an atmosphere of constant temperature (21 °C) and high relative humidity (~100%) to minimize drying shrinkage. At various stages of hydration, the samples are subjected to tensile or compressive tests, monitored by a high-speed camera. Stiffness and force at rupture are estimated and correlated to the crack initiation and propagation followed through image analysis. The results concern mechanical properties and kinetics of cracking in function of hydration time, for both types of loading and both types of grain. Such local characteristics will be used to propose local interaction laws and to support numerical modeling of the concrete at macroscopic scale.

© 2015 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

Concrete is a common component used in construction of buildings, roads, dams, bridges, but also in sensitive objects, as e.g. containment structures of nuclear power plants, where sustainability and stability must be ensured over long periods. The concrete is a granular and heterogeneous material, composed mainly of aggregates (coarse and fine) embedded in a matrix of cement paste (cement mixed with water), which fills the space between the aggregates and glues them together. This material reveals complex mechanical and physical behaviors, depending on its composition and its aging or conditions of its conservation. The concrete passes by a progressive structuration during reactions of hydration of cement, with change of its mechanical properties. Hydration of cement starts immediately after mixing cement with water, and may last during several tens of years [1]. Just after preparation, the concrete is elasto-plastic with pronounced ductility. When hardened, it has a good compressive strength but a low tensile strength and small range of deformation [2–4]. In result, it is very susceptible to cracking, which may have mechanical, physico-chemical or thermal origins. Cracking of the concrete affects significantly its durability, its mechanical parameters and its permeability [1–6]. Cracks in concrete are usually located at the cement–aggregate interface

(Interfacial Transition Zone – ITZ), which is often weakened by its increased porosity [7–10]. In order to predict damage and fracture of concrete structures, the knowledge on cement–grain interface behavior has to be improved, with a detailed multi-scale analysis of conditions, origins and mechanisms of cracking. Since macroscopic properties of the concrete depend on their local characteristics, as e.g. physical properties of elementary components, structural composition and micro-geometry of the aggregate–cement interface or transport properties, it is necessary to examine concrete also at the local scale. Local characteristics of concrete and cement are widely described in literature (e.g. [11,12]), often accompanied by mechanical testing at the macroscopic scale, to exhibit relationships between microstructure and mechanical properties of concrete (e.g. [13,14]). To complete these analyses, mechanical tests at the local scale should be also introduced. By now, such tests have attracted only limited attention.

The purpose of this paper is to characterize the behavior and the fracture process of the cement interface at a local scale by experimental analysis of the aggregate–cement matrix interface at different stages of hydration. In particular, the determined mechanical parameters as stiffness $k(j)$ and force at rupture $f(j)$ are correlated with parameters of the kinetics of cracking: the speed of crack growth $v^p(j)$, the rate of crack opening $v^o(j)$, the angle β between the crack and vertical axis of the sample and the tortuosity τ , reconstructed basing on the analysis of high-speed camera images. Characterization of mechanical and physico-chemical interactions in cemented bond will contribute to this knowledge of concrete behavior. It will be also used to

* Corresponding author at: Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire IRSN, B.P. 3, 13115 Saint-Paul-lez-Durance Cedex, France.

E-mail address: boleslaw.mielniczuk@umontpellier.fr (B. Mielniczuk).

propose local interaction laws and to support numerical modeling at macro scale.

2. Experiment

In this study, mechanical behavior and cracking of cement interface linking two solid grains are examined at different stages of hydration. Examined samples consist in two identical quartz or calcite spherical grains, linked by a cement paste. Quartz and calcite are the main components of limestone (calcite) and sandstone (quartz) used usually as aggregates (sand, gravels) in concrete production [4].

Each grain has a cylindrical 1.3 mm hole perpendicular to the direction of traction (and compression), which allows to fix the sample during tensile testing. The cement paste is prepared using Portland cement and distilled water, with a water–cement ratio (W/C) of 0.5. The geometric configuration of the sample is shown in Fig. 1, while “material” data are given in Table 1.

The samples are prepared using PVC molds, with constant gap between the grains and constant mass (and volume) of the cement paste. After preparation, samples are conditioned in stable and controlled atmosphere, with temperature of 21 °C and high relative humidity (~100%). Such conditions limit the evaporation from boundary surfaces and therefore minimize the drying shrinkage. Samples are produced in series of about 10 each day, which gives a possibility to examine the samples at each stage of hydration, with several repetitions of each measurement.

Before mechanical testing, the PVC molds are removed and each sample is weighed and measured. At this stage, the samples which present some visible defects, as gaps, excessive deformation or initial cracking, are eliminated. This procedure allows to select only “well-done” samples to increase the quality and the repeatability of the results. Qualified samples are then fixed to the support of the MTS Universal Testing Machine M1/E [15], in order to carry out the mechanical tests (compressive and tensile testing).

Mechanical tests are realized mainly on early-age samples (from 1 to 28 days of hydration) at constant loading speed of 0.01 mm/s. During compression tests, the sample is placed between two plates, while during tensile testing the sample is fixed with pins inserted in the cylindrical holes (see Fig. 1b). For each test, the force–displacement curve is recorded using testwork4 software [15] and then post-processed using MS Excel and SciDAVis software [16]. Analysis of these curves allows to determine the peak force at rupture (maximal force) $f(j)$ and stiffness $k(j)$. The onset of cracking and rupture of the sample is recorded with use of a high-speed digital camera (Vision Research Phantom v12 [17]) at 40,000 frames per second. Obtained image sequences are treated using the ImageJ and MBRuler Pro softwares [18,19] in order to estimate the evolution of some geometrical parameters in function of hydration time j and crack progression time t , such as sample diameter $d(z, t)$, crack opening $c(z, t)$, crack length $l_T(j)$, $l_p(j)$ (see Fig. 1c) or angle β between the crack and the vertical axis of the sample (Fig. 1c).

Table 1
Material data of used components.

Grains		Cement paste	
Diameter of grains	8.26 ± 0.09 mm	Formula	CEM II/B-LL 32.5 N + distilled water
Calcite: formula	CaCO ₃	W/C ratio	0.5
Calcite: density	2.6 g/cm ³	Mass	0.5 g/sample
Quartz: formula	SiO ₂	Density (measured)	2.22 ± 0.22 g/cm ³
Quartz: density	2.65 g/cm ³		

These variables are used to reconstruct some parameters related to the kinetics of cracking, as time $t_p(j)$ at which the crack length is maximal, elapsed since the crack onset, the maximum of crack propagation speed $v^p(j)$ (Eq. (1)), the maximum of crack opening rate $v^o(j)$ (Eq. (2)) and crack tortuosity $\tau(j)$ (Eq. (3)).

$$v^p(j) = \delta l_T(j) / \delta t \quad (1)$$

$$v^o(j) = \delta c(j) / \delta t \quad (2)$$

$$\tau(j) = l_T(j) / l_p(j) \quad (3)$$

3. Results

Observations of the early-age samples before mechanical tests reveal that the apparent color of the surface, the volume fraction and the size of visible hydrates depend on the hydration time (see Fig. 2). Development of hydrates as function of hydration time is a well-known result of chemical reactions of hydration, described widely by many authors [3–5].

3.1. Compression tests

For each compression test, force–displacement curves were recorded, as shown in Fig. 3. In general, one can observe a significant increase both of the maximal force $f_c(j)$ and of the stiffness of the samples $k_c(j)$ at the beginning of hydration. The stiffness $k_c(j)$ remains constant after about 10 days of hydration, while the maximal force $f_c(j)$ remains constant after more than 3 weeks of hydration.

A gentle decrease of the force after rupture is observed for the samples at very early-age. After several days of hydration, the samples become more brittle and a sudden force jump is observed just after the rupture (see Fig. 3). In general, the behavior of both types of samples is similar. Nevertheless, some differences are observed on force–displacement curves for early-age samples (first week) and they are not explained yet.

The evolution of maximum force $f_c(j)$ as a function of hydration time is presented in Fig. 4a, for both types of samples. The force at rupture $f_c(j)$ during compression tests is rather small at initial hydration stage

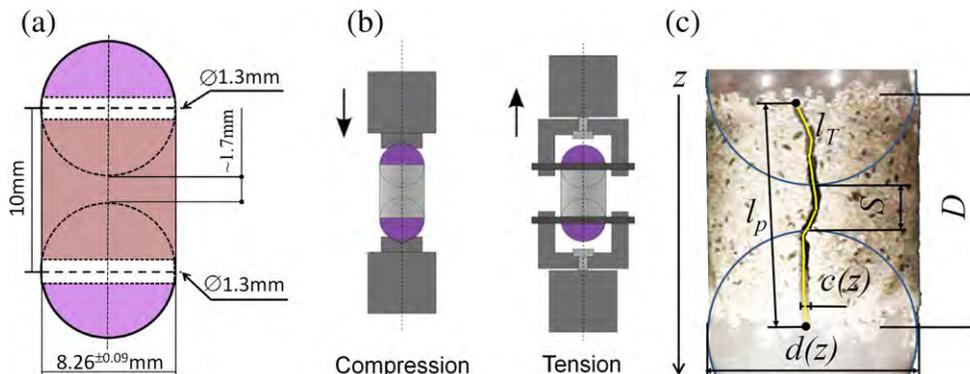


Fig. 1. Dimensions of the sample (a), supports for mechanical testing (b), and measured geometrical parameters (c).

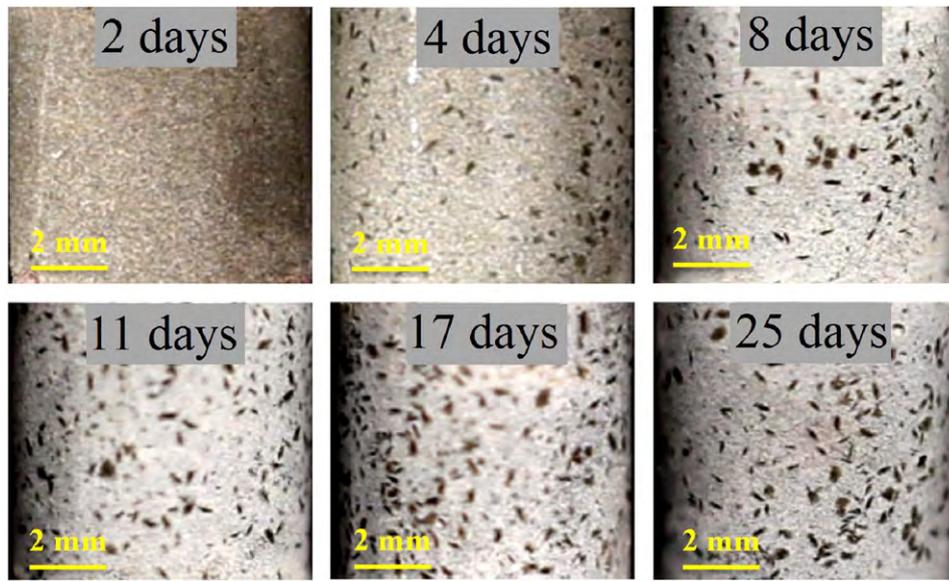


Fig. 2. Surface of samples at different stages of hydration (for different samples).

(about 100 N after 2 days of hydration), but it increases significantly after 4–5 days of hydration. Its evolution may be approximated by the exponential function, based on the equation (Eq. (4)) proposed in [20] in order to estimate the macroscopic compressive resistance of concrete.

$$f_c(j) = f \cdot \exp \left[A_f \left(1 - \left(\frac{28}{j} \right)^{1/2} \right) \right] \quad (4)$$

where j is the hydration time (in days), f is an approximative force after 28 days of hydration and A_f is a mechanical parameter. The coefficients f and A_f of Eq. (4) are determined (fitted) based on obtained experimental results, with values of $f = 1300$ N for calcite, $f = 1500$ N for quartz, and $A_f = 0.5$ for both types of samples.

The stiffness $k_c(j)$ of the samples was estimated from the slope of the linear part of force–displacement function. As expected, $k_c(j)$ also increases as a function of hydration time. A similar exponential function (Eq. (5)) can be used to approximate the evolution of the stiffness $k_c(j)$, as shown in Fig. 4b. Parameters A_k and k were determined also based on

experimental results, with $k = 8000$ N/m and $A_k = 0.5$, for both types of samples.

$$k_c(j) = k \cdot \exp \left[A_k \left(1 - \left(\frac{28}{j} \right)^{1/2} \right) \right] \quad (5)$$

where k is an approximative stiffness after 28 days of hydration and A_k is a mechanical parameter.

Comparing obtained figures (Figs. 3, 4) with macroscopic results of compression test, it may be concluded, that the evolution of mechanical parameters during compressive testing of examined samples resembles strongly the evolution of resistance and stiffness of macroscopic concrete samples, although its dimensions and compositions are different (see i.e. [21–23]).

3.2. Tensile tests

Tensile tests on concrete are difficult to achieve and exhibit often strongly scattered results [24]. Several types of tensile tests are used at the macroscopic scale, i.e. direct tensile test, Brazilian-like tests or

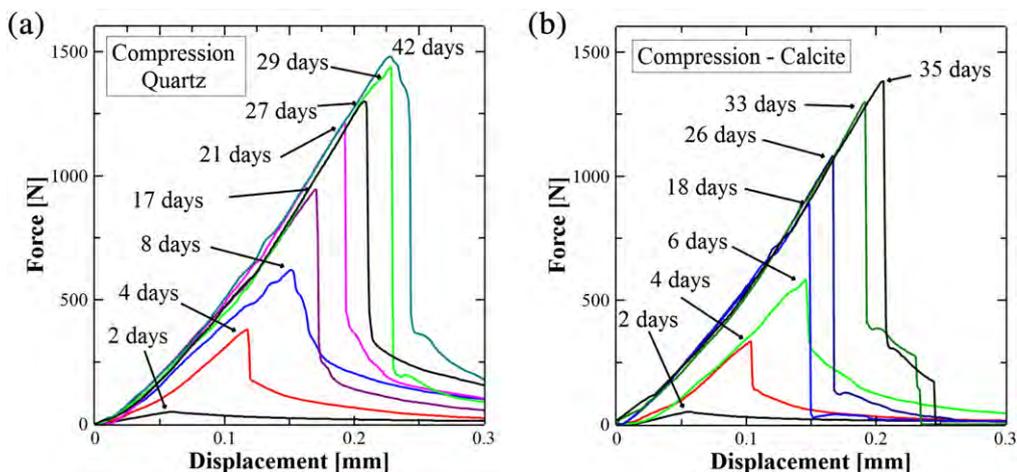


Fig. 3. Force–displacement curves during compression tests with grains of quartz (a) and calcite (b) for different times of hydration.

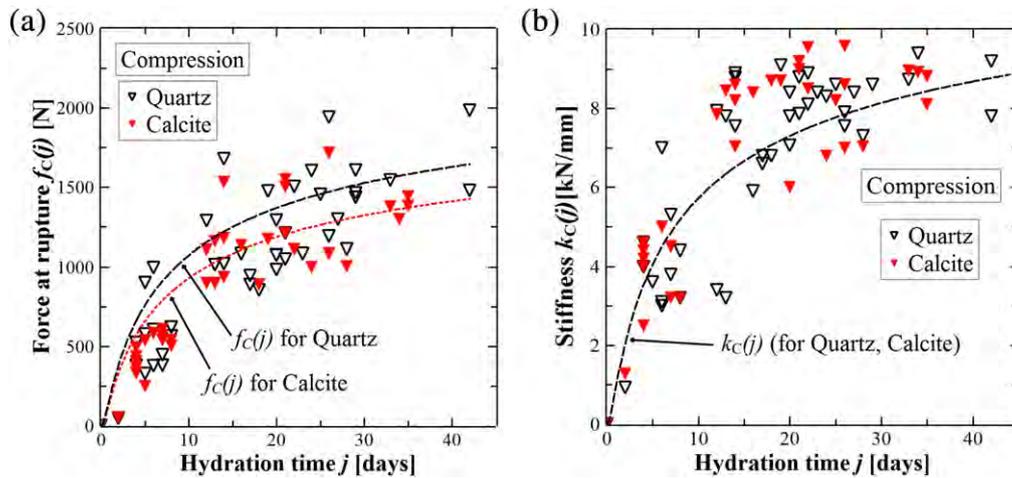


Fig. 4. Evolution of the maximum force (a) and of the stiffness (b) as a function of hydration time during compression tests for samples with grains of quartz and calcite.

three-point bending tests. Tensile testing of concrete at a local scale is however less investigated.

In this study, direct tensile tests are performed on the samples consisted of two grains, bounded by a cement paste. The principle of these tests is quite simple, but the tests have to be conducted very carefully in particular to avoid mis-alignment of the support and thus to minimize tilt or bending. Moreover, other parameters are difficult to control and can strongly influence the overall tensile response, e.g. the heterogeneity of the paste, the presence of air pockets, micro-cracks or a higher porosity in the cement–aggregate interface.

During tensile tests, the examined sample is fixed with pins placed in the holes of the grains (Fig. 1b) and extended with constant speed of 0.01 mm/s, with continuous recording of force–displacement curves. The curves recorded for both types of sample at different stage of hydration are presented in Fig. 5. For both types of grain, maximum force $f_T(j)$ and stiffness $k_T(j)$ increase with hydration time, with slightly higher values for the samples with grains of quartz. Such dependence was observed also during compressive tension, but all corresponding values are much lower than during compression tests. In addition, the ductile behavior was not observed during tensile testing, neither for very young samples. For tensile tests, force as a function of displacement goes very rapidly to zero at the moment of the rupture, just after reaching its maximum (Fig. 5).

The evolution of the maximal force $f_T(j)$ during tensile tests is presented in Fig. 6a. The experimental data are approximated using a direct relationship between the maximal tensile force $f_T(j)$ and maximal compressive force $f_c(j)$, as noted in Eq. (6). Similar type of equation is

proposed in [25] to estimate tensile resistance in function of compressive resistance during macroscopic tests of concrete.

$$f_T(j) = 0.05 \cdot f_c(j) \quad (6)$$

The curves obtained during tensile tests are qualitatively comparable for both types of grain. Eq. (6) shows in particular that the maximal tensile force $f_T(j)$ is about 15 times larger than the compressive one, with maximal $f_T(j) \sim 100$ N for hardened samples and maximal $f_c(j) \sim 1500 - 2000$ N.

The evolution of the tensile stiffness $k_T(j)$ is shown in Fig. 6b. Again, the compressive stiffness $k_c(j)$ may be linked to the tensile one (Eq. (7)). The compressive stiffness $k_c(j)$ is about 20 times larger than the tensile stiffness $k_T(j)$ (the maximal $k_T(j) \sim 450$ N/mm, the maximal $k_c(j) \sim 9000$ N/mm).

$$k_T(j) = 0.05 \cdot k_c(j) \quad (7)$$

Comparing the evolution of mechanical parameters during tensile testing at local scale (Figs. 5, 6) with similar results for macroscopic samples, it may be concluded, that behavior of samples differs, depending on the scale. For macroscopic samples, ductile part of strain–stress curve may be distinguished, where propagation of fissures takes place [22,23]. At local scale, there is only one observed fissure, which propagates very fast across the cement–grain interface (rupture in about 1 ms). In this case, a sudden decrease (jump) of tensile force is observed, with no trace of ductile behavior (Fig. 5).

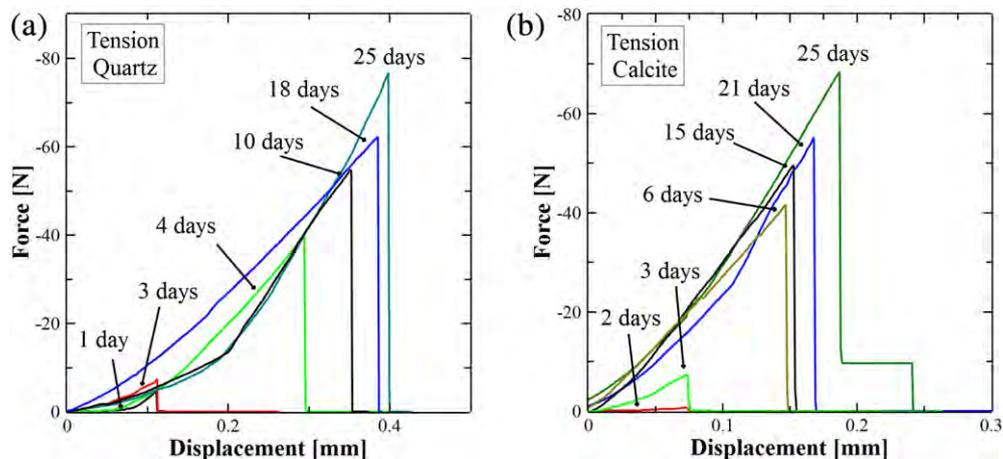


Fig. 5. Evolution of the force vs displacement during tensile tests on samples with grains of quartz (a), and calcite (b).

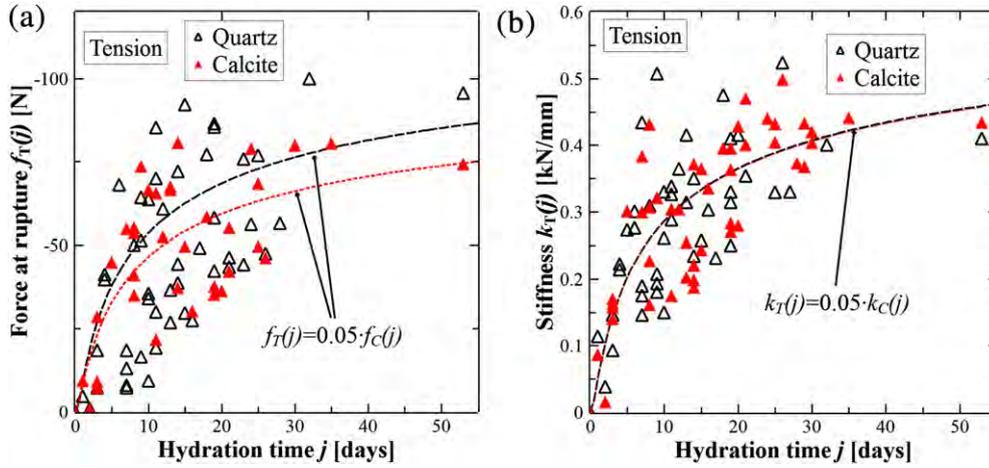


Fig. 6. Evolution of force at rupture (maximum force) (a) and stiffness (b) in function of hydration time during tensile tests for samples with grains of quartz and calcite.

Assuming after Fig. 3 and 5 a quasi-brittle behavior in compression and in tension for both types of sample, we focus in the sequel our attention on an effective upper bound of the critical energy release rate as a function of the hydration time:

$$G_c(j) = \frac{1}{2} \frac{f_c^2(j)}{k_c(j)} \text{ in compression, } G_c(j) = \frac{1}{2} \frac{f_T^2(j)}{k_T(j)} \text{ in tension} \quad (8)$$

where $f_c(j)$ and $f_T(j)$ are given by Eqs. (4) and (6) respectively and $k_c(j)$ and $k_T(j)$ are given by Eqs. (5) and (7) respectively. Fig. 7 shows that this quasi-brittle estimate well approximates the experimental data. The compressive and tensile toughnesses of the tested samples clearly increase with respect to the hydration time and reach progressively a quite stabilized value. Again, the toughness of the samples with grains of quartz is larger than the one the samples with grains of calcite.

4. Crack tracking

During all mechanical tests, image sequences are recorded at high frequency (about 40,000 frames per second), in order to observe crack propagation (Fig. 8). Then the part containing progress of cracking and the rupture was extracted from obtained sequences of images. Based on these sequences, the evolution of different variables was determined as a function of the progression of cracking time t and the hydration

time j , as the total time of cracking t_p , the maximum and the average of the crack speed $v^p(j)$, the rate of crack opening $v^o(j)$, the angle $\beta(j)$ between the crack and vertical axis of the sample and the tortuosity τ .

4.1. Crack direction and tortuosity

The first characteristic, which was observed immediately during testing, is the direction of the crack propagation. During compressive tests, the cracks initiate and propagate always along the vertical direction (Fig. 8a), while during tensile tests the rupture of the samples occurs systematically at the cement–grain interface, with a propagation along the horizontal direction (Fig. 8b). To quantify the direction of cracking, the angle β between the direction of crack and the vertical axis of sample was measured for each test. The measured angles β are thus splitted into two groups. The mean angle between the crack and the vertical axis of the sample is $\beta \sim 90^\circ$ for the tensile tests (vertical cracks) and $\beta \sim 1.5^\circ$ for the compression tests (horizontal cracks), without any significant variation with time of hydration j (see Fig. 9a and Table 3).

The tortuosity of cracks τ (Eq. (3)) was determined for each sequence. Its mean value is presented in Fig. 9b and in Table 3. There is no clear relationship between tortuosity τ , hydration time j and the type of examined grains.

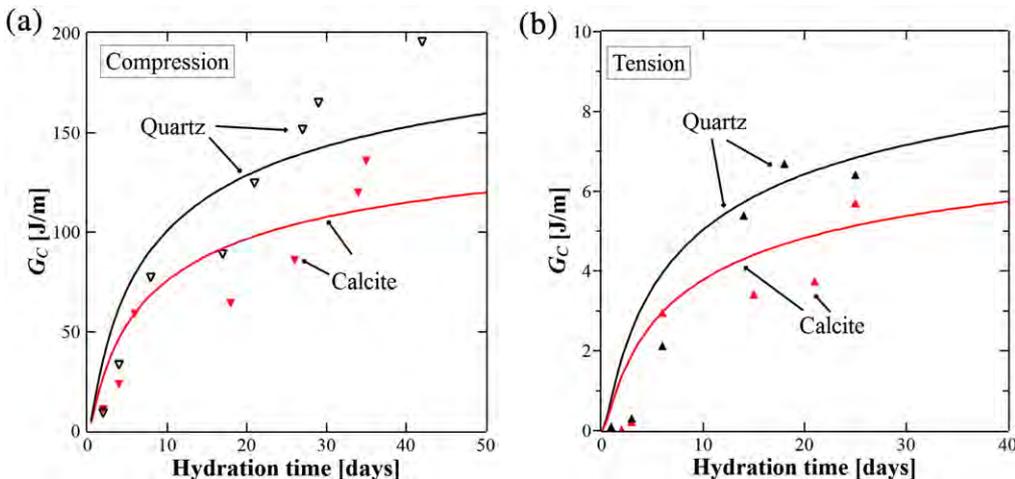


Fig. 7. Evolution of the critical energy release rate G_c , estimated as an upper bound after experimental results given on Figs. 3 and 5 (triangles) and modeled as the fracture energy of a quasi-brittle material with Eqs. (4) and (5) (solid lines) during compressive (a) and tensile (b) tests on samples with grains of quartz and calcite.

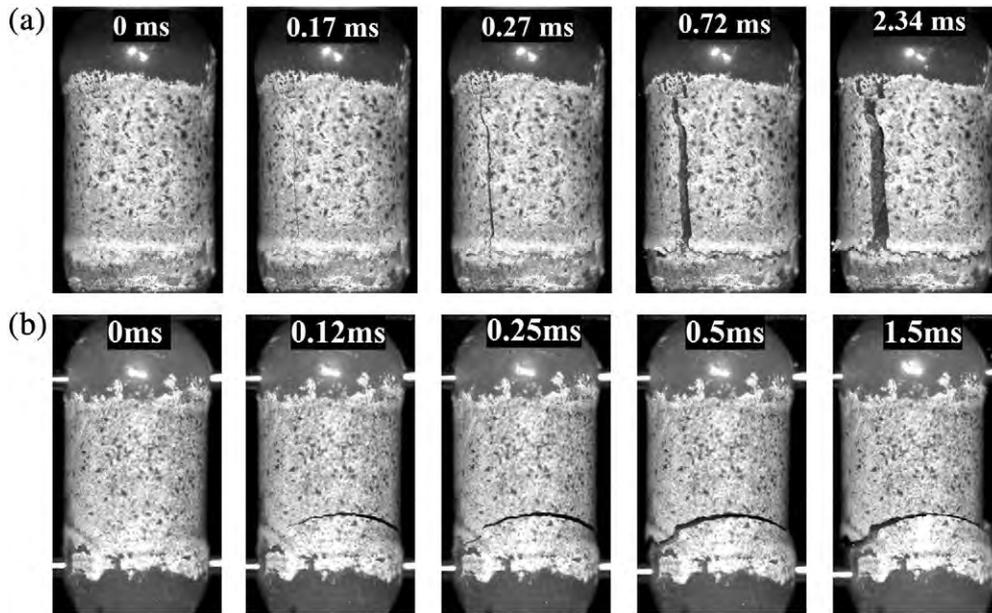


Fig. 8. Crack growth in cement paste between grains of quartz during: compression (23 days of hydration) (a) and tension (21 days of hydration) (b).

4.2. Crack speed

Obtained sequences of images were also used to estimate the kinetics of cracking during both tests. Kinetics of cracking may be quantified by the maximum of the crack speed $v^p(j)$ (Eq. (1)) and the maximum of the crack opening rate $v^o(j)$ (Eq. (2)). The evolution of these parameters with the hydration time j for both tests is shown in Fig. 10. The speed of crack propagation $v^p(j)$ and crack opening rate $v^o(j)$ remain quite small for the samples tested during the first days of hydration, but these quantities increase with the hydration time. Such behavior is consistent with the embrittlement associated to the progress of hydration: with increase of hydration time samples become harder and more resistant, but also more fragile (see i.e. Fig. 4). In general, propagation of cracks from the onset to its maximum length lasts only about 1 ms for all samples after 3 days of hydration. Moreover, we underline that the results given in Fig. 10 do not exhibit any significant dynamic propagation.

For both types of tests, experimental results were approximated using two types of equations. For tensile tests, crack propagation speed and crack opening rate may be approximated using exponential

equation (Eqs. (9), (10)) similar to equations using for approximation curves of $f_c(j)$ (Eq. (4)) and $k_c(j)$ (Eq. (5)).

$$v_T^p(j) = a_T \cdot \exp \left[0.6 \left(1 - \left(\frac{28}{j} \right)^{1/2} \right) \right] \quad (9)$$

$$v_T^o(j) = b_T \cdot \exp \left[0.5 \left(1 - \left(\frac{28}{j} \right)^{1/2} \right) \right] \quad (10)$$

Parameters a_T and b_T were fitted on obtained experimental results, with values presented in Table 2.

For compression tests the relation between kinetic parameters and hydration time may be given by a linear function (Eqs. (11), (12)), with slopes of both functions a_c and b_c are presented in Table 2 for both types of samples.

$$v_C^p(j) = a_c \cdot j \quad (11)$$

$$v_C^o(j) = b_c \cdot j \quad (12)$$

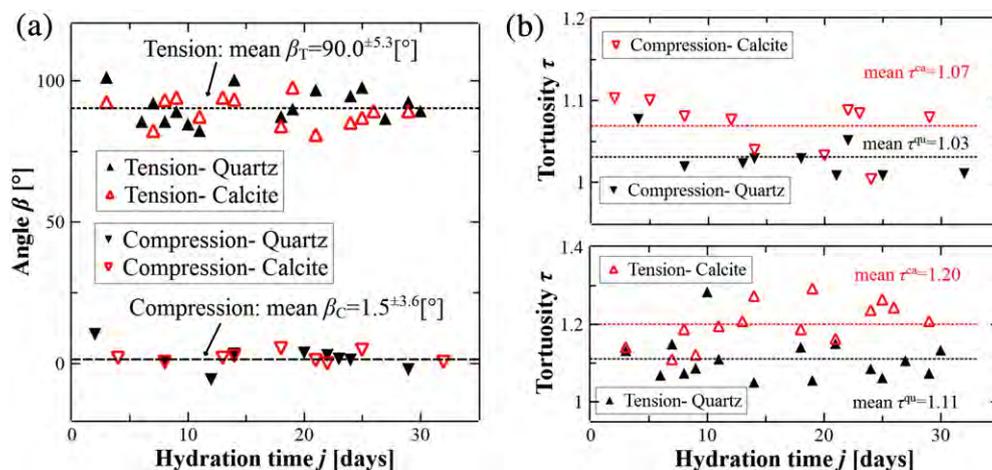


Fig. 9. Evolution of angle β between the crack and vertical axis of the sample (a) and tortuosity τ (b) as a function of hydration time.

Table 2

Parameters a_T , b_T and a_C and b_C used to approximate the maximum crack progression speed $v^p(j)$ and the maximum crack opening speed $v^o(j)$ for both types of samples.

	a_T [m/s]	b_T [m/s]	a_C [m/day ²]	b_C [m/day ²]
Calcite	190	2.88	3.6	0.035
Quartz	150	3.12	2	0.023

Table 3

Comparison of crack parameters on all hydration time: the maximum of speed of propagation $v^p(j)$, the maximum of the crack opening rate $v^o(j)$, mean cracking time t_p , mean angle β and tortuosity τ , obtained for each type of tests.

	Quartz		Calcite	
	Tension	Compression	Tension	Compression
Maximum $v^p(j)$ [m/s]	198	86.2	219	111
Maximum $v^o(j)$ [m/s]	4.32	0.73	3.35	1.18
Mean time t_p [ms]	0.44	1.55	0.27	0.87
Mean angle β [°]	90.74	1.33	89.13	1.73
Mean tortuosity τ [–]	1.11	1.03	1.20	1.07

The summary of reconstructed parameters for all test types is presented in Table 2. Kinetics of cracking is visibly higher for tensile tests, with higher the maximum of progression speed and higher the maximum of opening rate. The maximum total time of crack propagation is visibly lower for tensile tests.

5. Conclusions

In this paper, first results of the study on local behavior of a cemented bond during mechanical tests are presented. Obtained results refer to evolution of force and stiffness during mechanical testing, and to progression of cracking and rupture of cemented grains. Presently, the results are presented mainly from a qualitative point of view, to describe and compare characteristics of cement–grain interface behavior. It is observed that both, maximal force (force at rupture) $f(j)$ and stiffness $k(j)$ increase with the time of hydration during compression and tensile testing. Values of both parameters are quantitatively similar for grains of quartz and of calcite, and much higher during compression tests. The evolution of these parameters is well approximated by an exponential function (Eqs. (4), (5), (6), (7)) [4,5]. This type of equation is commonly used to estimate the macroscopic resistance of the concrete. In this study, it is used as an initial estimation of the evolution of mechanical parameters in function of hydration time.

The maximal force at compressive testing $f_C(j)$ is more than 10 times higher than the maximal force at tensile testing $f_T(j)$, with linear

relation found between these two parameters (Eq. (6)). Similar relation may be used to approximate the evolution of the stiffness at tension $k_T(j)$, as a linear function of the stiffness at compression $k_C(j)$ (Eq. (7)).

The kinetics of cracking is strongly dependent on the type of test and on hydration time (Fig. 10), but it is only slightly dependent on type of grains used to prepare the sample. The speed of crack progression $v^p(j)$, as well as crack opening rate $v^o(j)$, are much higher for tensile tests than compressive tests. Such behavior is related to the mechanical behavior during both tests, where ductile rupture is observed during compression (at early age), but only brittle rupture during tensile testing (Figs. 3, 5). The direction of cracks depends also on the type of test, with vertical cracking at compression, and horizontal at tension (Figs. 8, 9a). One can also note the important role of the interfacial transition zone ITZ at tensile testing, when rupture occurs always at the grain–cement interface. Such behavior confirms the increased fragility of this zone.

Results obtained during several series of tests are quite encouraging. With use of image analysis techniques, it is possible to quantify the cracking of concrete in a very local scale of cement–aggregate interface.

We confirmed the dependence between mechanical properties, dynamics of cracking and time of hydration, well-known in macro-scale examinations of concrete [4,26]. Mechanical tests and analysis of rupture of cement bond between grains are not frequent and are not thoroughly investigated. In performed experiments, it was necessary to create and adjust all stages of experimental protocol, from sample preparation, through construction of supports, to image treatment and data post-processing. To improve the concrete characterization, to increase repeatability and to have access to some additional parameters, several improvements of the experimental protocol have been proposed, concerning sample preparation, sample geometry, conditioning, other types of tests and image treatment techniques.

To minimize the influence of chemical and drying shrinkage (eliminate evaporation, assure continuous water supply), samples could be immersed and conditioned in water after 24 h of conditioning in high relative humidity. Initial results of tests performed on such conditioned samples show the increase of maximum strength and lower dispersion of results (see [27]). The use of other form and geometry of sample, i.e. cylindrical or rectangular grains with different surface roughness, could allow to estimate stress development and determine the influence of the interface on mechanical properties of cemented grains.

To complete the results, bending and shear tests are planned, as well as mechanical tests on hardened samples, beyond 28 days of hydration. Additional tests will facilitate the interpretation of the results, with possibility of quantifying additional variables, currently inaccessible, as

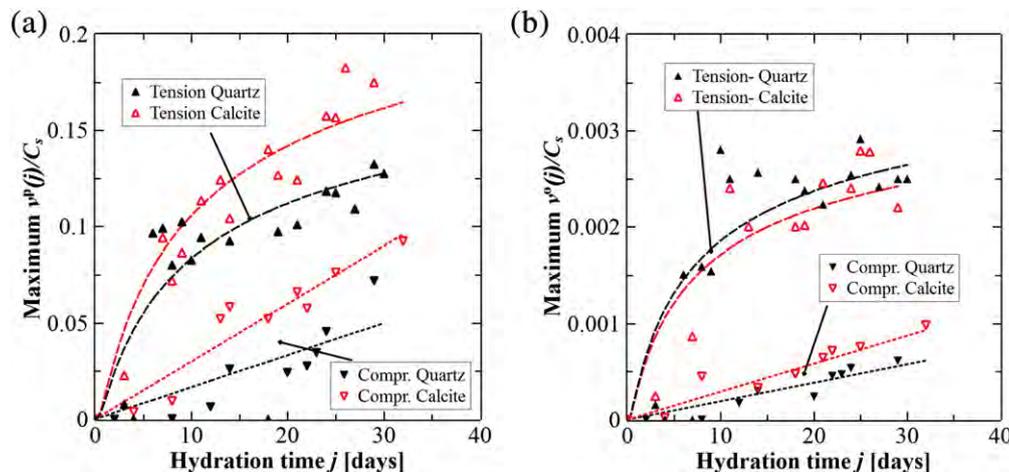


Fig. 10. Maximum relative speed of propagation of the crack $v^p(j)$ (a) and opening of the crack $v^o(j)$ (b) for tensile and compressive tests. All velocities are normalized by the shear wave speed in compression of the cement paste C_s (estimated here as about 1200 m/s).

e.g. stress, strength, Young's modulus of sample and cracking energy for each stage of hydration. To accelerate and increase the accuracy of image treatment, advanced image correlation techniques will be used [28,29], which will allow to examine more samples, and improve statistical analysis. The characterization of the mechanical and physico-chemical interactions in cemented bond will serve in the longer term to determine local interaction laws, which will be used in numerical modeling and simulations in macroscopic scale, scale of Representative Elementary Volume (REV). These studies should contribute to the understanding of concrete behavior and the development of tools to predict, anticipate and avoid fracturing and damage of concrete structures.

References

- [1] G. Tattersall, P. Banfill, *The Rheology of Fresh Concrete*, Pitman Advanced Publishing Program, 1983.
- [2] O.J. Baron, J. Huang, *Les bétons: bases et données pour leur formulation*, Construction béton, Eyrolles, 1997.
- [3] A. Neville, *Propriétés des bétons*, Eyrolles, 2000.
- [4] F. Lea, P. Hewlett, *Lea's Chemistry of Cement and Concrete*, Elsevier Butterworth-Heinemann, 2004.
- [5] H. Taylor, *Cement Chemistry*, Thomas Telford, 1997.
- [6] F. Perche, Adsorption de polycarboxylates et de lignosulfonates sur poudre modèle et ciments Ph.D. thesis STI, Lausanne, 2004.
- [7] S. Diamond, Considerations in image analysis as applied to investigations of the ITZ in concrete, *Cem. Concr. Compos.* 23 (2–3) (2001) 171–178.
- [8] S. Diamond, J. Huang, The ITZ in concrete—a different view based on image analysis and SEM observations, *Cem. Concr. Compos.* 23 (2–3) (2001) 179–188.
- [9] E. Schlangen, J.V. Mier, Experimental and numerical analysis of micromechanisms of fracture of cement-based composites, *Cem. Concr. Compos.* 14 (2) (1992) 105–118 (Special Issue on Micromechanics of Failure in Cementitious Composites).
- [10] T.D. Nguyen, Study of the interfacial transition zone "porous limestone aggregates–cement paste": influence of physico-mechanical properties of aggregates; consequence on the mechanical properties of mortar Ph.D. thesis Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2013.
- [11] Y. Gao, G.D. Schutter, G. Ye, H. Huang, Z. Tan, K. Wu, Porosity characterization of ITZ in cementitious composites: concentric expansion and overflow criterion, *Constr. Build. Mater.* 38 (2013) 1051–1057.
- [12] S. Diamond, The microstructure of cement paste and concrete—a visual primer, *Cem. Concr. Compos.* 26 (8) (2004) 919–933.
- [13] P.R. Rangaraju, J. Olek, S. Diamond, An investigation into the influence of inter-aggregate spacing and the extent of the ITZ on properties of Portland cement concretes, *Cem. Concr. Res.* 40 (11) (2010) 1601–1608.
- [14] O. Buzzi, M. Boulon, M. Hervé, K. Su, Leaching of rock–concrete interfaces, *Rock Mech. Rock Eng.* 41 (3) (2008) 445–466.
- [15] MTS Systems Corporation, URL <http://www.mts.com/> 2002.
- [16] Scientific Data Analysis and Visualization Software URL <http://scidavis.sourceforge.net/> 2014.
- [17] Vision Research, Phantom v12, URL <http://www.visionresearch.com/> 2011.
- [18] W. Rasband, Image processing and analysis in Java URL <http://rsb.info.nih.gov/ij/> 2014.
- [19] M. Bader, MBRuler Pro, URL <http://www.markus-bader.de/MB-RulerPro/> 2012.
- [20] European Committee for Standardization, EN 1992-1-2:2004 Eurocode 2: Design of Concrete Structures, CEN, 2004.
- [21] J. Van Mier, *Strain-softening of Concrete under Multiaxial Loading Conditions*, Technische Hogeschool Eindhoven, 1984.
- [22] M. Arnould, M. Virlogeux, *Granulats et bétons légers — bilan de 10 ans de recherche*, Presses de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, 1986.
- [23] J. Torrenti, *Propriétés des bétons*, Hermès, 2002.
- [24] M. Saito, Characteristics of microcracking in concrete under static and repeated tensile loading, *Cem. Concr. Res.* 17 (2) (1987) 211–218.
- [25] BAEL: Règles techniques de conception et de calcul des ouvrages et construction en béton armé suivant la méthode des états limites, Eyrolles, 2001.
- [26] Z.P. Bazant, Mechanics of distributed cracking, *Appl. Mech. Rev.* 39 (5) (1986) 675–705.
- [27] M. Jebli, B. Mielniczuk, F. Jamin, C. Pelissou, M.S. El Youssefi, Etude expérimentale de la lixiviation du béton à l'échelle de l'interface pâte de ciment-granulats, AUGC 15, Bayonne, 27–29 mai, 2015.
- [28] B. Wattrisse, A. Chrysochoos, J.-M. Muracciole, M. Némot-Gaillard, Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation, *Exp. Mech.* 41 (1) (2001) 29–39.
- [29] J. Valença, D.D. da Costa, E. Júlio, Characterisation of concrete cracking during laboratorial tests using image processing, *Constr. Build. Mater.* 28 (1) (2012) 607–615.

Collapse phenomena during wetting in granular media

Fatima Zahra El Korchi^{a,b,*}, Frédéric Jamin^{a,c}, Mohamed El Omari^b and Moulay Saïd El Youssoufi^{a,c}

^aLaboratoire de Mécanique et Génie Civil, LMGC, CNRS, Université de Montpellier, France;

^bLaboratoire d'Automatique de l'Environnement et Procédés de Transferts, LAEPT, Université Cadi Ayyad de Marrakech, Maroc; ^cLaboratoire de Micromécanique et d'Intégrité des Structures MIST, IRSN-CNRS-Université de Montpellier, France

(Received 18 September 2015; accepted 8 April 2016)

We present an experimental study of identification and analysis of the collapse phenomenon in granular media, using a sample made of glass beads. The collapse potential of a soil depends on several parameters such as liquid limit, matric suction, dry apparent density, initial water content and the amount of small particles. In this study, we investigate the liquid effect during the wetting process, without external mechanical stress. Experimental tests at different initial water contents were made for different grain sizes. The equipment used is a triaxial device for unsaturated soils, instrumented with local axial and radial displacement sensors. The experimental results determined a critical water content of collapse, as well as the influence of initial water content, matric suction and grain size.

Keywords: collapse; wetting; granular media; capillarity; capillary bridge

Introduction

The collapse phenomenon can occur in unsaturated granular soils, with or without external mechanical loading. This phenomenon results from a sudden rearrangement of the solid particles during wetting. Its occurrence can affect the stability of structures, causing, for example, the differential settlement of civil engineering structures and roads, slope fractures, dykes and earth dams, landslides of underground walls or the compaction of rail network embankments.

Collapsible soils typically have a very porous and open structure. Generally, in natural soil the solid particles are bounded by deposited solutes and / or capillary bridges. When these soils are exposed to natural infiltration of water (rain, fluctuations in the level of the water table, etc.) or induced by human activity (excessive irrigation, water pipe leaks, etc.), they can undergo a collapse phenomenon.

Studies of this type of instability are often based on land observations and empirical modelling. To highlight the soil collapse phenomenon, Jennings and Knight (1957) proposed the “double oedometer test” on a sandy soil. Under oedometric mechanical loading on samples for a given initial void ratio, they concluded that wetting renders the ground unstable and is likely to trigger the collapse phenomenon. To quantify this risk,

*Corresponding author. Email: fatima-zarha.el-korchi@umontpellier.fr

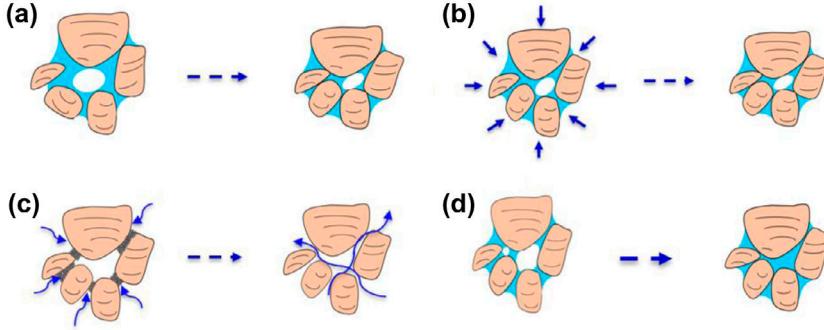


Figure 1. Mechanisms responsible for the collapse: (a) high void ratio, (b) significant applied stress, (c) cementing loss, (d) reduced matric suction.

Jennings and Knight (1975) proposed five risk levels of collapse depending on vertical deformation due to wetting under constant vertical load in oedometric testing (200 kPa).

According to the Gibbs and Barra classification (Gibbs & Bara, 1962), liquid limit value and apparent dry density of soil are the key factors of the collapse phenomenon. Similarly, Ayadat and Ouali (1999) showed the effect of Atterberg limits (liquid limit w_L and plasticity limit w_p) on the collapse of granular sand with different proportions of small fractions. Oedometer tests on a silty sand (Tadepalli, Rahardjo, & Fredlund, 1992) showed that the magnitude of collapse varies linearly with the initial dry density. On the other hand, Delage, Cui, and Antoine (2005) showed that, on a silty soil collected at different depths, the amplitude of collapse is greater for high void ratio.

The effect of initial water content on the collapse magnitude, defined as the axial deformation of sample at collapse, has been a subject of several studies. Firstly, oedometer tests (Tadepalli et al., 1992), carried out on a silty soil at two different dry densities, have shown that the collapse magnitude decreases linearly with initial water content. Furthermore, other tests performed on a silty sand at various initial water contents (Delage, 2014 and Delage et al., 2005) have also shown that collapse magnitude decreases with initial water content.

In order to identify the mechanisms responsible for collapse, several researchers have linked this phenomenon to parameters such as:

- an open structure with high porosity (Barden, McGown, & Collins, 1973) (Figure 1(a)),
- significant applied stress that tends to develop a state of instability (Barden et al., 1973) (Figure 1(b)),
- a loss of cementing, followed by migration of small particles due to water percolation (Ayadat, Belouahri, & Ait, 1998 and Barden et al., 1973) (Figure 1(c)),
- a reduction in matric suction during wetting (Tadepalli et al., 1992) (Figure 1(d)).

However, the effect of grain size on the likelihood of collapse in granular media and the pure water process on this phenomenon remain poorly addressed experimentally.

To investigate the capillary origin of the collapse phenomenon, we use glass beads as a model. This granular material has been used in many studies and gave good results in the description and understanding of the effect of the capillary phenomena in granular media (Gras, Delenne, & El Youssoufi, 2013; Hueckel, Mielniczuk, & El Youssoufi,

2013; Richefeu, El Youssoufi, & Radjaï, 2006 and Soulié, El Youssoufi, Cherblanc, & Saix, 2006).

A simple compression test (Soulié et al., 2006) and a direct shear test (Richefeu et al., 2006) have shown, in the pendular water domain, that granular media are sensitive to water content, which gives them an apparent cohesion through capillary action. The pendular water domain corresponds to low water contents, consequently a situation in which the capillary forces play a big part in capillary cohesion. These capillary forces are not involved in saturated state granular soils in which the behaviour is similar to that in the dry state. For intermediate states (hygroscopic, pendular and funicular), capillary action can be very variable.

Firstly, we characterised the granular media used in this study by presenting grain size distribution curves, specific densities and liquid limits. We describe the experimental apparatus and the protocol that was followed. We then present the experimental results obtained during wetting on glass beads for different grain sizes and initial water contents. Finally we discuss water effect in the collapse process of granular media.

Materials

One of the possible causes of the collapse may be the loss of capillary cohesion in granular media (Gras et al., 2013; Hueckel et al., 2013 and Soulié et al., 2006). In order to

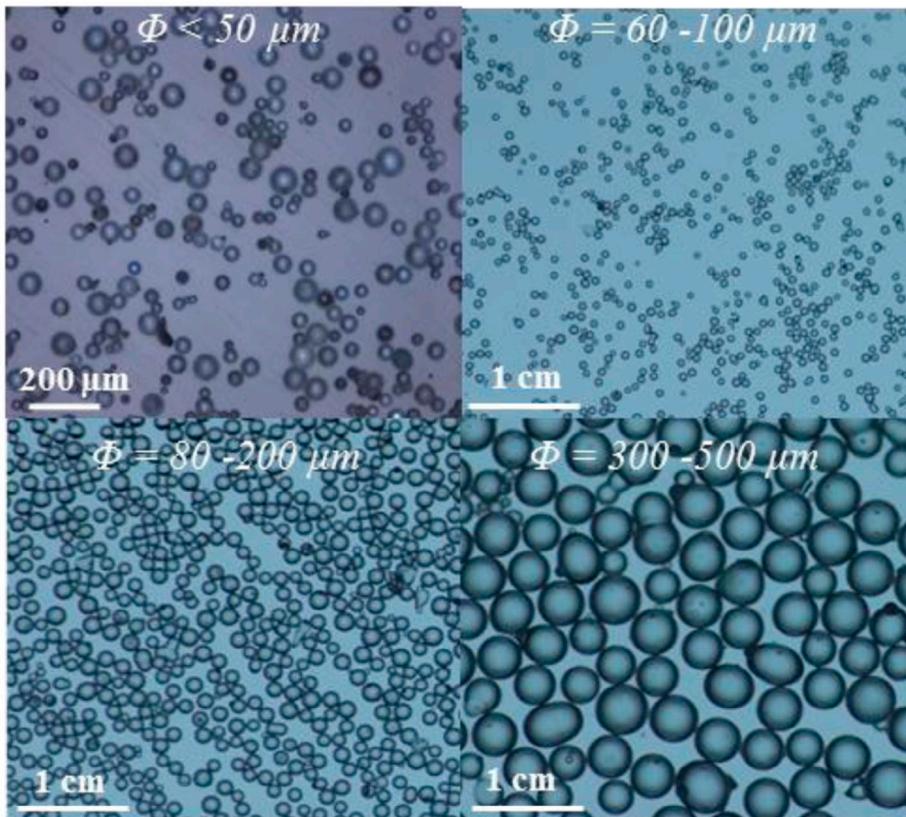


Figure 2. Sample pictures of glass beads.

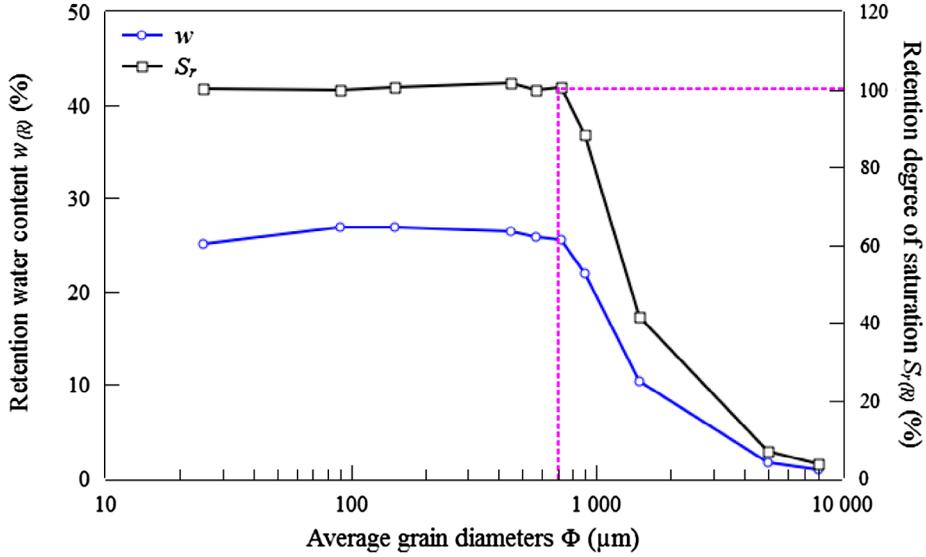


Figure 3. Retention water content $w_{(R)}$ and retention degree of saturation $S_{r(R)}$ as a function of grain size Φ ($c = 0.59$).

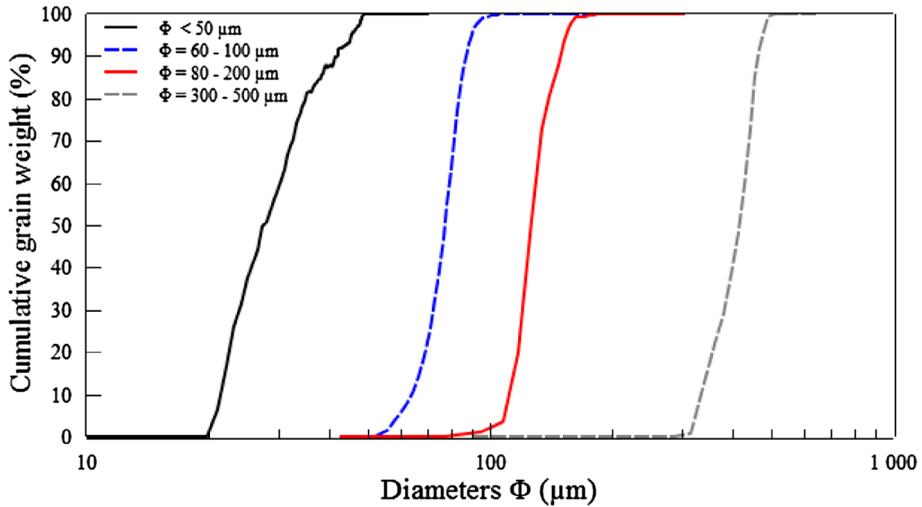


Figure 4. Cumulative grain size distribution curves of the different samples.

study this effect, we used glass beads as granular material, with different grain sizes (Figure 2). This granular media model doesn't take into account all the phenomena existing in natural soils, and more so in clayey soils. The glass beads used are substantially spherical and assumed to be non-deformable. For this type of granular media, cohesion is essentially due to the capillary bridges between the solid particles.

Table 1. Physical properties of the different samples.

Diameter Φ (μm)	Uniformity coefficient C_u (I)	Coefficient of curvature C_c (I)	Liquid limit w_L (%)	Specific density ρ_s (kg/m^3)
< 50	1.55	0.90	23.40 ± 0.30	2450 ± 3
60–100	1.20	1.10	24.70 ± 0.30	2470 ± 3
80–200	1.25	1.03	24.20 ± 0.30	2480 ± 3
300–500	1.27	1.03	–	2500 ± 3

In order to choose the suitable diameters for the study, the first step was to experimentally determine retention water content $w_{(R)}$. This water content corresponds to the soil's ability to retain water by capillary action and adsorption. The experimental test is to saturate samples for various grain sizes ($\Phi < 50 \mu\text{m}$, $\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$, $\Phi = 80\text{--}200 \mu\text{m}$, $\Phi = 300\text{--}500 \mu\text{m}$, $\Phi = 500\text{--}630 \mu\text{m}$, $\Phi = 630\text{--}800 \mu\text{m}$, $\Phi = 800\text{--}1000 \mu\text{m}$, $\Phi = 1500 \mu\text{m}$, $\Phi = 5000 \mu\text{m}$ and $\Phi = 8000 \mu\text{m}$) with compactness $c_0 = 0.59$. We placed saturated samples in a dryer where the relative humidity was about 100% to avoid drying by evaporation. The final water contents measured at equilibrium correspond to the retention water content $w_{(R)}$ of the granular medium (Figure 3).

For grain size less than 800 microns, Figure 3 shows that the retention water content $w_{(R)}$ is about 100% of saturation degree $S_{r(R)}$. It is concluded that the capillary effect is more important in these relatively small grain sizes. Consequently, in this study, we chose four grain sizes, which are: $\Phi < 50 \mu\text{m}$, $\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$, $\Phi = 80\text{--}200 \mu\text{m}$ and $\Phi = 300\text{--}500 \mu\text{m}$. For the various sizes of beads used, the electrostatic and *Van der Waals* forces are negligible compared to those of capillarity (Mitchell, 1993). So, we consider that capillarity is the only source of cohesion for the used granular material.

The cumulative grain size distribution curves of the different samples chosen are determined using a photographic image treatment method (Figure 4). The uniformity coefficients C_u and the coefficients of curvature C_c of different granular media are presented in Table 1. The distribution size of glass beads chosen appears uniform and well graded. The specific density ρ_s of each grain size was also determined using the pycnometer method according to the norm NF P 94–054 (Table 1).

Liquid limit values w_L of glass beads $\Phi < 50 \mu\text{m}$, $\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$, $\Phi = 80\text{--}200 \mu\text{m}$, given in Table 1, was performed using the cone penetrometer method according to the norm NF 94 – 052 – 1 (Figure 5).

The liquid limit value of the glass beads $\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$ was found to be slightly higher than for grain size $\Phi = 80\text{--}200 \mu\text{m}$. This difference may be due to the particle size distribution of the glass beads of the two fractions. For grain size $\Phi = 300\text{--}500 \mu\text{m}$, liquid limit tests were not carried out because NF 94 – 052–1 applies only to grain media whose diameter is less than 400 μm .

Figure 6 shows the retention curves for grain sizes $\Phi < 50 \mu\text{m}$, $\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$, $\Phi = 80\text{--}200 \mu\text{m}$ and $\Phi = 300\text{--}500 \mu\text{m}$ obtained by the filter paper technique (*Whatman "42" paper*). The trial was performed on samples of 60 mm in diameter and 30 mm in height with a compactness $c = 0.59$. The used filter paper calibration curve is that of Hamblin (1981), where the filter paper is submitted to a wetting path during suction equilibration. Suction equilibration time was seven days in accordance with the ASTM procedure using a dry filter paper approach. A modelling of the retention curves is also plotted in Figure 6 based on Fredlund and Xing equation (Fredlund & Xing, 1994):

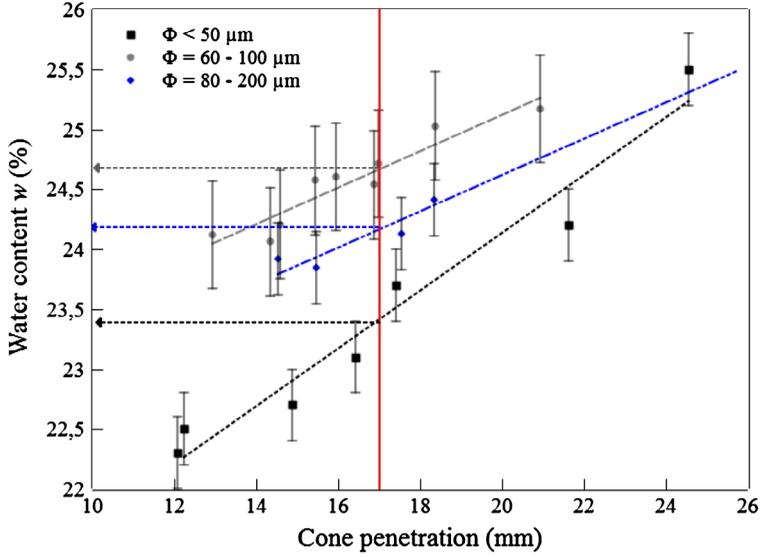


Figure 5. Liquid limit values w_L of glass beads.

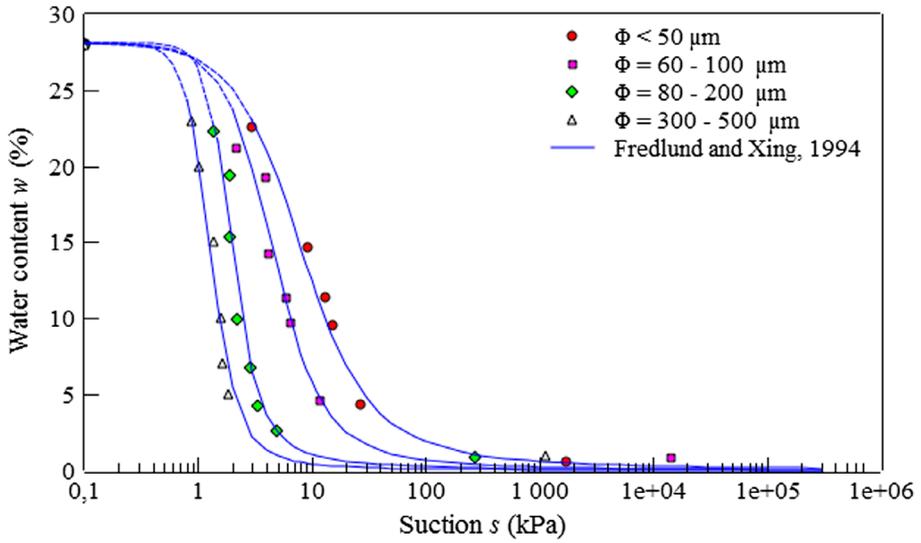


Figure 6. Retention curves for glass beads ($c = 0.59$).

$$w = w_s \cdot \left[\frac{1}{\ln(e + (s/a)^n)} \right]^m \quad (1)$$

with w being water content at different suctions s and w_s saturation water content, a , n and m are the model parameters.

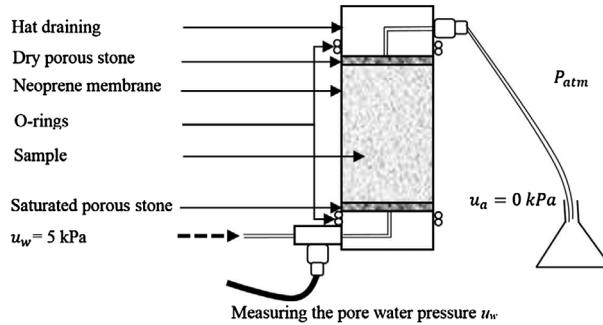


Figure 7. Illustration of wetting protocol.

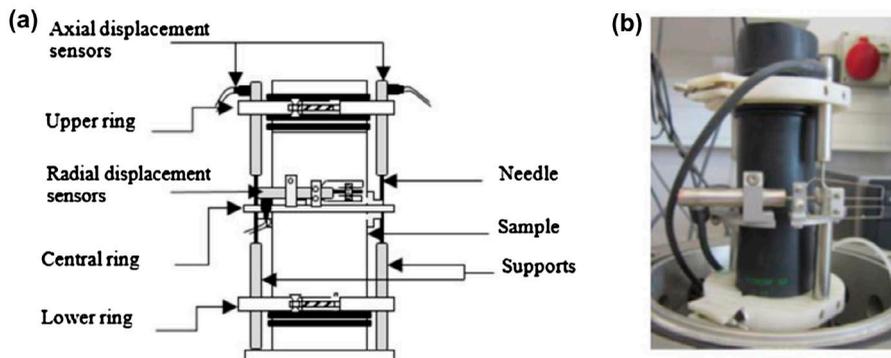


Figure 8. Illustration (a) and photograph (b) of a sample with LVDT sensors.

Experimental protocol

The glass bead samples are cylindrical in shape with an initial height $H_0=94$ mm and an initial diameter $D_0 = 50$ mm. The samples were prepared with an initial compactness. $c_0 = 0.59$ and initial water contents $w_0 = 5, 10$ or 15% by mixing a mass of dry glass beads m_s and a mass of deionised water $m_w = m_s \cdot w_0$. The sample preparation is done directly in the triaxial apparatus. The wet glass beads are placed in an adapted mould surrounded with neoprene membrane. Wet glass beads are compacted in two layers using a specific device designed in our laboratory. The initial water content w_0 allows to create the capillary bridges in the sample that are at the origin of their mechanical strength by cohesion.

The wetting protocol is illustrated in Figure 7. It consists of imposing a low water pressure ($u_w = 5$ kPa) at the bottom of the sample by the Pressure–Volume Controller while maintaining atmospheric air pressure at the top of the sample ($u_a = 0$ kPa). In these conditions, the water goes up in the sample by the capillary suction. The wetting tests were performed in the triaxial device of the type Bishop Wesley. In order to follow the axial and radial deformation of the sample, LVDT displacement sensors (both axial and one radial) were set-up as shown in Figure 8.

Axial deformations ε_a and radial deformations ε_r are deduced from the displacements measured by the local sensors according to the following relationships (Equation 2 and Equation 3):

$$\varepsilon_a = -\frac{\Delta H}{H_0} \quad (2)$$

$$\varepsilon_r = -\frac{\Delta R}{R_0} \quad (3)$$

where $\Delta H = H - H_0$ and $\Delta R = R - R_0$ are, respectively, the variations in height and radius at the sample centre (Figure 8). During the test, the water content $w(t)$ within the sample was determined by Equation 4:

$$w(t) = \frac{m_w + \Delta m_w(t)}{m_s} \quad (4)$$

where $\Delta m_w(t) = \rho_w \cdot V_w(t)$ is the mass of injected water, calculated by the water specific density ρ_w times the volume $V_w(t)$ of injected water, directly reported by the Pressure–Volume Controller at a given time t of the wetting path.

Experimental results

The wetting test results obtained on the samples of all grain size distributions ($\Phi < 50 \mu\text{m}$, $\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$, $\Phi = 80\text{--}200 \mu\text{m}$ and $\Phi = 300\text{--}500 \mu\text{m}$), with compactness $c_0 = 0.59$ and with initial water content $w_0 = 5\%$, are shown in Figure 9. As defined, respectively, in Equations 2 and 3, a positive axial deformation corresponds to a decrease in the height of the sample and a negative radial deformation corresponds to an increase in its diameter. The measurement of pore water pressures u_w at the bottom of samples during wetting is given in Figure 10.

During the ascent of water in the granular sample, axial deformations ε_a and radial deformations ε_r evolve gradually as shown in Figure 9. For a critical water content, deformations undergo a sudden variation assigned to the collapse phenomenon. The critical water content is subsequently called collapsing water content and noted w_{coll} . Figure 10 shows an increase in pore water pressure u_w at the collapsing water content w_{coll} . The uncertainty of the pore water pressure sensor is $\pm 1 \text{ kPa}$ which justifies the small pressure fluctuation.

The collapsing water content w_{coll} is defined as the water content when the capillary forces fall and no longer ensure the mechanical strength of granular material.

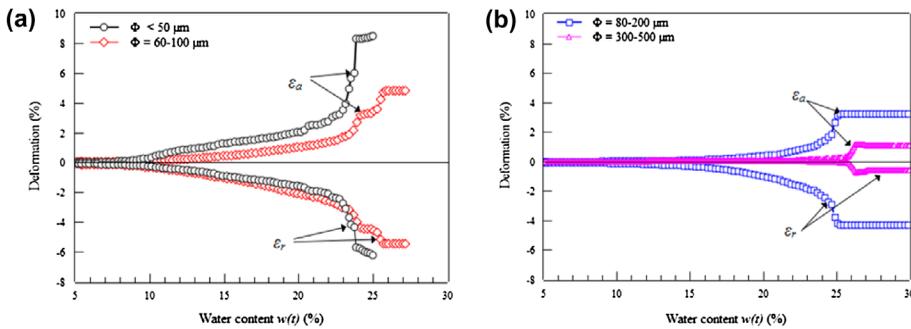


Figure 9. Evolution of axial ε_a and radial ε_r deformations during wetting for glass beads (a) $\Phi < 50 \mu\text{m}$, (a) $\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$, (b) $\Phi = 80\text{--}200 \mu\text{m}$ and (b) $\Phi = 300\text{--}500 \mu\text{m}$.

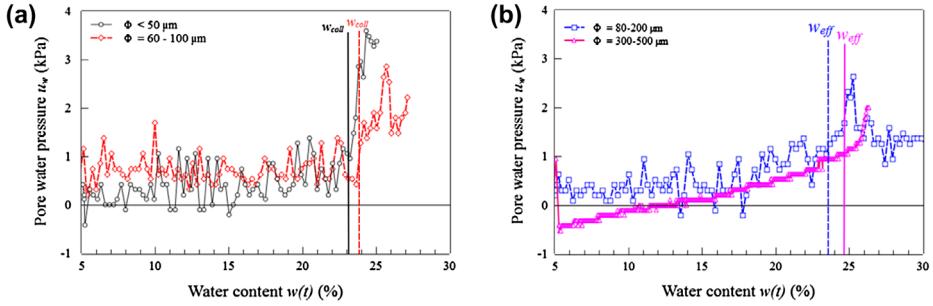


Figure 10. Evolution of water pore pressure u_w during wetting for glass beads (a) $\Phi < 50 \mu\text{m}$, (a) $\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$, (b) $\Phi = 80\text{--}200 \mu\text{m}$ and (b) $\Phi = 300\text{--}500 \mu\text{m}$.

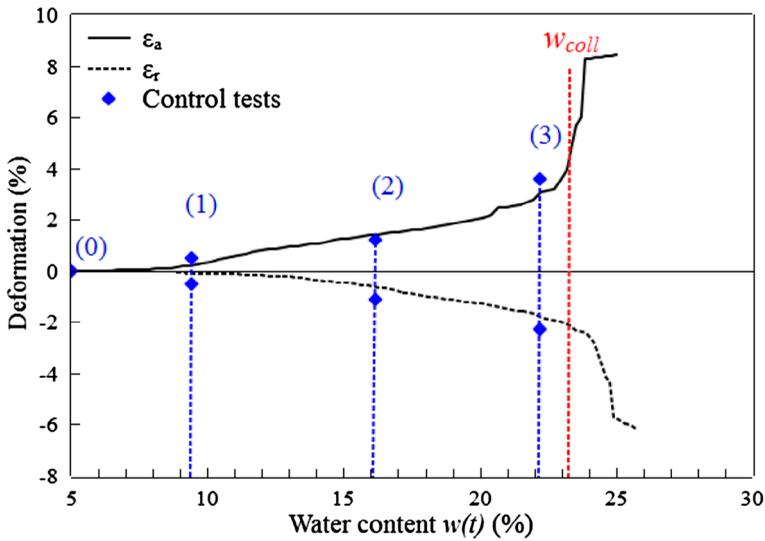


Figure 11. Evolution of axial ϵ_a and radial ϵ_r deformations during wetting for glass beads $\Phi < 50 \mu\text{m}$ with the three control points.

Table 2. Water content distributions in the sample during wetting.

Control point		w_{mes} (%)			
		(0)	(1)	(2)	(3)
Position	Top	4.93	4.97	10.86	23.42
	Middle	4.93	10.90	20.53	22.25
	Bottom	4.93	17.21	21.15	23.02
w_{avg} (%)		4.93	11.01	17.51	22.90

The experiments show that this fall consistently happens before the sample is saturated. In our experiments, the collapsing water content corresponds to the water content at which the axial and radial deformations are abruptly induced (Figure 9).

Experimental testing up to sample collapse provides no information about the evolution of the water content gradient. To find this gradient, three independent control tests were performed for grain size $\Phi < 50 \mu\text{m}$ (points (1), (2) and (3) in Figure 11). Before the occurrence of the collapse, wetting experiments were stopped at different volumes of injected water. Then, the measured water contents, denoted w_{mes} , were performed in an oven set at a temperature of 105°C on sample fractions at different positions at the top, middle and bottom (Table 2). The control tests also ensured the reproducibility of experiments.

The average of the measured water contents w_{mes} at different positions of the sample, denoted w_{avg} , was compared to the water content $w(t)$ (Equation 4). The difference between the two values, average water contents w_{avg} and water content $w(t)$, was considered as acceptable.

Table 2 shows that at the beginning of wetting an important water content gradient is set-up with higher water content at the bottom of the sample. However, just before the collapse, the water content gradient becomes negligible indicating homogenisation of the water content of any sample height.

The results of wetting tests on the different samples allow us present collapsing water content w_{coll} (Figure 12(a)) and the axial deformations ε_a after collapse (Figure 12(b)) as a function of grain size.

After these results, we have been interested to identify the influence of the initial water content w_0 on the collapsing water contents w_{coll} , the axial ε_a and radial ε_r deformations of samples. To do so, we performed wetting tests at different initial water contents w_0 of 5, 10 and 15%. The compactness of sample was $c_0 = 0.59$ for all grain sizes ($\Phi < 50 \mu\text{m}$, $\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$, $\Phi = 80\text{--}200 \mu\text{m}$ and $\Phi = 300\text{--}500 \mu\text{m}$). The results obtained on the collapsing water content w_{coll} and the axial deformation ε_a after the collapse depending on initial water contents w_0 are shown in Figure 13.

Figure 14 shows the evolution of pore water pressure during wetting tests at different initial water contents w_0 of 5, 10 and 15% for a sample with grain size $\Phi < 50 \mu\text{m}$. The other grain sizes used ($\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$, $\Phi = 80\text{--}200 \mu\text{m}$ and $\Phi = 300\text{--}500 \mu\text{m}$) show the same trends as for small granularity. As shown in the Figure 14, the collapse is always accompanied with a rough reduction in suction ($s = u_a - u_w$) because the pore

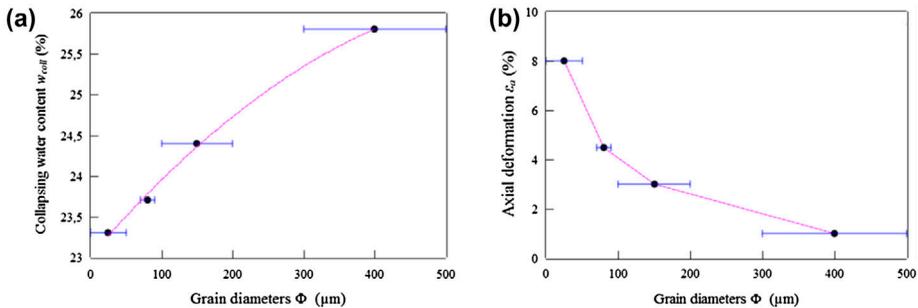


Figure 12. (a) Collapsing water content w_{coll} and (b) axial deformation ε_a as a function of grain size Φ .

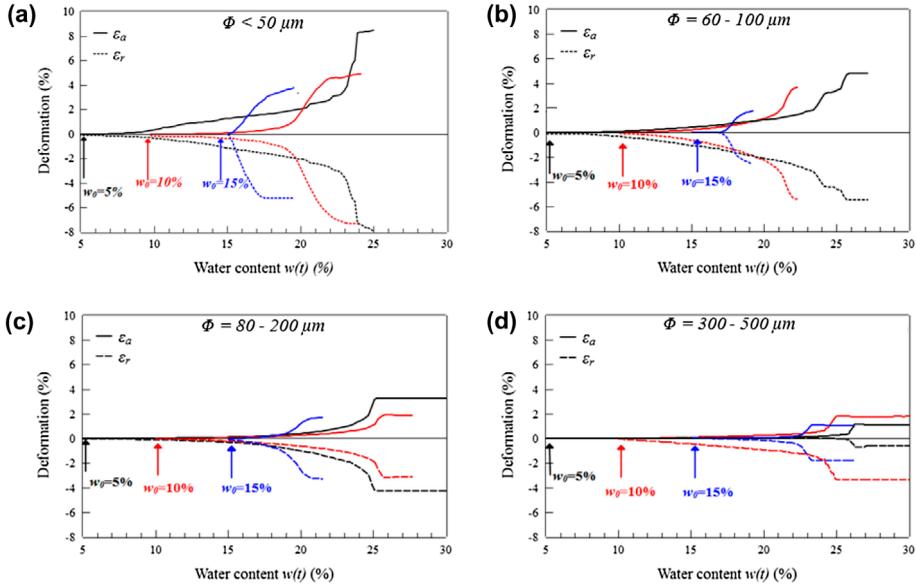


Figure 13. Effect of initial water content w_0 on deformation and collapsing water content w_{coll} during wetting ((a) $\Phi < 50 \mu\text{m}$, (b) $\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$, (c) $s = 80\text{--}200 \mu\text{m}$ and (d) $\Phi = 300\text{--}500 \mu\text{m}$).

water pressure u_w increases suddenly at the time of the collapse. During the test, the pore air pressure u_a is equal to zero in effective pressure corresponding to the atmospheric pressure. When the macroscopic pore water pressure is well defined (funicular domain), suction can be written as follows:

$$s = -u_w \quad (5)$$

These results show a dependence of the collapsing water content w_{coll} on initial water content w_0 of the granular medium where there is an almost linear decrease (Figure 15(a)). This dependence is more pronounced for small grain size $\Phi < 50 \mu\text{m}$ and $\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$. Figure 15(b) shows that the initial water content of the samples had little effect on the axial deformation amplitudes for grain sizes greater than $100 \mu\text{m}$.

Discussion

Wetting tests were performed on glass bead samples without confining stress ($\sigma_3 = 0 \text{ kPa}$) to highlight the original collapse mechanisms, which are purely waterborne. Wetting in a granular medium induced dimensional changes in the cylindrical sample. The deformations due to wetting took an abrupt form at a critical water content, called collapsing water content w_{coll} , for which the sample instantly lost its mechanical strength (Figure 9). This figure shows that the increase in water content involves an increase in deformations as a result of the decrease in cohesion. For low water contents, the capillary cohesion increases with the water content as shown by Richefeu et al., 2006; Soulié et al., 2006. For high water contents, the capillary bridges merge and the liquid phase becomes continuous in the sample. In this state, the capillary cohesion decreases with higher water contents and seems to be the origin of the observed collapse. The loss of mechanical strength

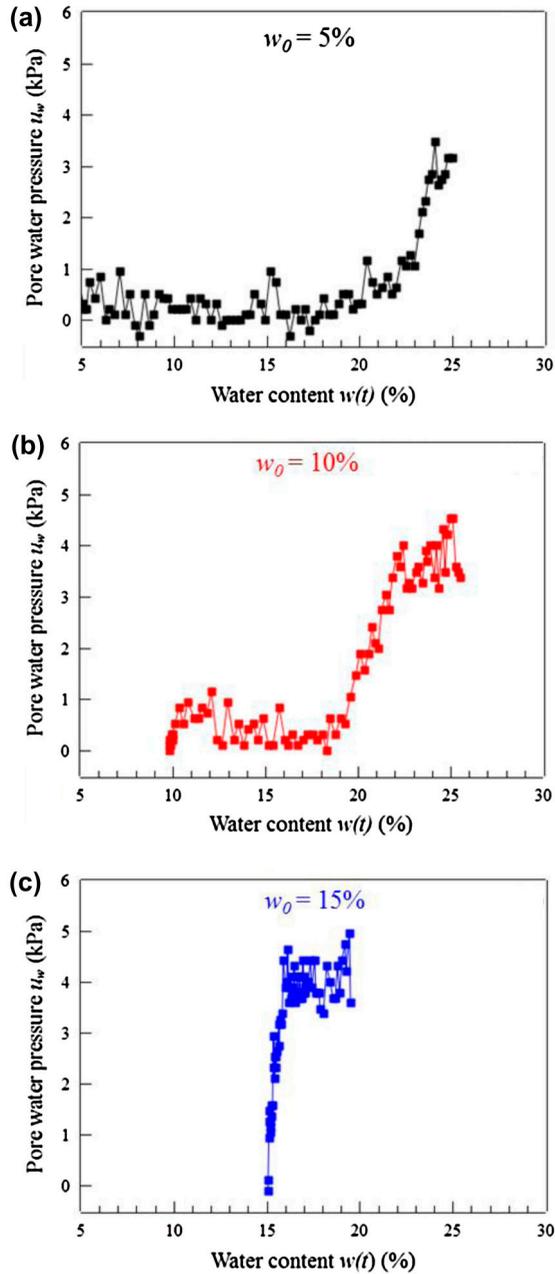


Figure 14. Evolution of the pore water pressure u_w for different initial water contents w_0 : (a) $w_0 = 5\%$, (b) $w_0 = 10\%$ and (c) $w_0 = 15\%$ (Glass beads $\Phi < 50 \mu\text{m}$).

was accompanied by an increase in pore water pressure within the sample, due to a rapid rearrangement of the grains (Figures 10 and 14).

For low initial water content ($w_0 = 5\%$), it was noted that the collapsing water content w_{coll} (for grain sizes: $\Phi < 50 \mu\text{m}$, $\Phi = 60\text{--}100 \mu\text{m}$ and $\Phi = 80\text{--}200 \mu\text{m}$) was

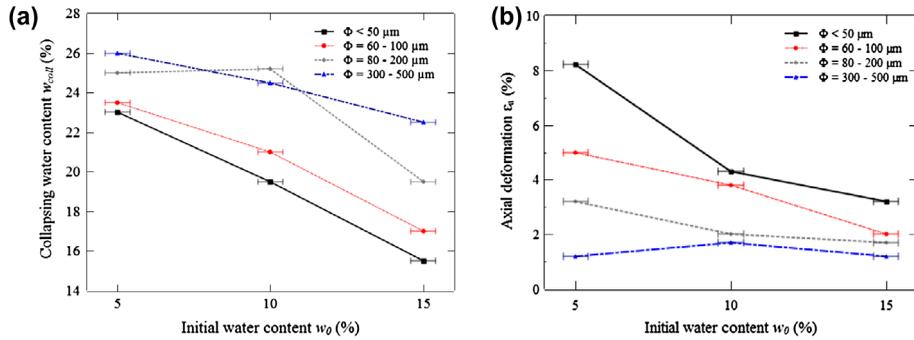


Figure 15. (a) Effect of initial water content w_0 on the collapsing water content w_{coll} and (b) on axial deformation ϵ_a of samples.

approximately equal to the liquid limit w_L measured by the penetration cone method (Figures 5 and 12(a)). This parameter (w_L) has also been used by several authors to characterise collapsible soils (Ayadat & Ouali, 1999 and Gibbs & Bara, 1962).

Collapsing water content w_{coll} and amplitude deformation, particularly for axial deformations ϵ_a (Figure 12) depended on grain size. We can see that the collapsing water content w_{coll} increased linearly with grain size. Axial deformation ϵ_a , decreased non-linearly with grain size. Both results show the high sensitivity of small granularity samples to wetting. This sensitivity can be explained by the different microstructural morphology of the samples, having the same volume fraction. The finer the grain size, the more dominant are the capillary forces relative to the gravity effect (Mitchell, 1993). The increase in the water content leads to a progressive merger of capillary bridges and subsequently a reduction in capillary forces that impacts more the finer grain. This effect is illustrated on the Figure 12(b) where we can notice that the fine grains present higher axial deformation.

For the wetting tests with different initial water content w_0 (5, 10 and 15%), the critical water content w_{coll} was seen to decrease with the initial water content w_0 (Figure 15(a)). This decrease was even more significant for small grain size (Figure 13), which appeared to be directly related to changes in matric suction (Figure 6).

The evolution of suction with different water contents w (5, 10 and 15%), showed the suction decrease to be more important for the smaller grain sizes ($\Phi < 50 \mu\text{m}$ and $\Phi = 60-100 \mu\text{m}$) than the coarser media ($\Phi = 80-200 \mu\text{m}$ and $\Phi = 300-500 \mu\text{m}$) (Figure 6). This relation between collapse and suction decrease is similar to the explanation of the collapse mechanism proposed by Tadepalli et al. (1992). It is also noted that axial deformation after the collapse is higher when the initial water content is low (Figures 13 and 15 (b)). This effect of initial water content on the amplitude of the collapse is similar to the results in the literature on mechanical stress inducing a collapse on sandy loam soil type (Tadepalli et al., 1992) and silty type of grain size between 2 and $80 \mu\text{m}$ (Delage, 2014 and Delage et al., 2005).

Conclusion

The collapse phenomenon observed on samples of glass beads comes from the loss of cohesion subsequent to the progressive merger of capillary bridges during wetting. Therefore, one possible origin of the collapse phenomenon on sandy soils is the loss of

capillary cohesion. However, in the case of clayey soils, this effect is associated with other more complex phenomena.

This phenomenon occurs at a critical water content with a notable decrease in the suction within the sample. For this critical water content, the capillary forces decrease enough to reduce the mechanical strength of the sample and this effect is more important on the axial deformation for finer grain. The effect of grain size particle and initial water content were highlighted. The high sensitivity of granular media to collapse can be explained by the morphological description of the samples (number of contacts, capillary bridges and pore distribution) and the reduction in matric suction with wetting. The water content at which the collapse occurs for initial water content $w_0 = 5\%$ is very close to the liquid limit of studied samples. Unfortunately, this does not seem to be the case for higher initial water contents ($w_0 = 10\%$ and $w_0 = 15\%$).

Disclosure statement

No potential conflict of interest was reported by the authors.

Funding

This work was supported by Labex NUMEV “Laboratoire d’Excellence : Solutions Numériques, Matérielles et Modélisation pour l’environnement et le vivant”, France and CNRST “Centre National pour la Recherche Scientifique et Technique” [Scholarship number : I003/013], Morocco.

References

- Ayadat, T., Belouahri, B., & Ait, Ammar R. (1998). Migration of fine size particles as a collapse mechanism of soils. *Revue Française de Géotechnique*, 83, 73–83.
- Ayadat, T., & Ouali, S. (1999). Identification des sols affaissables basée sur les limites d’Atterberg. *Revue Française de Géotechnique*, 86, 53–56.
- Barden, L., McGown, A., & Collins, K. (1973). The collapse mechanism in partly saturated soil. *Engineering Geology*, 7, 49–60.
- Delage, P., Cui, Y. J., & Antoine, P. (2005). Geotechnical problems related with loess deposits in northern France. *Proceedings of International Conference on Problematic Soils*, Famagusta, Cyprus. Bilsel and Nalbantoglu (eds). 2, 517–540.
- Delage, P. (2014). Geotechnical problems due to the collapse of unsaturated soils: the case of loess from northern France. *Journal of Applied Science & Engineering Technology*, 1, 17–22.
- Fredlund, D. G., & Xing, A. (1994). Equations for the soil-water characteristic curve. *Canadian Geotechnical Journal*, 31, 521–532.
- Gibbs H. J., & Bara J, P. (1962). Predicting surface subsidence from basic soil tests. *Special Technical Publication N° 322, American Society for Testing and materials ASTM Special Technical Publication*, 322, 277–283.
- Gras, J.-P., Delenne, J.-Y., & El Youssoufi, M. S. (2013). Study of capillary interaction between two grains: a new experimental device with suction control. *Granular Matter*, 15, 49–56.
- Hamblin, A. P. (1981). Filter-paper method for routine measurement of field water potential. *Journal of Hydrology*, 53, 355–360.
- Hueckel T., Mielniczuk B., & El Youssoufi M. S. (2013, March). *Micro-scale study of rupture in desiccating granular media*. Paper presented at the Geotechnical Special Publication GSP 231, Geo-Congress 2013, San Diego, pp. 808–817, doi:10.1061/9780784412787.082.
- Jennings J. E., & Knight K. (1957). The additional settlement of foundation due to a collapse of structure of sandy subsoils on wetting. *Proceeding of the 4th International Congress on Soil Mechanics and Foundation Engineering*, London, 1, 316–319.
- Jennings J. E., & Knight K. (1975). A guide to construction on or with materials exhibiting additional settlement due to collapse of grain structure. *Proceeding of the 6th Regional Conference for Africa on Soil Mechanics and Foundation Engineering*, Durban, South Africa, 1, 99–105.

- Mitchell, J. K. (1993). *Fundamentals of soil behavior* (2nd ed.). New York: Wiley Inter Science.
- Richefeu, V., El Youssoufi, M. S., & Radjaï, F. (2006). Shear strength properties of wet granular materials. *Physical Review E*, 73, 051304.
- Soulié, F., El Youssoufi, M. S., Cherblanc, F., & Saix, C. (2006). Capillary cohesion and mechanical strength of polydisperse granular materials. *The European Physical Journal E*, 21, 349–357.
- Tadepalli, R., Rahardjo, H., & Fredlund, D. G. (1992). Measurement of matric suction and volume changes during inundation of collapsible soils. *Geotechnical Testing Journal*, 15, 115–122.

Tensile and shear bond strength between cement paste and aggregate subjected to high temperature

Y. El Bitouri  · F. Jamin · C. Pélissou · M. S. El Youssoufi

Received: 9 May 2017 / Accepted: 16 October 2017 / Published online: 19 October 2017
© RILEM 2017

Abstract In the framework of studying the leakage rate of concrete containment of nuclear power plants during an accident, the mechanical characterization of interface between cement paste and limestone aggregate was performed with mechanical tests at the local scale, inside the laboratory of micromechanics and integrity of structures (MIS_t). The evolution of tensile and shear bond strength between cement paste and aggregate after heating was determined. It was revealed that the tensile bond strength was strongly affected by the temperature rise, with a decrease of about 71% at 60 °C. Moreover, the shear bond strength increased almost linearly with the increase of normal stress. According to the Coulomb criterion, the cohesion and the internal friction angle were

determined. These parameters decreased after heating, which indicates occurrence of thermic damage between cement paste and limestone aggregate. Finally, it appears that the tensile bond strength is more affected by the thermal damage than the shear bond strength.

Keywords Tensile strength · Aggregate · Cement paste · Shear strength · Temperature

1 Introduction

One of the main concerns in the context of the safety of nuclear installations is the control of the leakage rate of concrete containment of nuclear power plants during an accident. The typical scenario is a loss of coolant accident (LOCA) which can lead to a temperature rise of about 150 °C. The study of concrete mechanical behavior in this context seems therefore essential in order to anticipate the risk of leakage.

Several studies have been conducted on concrete behavior at high temperatures [1–6]. Indeed, when concrete is subjected to a temperature rise, several physicochemical changes occur. These physicochemical changes are accompanied by a loss of mechanical properties and a material damage (cracking). This damage can lead to a loss of containment properties (permeability and porosity), which is very detrimental

Y. El Bitouri (✉) · C. Pélissou
Institut de Radioprotection et de Sécurité Nucléaire IRSN,
B.P. 3, 13115 Saint-Paul-Lez-Durance Cedex, France
e-mail: youssef.elbitouri@mines-ales.fr

Y. El Bitouri · F. Jamin · C. Pélissou ·
M. S. El Youssoufi
MIS_t Lab., IRSN, CNRS, Univ. Montpellier,
Montpellier, France

F. Jamin · M. S. El Youssoufi
LMGC, CNRS, Univ. Montpellier, Montpellier, France

Present Address:

Y. El Bitouri
Centre des matériaux des mines d'Alès (C2MA), Ecole des
mines d'Alès, Alès, France

if the material is used in special structures such as containment of nuclear power plants.

Indeed, the main mechanisms responsible for the cracking of the concrete at high temperatures would be due to thermal and moisture transfers that induce an evaporation of water and an increase in pore pressure. However, other mechanisms may also contribute to the damage of concrete at high temperatures, such as high incompatibility of deformations between the matrix (cement paste, mortar) and aggregates [2, 7]. This incompatibility of deformations, or thermal mismatch mechanism, causes a preferential cracking at the matrix-aggregate interfaces also called “ITZ” for Interfacial Transition Zone. Most models [7–10] on the behavior of concrete at high temperatures do not explicitly account for the latter mechanism due to the difficulty to estimate the properties of interfaces.

ITZ is a heterogeneous area of the cement paste around the aggregate particles where the microstructure is modified by the presence of the aggregate (porosity gradient, gradient of anhydrous and hydrated phases). This region originates from the so-called “wall” effect of packing of cement grains against the relatively flat aggregate surface and the micro-bleeding [11, 12]. Different investigations have been performed to understand the microstructure of this transition zone [11–13], because its impact on concrete behavior is of considerable importance. Indeed, it is well known that the ITZ constitutes the weakest link in concrete. However, its mechanical properties are not widely known because direct mechanical characterization methods are difficult to perform. The nano-indentation technique, which is potentially the only one able to directly evaluate the mechanical properties of the interface, has its limitations due the great variability of the measurements [14, 15]. That is why different authors have thus tried to perform tests with simplified models such as sandwiched specimens in which cement paste (or mortar) is in contact with coarse aggregate [16–25]. It has to be kept in mind that it is just a model interfacial system that allows producing a bond between matrix and aggregate. In fact, the material preparation (mixing) greatly affects the formation of ITZ in concrete [14–26]. Pope and Jennings [26] reported that the interfacial zone of a limestone mortar is reduced in size by controlling the water-aggregate contact through a pre-coating procedure or by mixing the cement paste separately. For sandwiched specimens (model interfacial system), the

cement paste is generally prepared separately and then put in contact with an aggregate. This preparation method would simply make it possible to generate an interface similar to ITZ which probably has a different thickness than ITZ in concrete. Pope and Jennings [26] found that the size and character of the interfacial zone in model systems differ significantly from that seen in normal mortar systems. The size of the interfacial region in the model systems is much smaller (10–20 μm) than the size of the interfacial region in mortar systems. Although these differences between the model and “real” interfaces exist, the artificial interface constitutes a simple approach to estimate the properties of the bond between cement paste and aggregate while bearing in mind its limits. Furthermore, the relevance of this artificial interface could be checked by inverse analysis, using the properties determined by this approach in multi-scale modeling [27–29].

The aim of this paper is to characterize the tensile and shear bond strengths between cement paste and aggregate after heating by original experiments at local scale. This characterization will contribute to the understanding of the damage mechanisms of concrete at high temperatures, and will be also used to propose local laws for a multi-scale modeling of concrete subjected to high temperatures.

2 Experimental

In the framework of MIST Laboratory, the experiments are performed at Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC), in Montpellier (France). The purpose of these experiments is to characterize the tensile and shear bond strength between cement paste and limestone aggregate after heating.

2.1 Materials

The cement used is a Portland limestone cement CEM II/B-LL. The cement paste was prepared separately and then put in contact of the limestone aggregate. It was mixed in a standard mortar mixer with a water/cement ratio (w/c) of 0.3 according to the following sequence: (1) pour water into mixer bowl, (2) add cement while stirring at low speed, (3) mix at low speed for 3 min, then at high speed for 3 min.



The prismatic aggregates were cored from a single limestone rock. The material properties are given in Table 1.

Before casting, the cored aggregates are dried for 24 h at 105 °C inside a furnace to remove evaporable water and to ensure the same surface state (in term of water), and they are then positioned in specific molds ($10 \times 10 \times 30 \text{ mm}^3$). The molds are removed after 48 h of curing at 20 °C and high relative humidity ($\sim 100\% \text{ RH}$). After removing the molds, the prepared samples were stored in stable and controlled atmosphere, with temperature of 20 °C and high relative humidity ($\sim 100\% \text{ RH}$) in order to reduce the drying shrinkage.

2.2 Sample

The tested samples are of prismatic shape formed by a cement paste ($10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$) in contact with a limestone aggregate ($10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$) (Fig. 1a). This configuration makes it easy to calculate the stress from the measured force. About 138 samples were tested. Also, 15 samples of cement pastes were used to estimate the direct tensile strength of the bulk pastes.

As outlined in the introduction, the preparation method of samples and their geometric configuration allow only producing an artificial interface that differs from the interfacial transition zone in concrete in terms of the size and character [26].

2.3 Heating process

After 3 months of storage, the samples are subjected to heating in a furnace Nabertherm LH 216/12SW, with a heating rate of 1 °C/min, up to a set temperature (40, 60, 80, 100, 120, 150 °C). The stabilization step at the set temperature lasts 1 h. The cooling is performed naturally by maintaining the closed furnace.

Table 1 Material data of used components

Aggregate		Cement paste	
Size	$10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$	Size	$10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$
Origin	Limestone rock	Cement type	CEM II/B-LL 32.5 N
Density	2.7 g/cm^3	Density (measured)	2.2 g/cm^3

2.4 Mechanical tests

The mechanical tests (tensile and shear tests) are performed with the MTS Universal Testing Machine M1/E [30] at constant loading speed of 0.01 mm/s. To carry out the tensile test, the metal rods are bonded with special glue to the tested sample to fix it to the MTS Machine as illustrated in Fig. 1.

The device used for the shear test is shown in Fig. 1. It consists of two metal compartments and two plates ($9 \times 9 \text{ mm}$) placed on the sides to apply a normal force. This normal force is measured using a force sensor (Omega LCMKD compression load 0–1000 N). For each test, the rupture strength is measured for each applied normal stress, which allows determining the interface cohesion and the friction angle (Coulomb criterion).

Before each test, the dimensions of the sample were measured for better determining the stress. All the tests were performed in triplicated.

2.5 Scanning electron microscope observations

In order to visualize the cracking facies of the cement paste-aggregate interface, the observations were carried out using scanning electron microscope (FEI QUANTA 200 FEG high resolution environmental SEM) before and after heating.

Table 2 summarizes all the tests performed with some results obtained.

3 Results and discussion

In this part, the results of the mechanical tests obtained are presented and discussed. For each test (tensile and shear), the results on the sound samples are first presented, then those on the samples that have undergone the heating process (degraded samples).

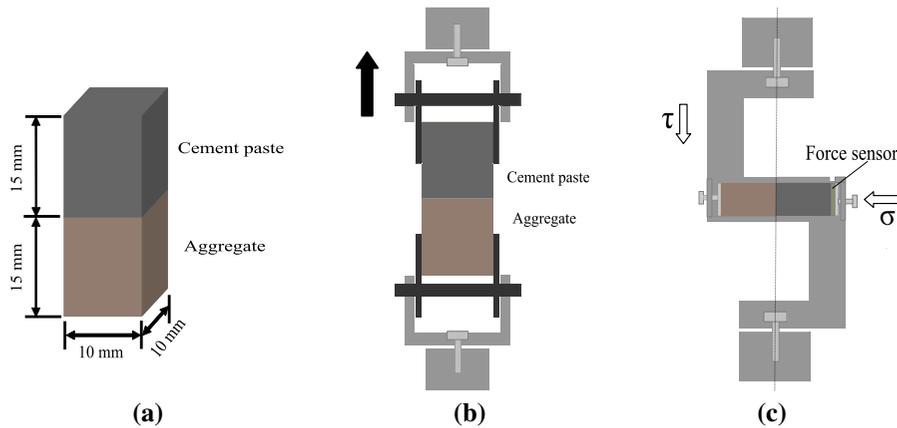


Fig. 1 Geometric configuration of the sample (a), tensile test (b) and shear test (c)

Table 2 The tests performed

Temperature (°C)	Tensile strength f_t (MPa)	Shear strength (MPa)		SEM observations
		Cohesion C (MPa)	Friction angle ϕ (°)	
20	2.1	4.1	47.6	Tangential cracks
40	1.2	3.0	38.8	
60	0.6	2.6	33.3	
80	0.3	1.8	28.8	
100	0.2	1.1	26.2	
120	0.2	1.1	23.5	Tangential and radial cracks
150	0.1	0.7	23.1	

3.1 Tensile tests

3.1.1 Sound samples

The direct tensile test was performed on cement paste/aggregate samples, as well as on cement paste samples. The latter have a dimension of $10 \times 10 \times 30 \text{ mm}^3$ and were stored at 20 °C and 100% RH. For each hydration time, the mean tensile strength was determined on three samples. The evolution of the tensile strength of the cement paste is shown in Fig. 2. This figure shows a gradual increase in the tensile strength, which begins to stabilize at 2.5 MPa after 4 weeks of hydration. This strength value corresponds to the cement class used (CEM II/B-LL 32.5 N).

Figure 2 shows the evolution of the tensile bond strength between cement paste and aggregate. An

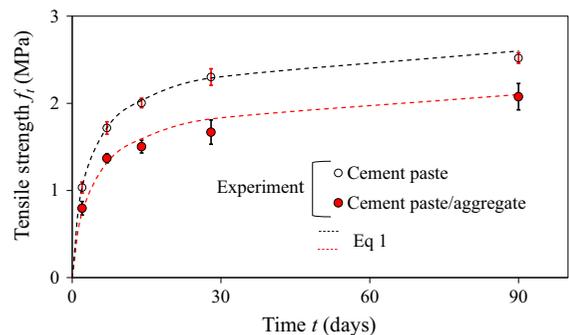


Fig. 2 Evolution of tensile strength f_t of cement paste and cement paste-aggregate interface as a function of hydration time (t)

increase in bond strength is observed over time due to the development of the hydration. The tensile bond strength is 15–20% less than that of the bulk paste, but its evolution during hydration follows the same



kinetics. Hsu and Slate [16] found that direct tensile bond strength between aggregate and paste varied from about 30–70% of the tensile strength of the bulk paste, and dependent on the aggregate type (sandstone, granite, limestone), surface roughness of aggregate, and water to cement ratio (0.265–0.36). The tensile bond strength was higher with limestone aggregates. This bond strength increased as the water to cement ratio of the paste was reduced. Also, with increasing age, the bond strength increased. In our case, the direct tensile bond strength is close to that of the paste due to the low water to cement ratio ($w/c = 0.3$) and the nature of the aggregates used (limestone aggregates).

According to Grandet and Ollivier [31], the limestone aggregates develop epitaxy properties with the cement paste (calcium monocarboaluminate created by reaction with calcite), resulting in a more homogeneous transition zone. Figure 4 shows the cement paste-aggregate interface which appears homogenous, but the presence of the calcium monocarboaluminate should be confirmed by XRD spectrum or other evidences.

The evolution of tensile strength as function of the hydration time (t) can be approximated by an exponential function (Eq. 1) such as that proposed in Eurocode [32] and plotted on Fig. 2:

$$f_i(t) = f(t_\infty) \exp\left(k\left(1 - \frac{t_\infty}{t}\right)^{0.5}\right) \quad (1)$$

where $f(t_\infty)$ is the tensile strength which corresponds to almost complete hydration ($t_\infty = 90$ days), equal to 2.6 for cement paste and 2.1 for cement paste-aggregate bond, and k is a fitting parameter of the evolution kinetics, equal to 0.16 for cement paste and 0.18 for cement paste-aggregate bond.

3.1.2 Degraded samples

The tensile tests were performed on cement paste-aggregate samples after they had undergone the heat treatment. The samples were heated and tested after three months of curing at 20 °C and 100% RH. Figure 3 shows the evolution of tensile bond strength between cement paste and aggregate depending on the temperature. One can note a gradual decrease in tensile bond strength which is approximately 71% at 60 °C and about 90% at 120 °C. This loss of strength could be due to several factors. First, the ettringite

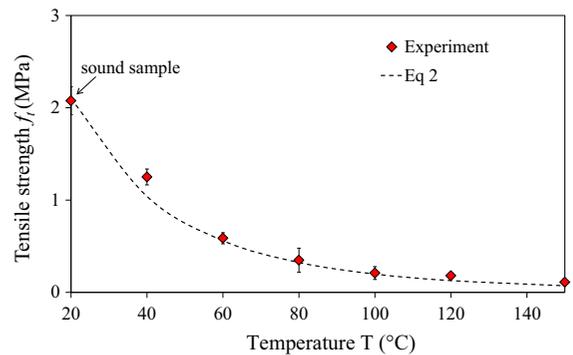


Fig. 3 Evolution of tensile strength f_i of cement paste-aggregate interface after heating versus temperature (T)

which is unstable in temperature dissolves in the pore solution at 70 °C releasing a large amount of water [33, 34] and is completely dissolved at 100 °C [3]. The high concentration of ettringite at the cement paste-aggregate interface [35] makes that its dissolution may weaken the interface.

However, the main mechanism to explain the decrease in tensile bond strength with heating is the significant difference in the thermal expansion between the cement paste and the aggregates [2]. Indeed, the coefficient of thermal expansion (CTE) of the limestone aggregates increases as a function of temperature. It varies between 3 and 10 $\mu\text{m}/\text{m}/\text{K}$ when the temperature increases from 20 to 80 °C and reaches 17 $\mu\text{m}/\text{m}/\text{K}$ at 300 °C [36]. The cement paste has a coefficient of thermal expansion between 10 and 30 $\mu\text{m}/\text{m}/\text{K}$. The CTE of cement paste decreases when temperature increases [6, 36]. This difference in coefficient of thermal expansion causes differential deformations (thermal mismatch mechanism), which induce a system of internal stresses leading to tangential cracks [37] as shown in Fig. 4. Hettema [38] shows that when the CTE of inclusion (aggregate) is greater than of the matrix (cement paste), the result is the formation of radial cracks within the matrix. On the other hand, the tangential cracks develop at the inclusion/matrix interface when the CTE of inclusion is lower than of the matrix. The radial cracks occur when the temperature is above 150 °C, while the tangential cracks occur when the temperature is below 150 °C [6, 37, 39]. Figure 4 shows a beginning of radial cracks in the cement paste heated to 120 °C which suggesting that the CTE of aggregates becomes close to or greater than that of the paste.

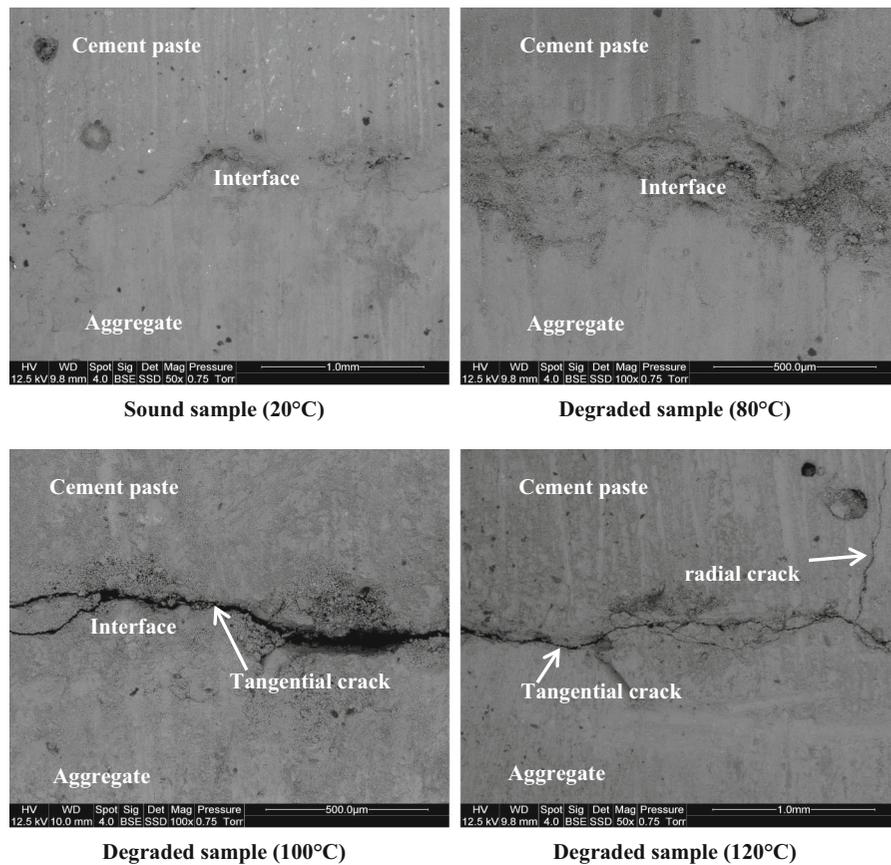


Fig. 4 SEM photos showing cement paste-aggregate interface before and after heating; image with detection of backscattered electrons (BSE)

In addition, the free water present in the capillary porosity and a portion of the bound water evaporate. This loss of water leads to a drying shrinkage of the paste, which is activated with temperature rise [36]. Thus, the behavior of the heated cement paste begins with a thermal expansion due to heating process. Then, if no precautions are taken against the drying during the heating, there is a contraction phase [36]. So there is a competition between drying shrinkage and thermal expansion which accentuates the incompatibility of deformation between the paste and the aggregate.

The evolution of tensile bond strength as a function of temperature (T) can also be approximated by an exponential function (Eq. 2), as illustrated in Fig. 3:

$$f_t(T) = f(T_{\text{ref}}) \exp \left(k_{\text{th}} \left(\frac{T_{\text{ref}}}{T} - 1 \right) \right) \quad (2)$$

where $f(T_{\text{ref}})$ is the tensile strength at the reference temperature ($T_{\text{ref}} = 20 \text{ }^\circ\text{C}$), equal to 2.1 MPa, and k_{th}

is a calibration parameter determined by fitting the relationship presented in (Eq. 2) with experimental results. This parameter is equal to 11.

3.2 Shear tests

3.2.1 Sound samples

The shear test is carried out on cement paste/aggregate samples after three months of curing at $20 \text{ }^\circ\text{C}$ and 100% RH. Figure 5 shows the evolution of shear bond strength as a function of the normal stress. It may be noted that the shear strength increases linearly with the normal stress. Taylor and Broms [17] found the same results by using sandwiched specimens.

So, we can assume that the shear behavior of the interface follows a linear trend as Mohr–Coulomb model (failure criterion) (Eq. 3) which allows accessing to the cohesion and the internal friction angle by:

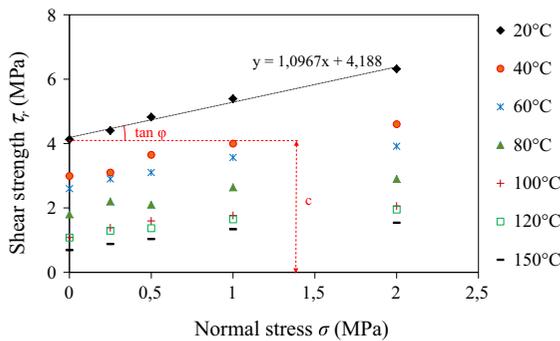


Fig. 5 Evolution of shear strength of cement paste-aggregate interface versus normal stress and temperature

$$\tau_r(\sigma) = c + \sigma \tan(\phi) \quad (3)$$

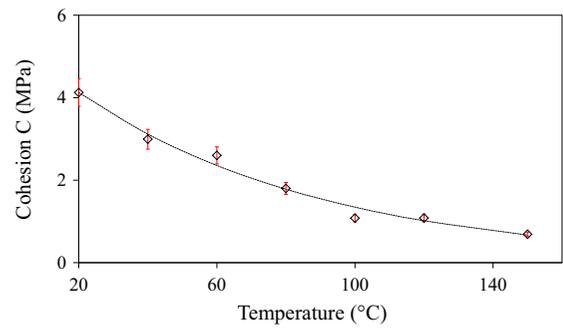
where τ_r is the shear stress at rupture (MPa), σ the applied normal stress (MPa), ϕ the friction angle and c the cohesion (MPa).

The friction angle is of about 48° for sound sample. According to Taylor and Broms [17] and Gu et al. [22], this friction angle corresponds to a failure mode by slip at the interface rather than crushing of the paste. In order to examine the effect of the strength and surface condition of coarse aggregate on the fracture of concrete, Kosaka et al. [19] performed shear bond test on specimens consisted of a cylindrical coarse aggregate and mortar matrix. They showed that shear bond strength depends on the curing condition, type of aggregate and surface roughness. The shear bond test allowed identifying a friction angle ranged between 30° and 40° .

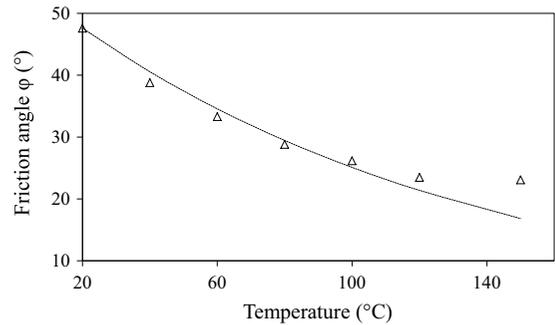
3.2.2 Degraded samples

Figure 5 shows the evolution of shear strength according to the normal stress for different temperature of heating (20, 40, 60, 80, 100, 120 and 150 °C). For a fixed normal stress, the shear bond strength decreases as a function of temperature.

The evolution of cohesion as function of heating temperature is shown in Fig. 6a. During heating, a progressive decrease in the cohesion can be observed. A weakening of the interface is then noticed when the heating temperature increases. The cause of this weakening is mainly due to the thermal mismatch mechanism. This loss of bonding between the aggregate and the paste can be illustrated by the decrease of the internal friction angle (Fig. 6b) during heating.



(a)



(b)

Fig. 6 Evolution of cohesion (a) and friction angle (b) during shear test

Thus, when the interface undergoes heating, the loss of contact facilitates the slip between the paste and aggregate, which reduces the friction.

The evolution of cohesion and internal friction angle as a function of temperature (T) can also be approximated by an exponential function (Eq. 4), as illustrated in Fig. 6:

$$X_i(T) = X_i(T_{\text{ref}}) \exp(a_i \times (T_{\text{ref}} - T)) \quad (4)$$

where i = cohesion C or internal friction angle ϕ , $X_i(T_{\text{ref}})$ is cohesion C (or internal friction angle ϕ) at the reference temperature ($T_{\text{ref}} = 20^\circ\text{C}$) and a_i a calibration parameter determined by fitting the exponential function (Eq. 4) with the experimental results.

Figure 7 shows the evolution of cohesion C /tensile bond strength f_t ratio as a function of temperature with a ratio of about 2 at 20°C , in accordance with the results obtained by Nguyen [18]. Note that C/f_t ratio increase progressively as a function of temperature, which shows that the tensile bond strength is more affected by the thermal damage than the shear bond strength. This could be explained by the fact that the modes of rupture are different. In the case of direct

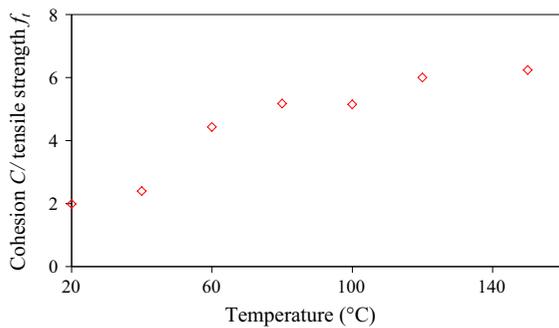


Fig. 7 Evolution of cohesion C /tensile bond strength f_t ratio as a function of temperature

tensile test, the failure occurs by decohesion (mode I), whereas in the case of shear test, the failure occurs by sliding (mode II) which generates a residual resistance due to friction of the lips of cracks [40].

4 Summary

The experimental program performed in this work allowed characterizing the tensile and shear bond strengths between cement paste and limestone aggregate. It reveals that:

1. the tensile bond strength is 20% lower than that of the cement paste, and evolves during hydration with the same kinetics as cement paste. The tensile bond strength decreases as the heating temperature increases. It decreases by 71% at 60 °C and about 90% at 120 °C. This strength decrease is mainly due to the weakening of the interface by the thermal mismatch mechanism.
2. the shear bond strength increases almost linearly with the increase of the normal stress. Thus, assuming that the evolution follows the Mohr–Coulomb model, the changes in cohesion and friction angle as a function of temperature are determined. A gradual decrease is observed in cohesion and friction angle, reflecting a decrease of adhesion properties between the cement paste and limestone aggregate.
3. the direct tensile bond strength is more affected by the thermal degradation than the shear bond strength.

Compliance with ethical standards

Conflict of interest The authors declare that they have no conflict of interest.

References

1. Alonso C, Fernandez L (2004) Dehydration and rehydration processes of cement paste exposed to high temperature environments. *J Mater Sci* 39(9):3015–3024
2. Bažant Z, Kaplan M (1996) Concrete at high temperature: material behaviour and mathematical modelling. Longman, London, p 412
3. Castellote M, Alonso C, Andrade C, Turrillas X, Campo J (2004) Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. *Cem Concr Res* 34(9):1633–1644
4. Dias W, Khoury G, Sullivan P (1990) Mechanical properties of hardened cement paste exposed to temperatures up to 700°C. *ACI Mater J* 87(2):160–166
5. Khoury G, Sullivan G (1988) Research at imperial college on the effect of elevated temperatures on concrete. *Fire Saf J* 13(1):69–72
6. Piasta J (1984) Heat deformation of cement phases and microstructure of cement paste. *Mater Struct Res Test RILEM* 17(102):415–420
7. Ulm F, Coussy O, Bažant Z (1999) The “Channel” fire II: analyses of concrete damage. *J Eng Mech* 125(3):283–289
8. Schrefler B, Brunello P, Gawin D, Majorana C, Pesavento F (2002) Concrete at high temperature with application to tunnel fire. *Comput Mech* 29(1):43–51
9. De Sa C, Benboudjema F (2011) Modeling of concrete nonlinear mechanical behavior at high temperatures with different damage-based approaches. *Mater Struct* 44(8):1411–1429
10. Dal Pont S, Meftah F, Schrefler B (2011) Modeling concrete under severe conditions as a multiphase material. *Nucl Eng Des* 241(3):562–572
11. Ollivier J, Maso J, Bourdette B (1995) Interfacial transition zone in concrete. *Adv Cem Based Mater* 2(1):30–38
12. Scrivener K, Crumie A, Laugesen P (2004) The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. *Interface Sci* 12:411–421
13. Breton D, Carles-Gibergues A, Ballivy G, Grandet J (1993) Contribution to the formation mechanism of the transition zone between rock-cement paste. *Cem Concr Res* 23:335–346
14. Li W, Xiao J, Sun Z, Kawashima S, Shah S (2012) Interfacial transition zones in recycled aggregate concrete with different mixing approaches. *Constr Build Mater* 35:1045–1055
15. Xiao J, Li W, Sun Z, Lange D, Shah S (2013) Properties of interfacial transition zones in recycled aggregate concrete tested by nanoindentation. *Cem Concr Compos* 37:276–292
16. Hsu T, Slate F (1963) Tensile bond strength between aggregate and cement paste or mortar. *ACI J* 60(4):465–485
17. Taylor M, Broms B (1964) Shear bond strength between coarse aggregate and cement paste or mortar. *ACI J* 61(8):939–958

18. Nguyen T (2013) Etude de la zone d'interphase "granulats calcaires poreux-pâte de ciment": Influence des propriétés physico-mécaniques des granulats; conséquences sur les propriétés mécaniques du mortier, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, France. PhD Thesis
19. Kosaka Y, Tanigawa Y, Oota F (1975) Effect of coarse aggregate on fracture behavior of concrete. *Trans Archit Inst Jpn* 228:1–12
20. Al Attar T (2013) A quantitative evaluation of bond strength between coarse aggregate and cement mortar in concrete. *Eur Sci J* 9(6):46–60
21. Husem M (2003) The effects of bond strengths between lightweight and ordinary aggregate-mortar, aggregate-cement paste on the mechanical properties of concrete. *Mater Sci Eng A* 363(1):152–158
22. Gu X, Hong L, Wang Z, Lin F (2013) Experimental study and application of mechanical properties for the interface between cobblestone aggregate and mortar in concrete. *Constr Build Mater* 46:156–166
23. Sicat E, Gong F, Ueda T, Zhang D (2014) Experimental investigation of the deformational behavior of the interfacial transition zone (ITZ) in concrete during freezing and thawing cycles. *Constr Build Mater* 65:122–131
24. Jebli M, Jamin F, Garcia-Diaz E, El Omari M, El Youssoufi M (2016) Influence of leaching on the local mechanical properties of an aggregate-cement paste composite. *Cem Concr Compos* 73:241–250
25. Zibelmann R (1987) A method for strengthening the bond between cement stone and aggregates. *Cem Concr Res* 17:651–660
26. Pope A, Jennings H (1992) The influence of mixing on the microstructure of the cement paste/aggregate interfacial zone and on the strength of mortar. *J Mater Sci* 27:6452–6462
27. Unger J, Eckardt S (2011) Multiscale modeling of concrete: from mesoscale to macroscale. *Arch Comput Methods Eng* 18:341–393
28. Carraraa P, Wua T, Krusea R, De Lorenzisa L (2016) Towards multiscale modeling of the interaction between transport and fracture in concrete. *RILEM Tech Lett* 1:94–101
29. Palmieri V, De Lorenzisa L (2014) Multiscale modeling of concrete and of the FRP-concrete interface. *Eng Fract Mech* 131:150–175
30. MTS Systems Corporation. www.mts.com/2002
31. Grandet J, Ollivier J (1980) Etude de la formation du monocarboaluminate de calcium hydraté au contact d'un granulats calcaire dans une pâte de ciment Portland. *Cem Concr Res* 10(6):759–770
32. European Committee for standardization (2004) EN 1992-1-2: 2004 eurocode 2: design of concrete structures, CEN
33. Heinz D, Ludwig U (1987) Mechanism of secondary ettringite formation in mortars and concretes subjected to heat treatment. In: Concrete durability. Katharine and Bryant Mather international symposium SP-100, American Concrete Institute, Farmington Hills, Michigan, pp 2059–2071
34. Collepardi M (2003) A state of the art review on delayed ettringite attack on concrete. *Cem Concr Compos* 25(4–5):401–407
35. Grandet J, Ollivier J (1980) New method for the study of cement-aggregate interfaces. In: Proceedings of the 7th international congress on the chemistry of cement III, editions septima, Paris, pp 85–89
36. Cagnon H, Vidal T, Sellier A, Soula C, Bourbon X, Camps G (2016) Effects of water and temperature variations on deformation of limestone aggregates, cement paste, mortar and high performance concrete (HPC). *Cem Concr Compos* 71:131–143
37. Fu Y, Wong Y, Poon C, Tang C, Lin P (2004) Experimental study of micro/macro crack development and stress-strain relations of cement-based composite materials at elevated temperatures. *Cem Concr Res* 34:789–797
38. Hetteema M (1996) The thermo-mechanical behaviour of sedimentary rock: an experimental study. PhD Thesis, Delft University
39. Al Nahhas F (2004) Comportement thermo-mécanique des murs en maçonnerie de blocs creux en béton sous l'action d'un feu conventionnel," PhD thesis, Université de Marne-La-Vallée
40. Rao G, Prasad B (2002) Influence of the roughness of aggregate surface on the interface bond strength. *Cem Concr Res* 32:253–257



Leaching effect on mechanical properties of cement-aggregate interface

M. Jebli ^{a, c, *}, F. Jamin ^{a, b}, C. Pelissou ^{b, d}, E. Malachanne ^c, E. Garcia-Diaz ^c,
M.S. El Youssefi ^{a, b}

^a LMGC, Univ. Montpellier, CNRS, Montpellier, France

^b MIST Lab., IRSN, CNRS, Univ. Montpellier, France

^c C2MA, Ecole des Mines D'Alès, Alès, France

^d Institut de Radioprotection et de Sécurité Nucléaire IRSN, B.P. 3, 13115 Saint-Paul-lez-Durance Cedex, France



ARTICLE INFO

Article history:

Received 20 July 2017

Received in revised form

21 November 2017

Accepted 26 November 2017

Available online 2 December 2017

Keywords:

Cement paste

Cement-aggregate interface

Chemical degradation

Leaching

Tensile test

Shear test

Local scale

ABSTRACT

This study concerns the characterization of the mechanical properties of the cement paste and of the cement-aggregate interface in the degraded state by a chemical leaching mechanism. This study is carried out within the framework of the MIST laboratory. The experimental tests were carried out on cement paste and composites consisting of aggregates bound by the same cement paste prepared with a water/cement ratio of 0.5. The particular experimental devices, designed and produced for the purposes of this study, made it possible to directly solicit the composites at the cement-aggregate interface. As the process of leaching with the deionized water occurs very slowly, the experimental study is accelerated in the laboratory by replacing water by ammonium nitrate solution. To quantify the development and kinetics of chemical degradation at the cemented bond, the concrete leaching fronts are characterized at different times of degradation by using phenolphthalein. The local mechanical tests (tensile and shear) are performed on cement paste and composite at different degradation rate. The experimental results show a fast drop in shear or tensile strength of about 45% at the beginning of degradation. These results confirm the effect of the cement paste-aggregate interface degradation on the mechanical properties.

© 2017 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

The concrete is a porous and heterogeneous material filled with a interstitial solution in thermodynamic equilibrium with solid hydrates. The interstitial solution contained in the porous structure of the cement paste is highly charged with alkaline (Na^+ , K^{2+} , Ca^{2+} , OH^-) [20]. Those ions contribute to the chemical equilibrium. The contact of the concrete with water creates concentration gradients in the interstitial solution between the outside environment and the core of the concrete. This gradient causes the development of a degraded zone in the cement paste and the diffusion of calcium in the interstitial solution toward the aggressive solution. Moreover, this diffusion perturbs the established equilibrium between the interstitial solution and solid phases and leads to the dissolution or precipitation of the solid phases. The decrease in the concentration of calcium in this zone induces the dissolution of Portlandite and

the progressive decalcification of C-S-H. The consequences on the cement paste microstructure are an increase of porosity which has important consequences to transport and a decline of the mechanical properties of the cementitious material with time: a loss of elastic properties and a loss of strength [6,8,15].

Several studies have been conducted on cement paste and mortar leaching at macroscopic scale [1,2,6,8,16,19]. The local hydration conditions in the areas close to the paste-aggregate interface are altered at the beginning of the reactions. This change is due to the presence of an excess of water due to either the wall effect or to the bleeding. These two phenomena lead to a local increase of the pores volume in which the hydrates can be developed. It is well known that the porosity of the cement-aggregate interface is always greater than the porosity in the bulk paste. So, this higher porosity increases the dissolution rate of portlandite and decalcification of C-(A-)S-H and, consequently, accelerated the chemical attack front at the interface. On the other hand, the presence of aggregates influences the diffusion rate, the aggregates slow down the transport of the material due to the increase of tortuosity [17].

* Corresponding author. LMGC, Univ. Montpellier, CNRS, Montpellier, France.
E-mail address: mouad.jebli@umontpellier.fr (M. Jebli).

demonstrated that the effective diffusion coefficient of concrete decreases with the aggregate content until it reaches about 50% [18]. carried out accelerated leaching tests on cement paste, mortar and concrete to highlight the aggregate effect on the leaching kinetics. Comparing the degradation of cement paste and concrete, the results showed that the presence of aggregate constitutes an obstacle on the pathway of the material transport in the cement paste, which slows down the calcium ions diffusion process, and may introduce additional tortuosity. Until now, few studies concerned the effect of the cement-aggregate interface in the literature. To characterize the leaching effect of the cement-aggregate interface on the mechanical properties of cementitious materials, a set of experiments were conducted by Carde and François [5] on cement paste and mortar, with or without silica fume. The addition of silica fume allows the consumption of portlandite by the pozzolanic reaction to form C-S-H, thus densifying the microstructure and leading to interface reduction [9]. For samples containing silica fume, it has been shown that there is little difference in strength between cement paste and mortar. This in particular may be explained by properties of the interface which approximate those of the paste. In the case of samples without silica fume, there is a greater loss of strength of the mortar compared to that of the cement paste. Indeed, this is due to the high concentration of the portlandite at the interphase. The preferential leaching of this hydrate causes a considerable reduction of the mechanical properties. An attempt at a direct characterization of the leaching effect of the interface was carried out by Buzzi et al. [4]. They subjected rock-concrete composites to accelerated leaching using ammonium nitrate with concentration of 6 mol/l for a period of 100 days, at the end of which shear tests were performed. It has been shown that a degradation of a depth of about 2 mm produces a radical change in behavior due to the local loss of mechanical properties. In a recent experimental study at local scale [12], submitted composites, consisting of two spherical aggregates bonded by a cement paste, to accelerated leaching by ammonium nitrate. These samples were subjected to direct tensile tests which solicit the cement-aggregate interface at different time of degradation. They have a fast drop in the force at rupture at the beginning of degradation.

In this paper, we propose to characterize at the same local scale the leaching effect of the cement-aggregate interface on the mechanical properties by considering two original geometric configurations of composites samples. The composites are subjected to direct tensile and shear tests after accelerated leaching.

2. Experimental program

The aim of this experimental study is to characterize the effect of the chemical degradation by leaching on the mechanical behavior

of pure cement paste and of cement paste-aggregate interface. This is achieved using direct tensile and direct shear tests, on the same samples and the same mechanical tests as proposed by Jebli et al. [13].

2.1. Geometric configuration of the samples

The tests were carried out on prismatic composite samples. This composite consisting of limestone aggregates and cement paste. The geometry of the samples is the same as that defined by Jebli et al. [13] (Fig. 1), to study the mechanical behavior of cement paste and cement paste-aggregate interface during hydration. The same materials are also chosen, as summarized in Table 1.

The chemical composition of the cement used is shown in Table 2, and the diffractogram of the limestone aggregate is presented in Fig. 2. The diffractogram shows that this limestone is very rich in calcite (CaCO_3), and we also find very little quartz.

The composites are prepared using special molds (Fig. 3), with a constant distance between the aggregate in the case of composite for tensile tests. After preparation, the composites are removed after 24 h from the molds and conditioned 40 days in water saturated with lime.

2.2. Mechanical test

As shown in Fig. 4, the mechanical tests (direct tensile and direct shear tests) are performed with the mechanical devices detailed in Jebli et al [13]. The tests (tensile and shear tests) are performed with the MTS machine at a constant loading speed of 0.01 mm/s. For the direct tensile test (Fig. 4a), the sample is fixed to the machine by means of the rods. During the tensile test, the force F is measured and the stress σ is calculated (Equation (1)). For the direct shear test

Table 1
Material data of components used.

Aggregate	
Type	Limestone (Madeleine quarry)
Dimension	$10 \times 10 \times 10 \pm 0.5 \text{ mm}^3$
Density	2722 kg/m^3
Cement paste	
Formula	CEM II/B-LL 32.5N
Water/Cement ratio	0.5

Table 2
Chemical composition of cement.

Oxyde	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃
Mass percentage(%)	56.8	20.2	6.9	3.9	2.9

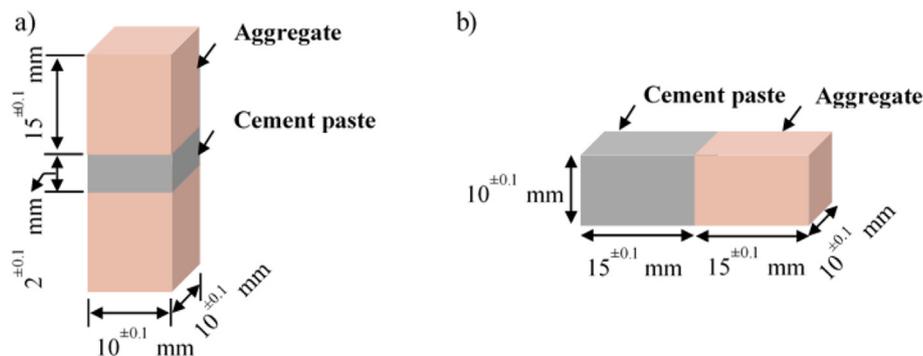


Fig. 1. Sample sizes for direct tensile tests a) and direct shear tests b).

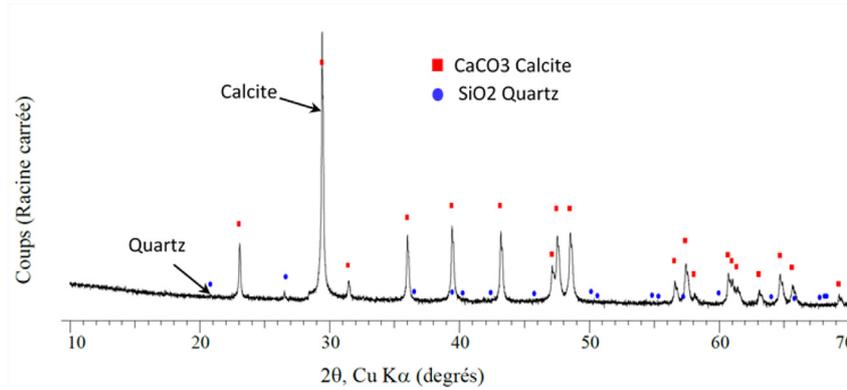


Fig. 2. Diffractogram of the limestone sample.

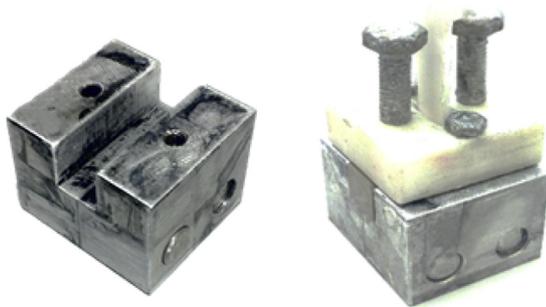


Fig. 3. Pictures of molds used in composites manufacturing.

3. Leaching process

The objective of this experiment is to analyze the effect of chemical degradation on the mechanical properties at the scale of cement-aggregate interface.

Leaching of a cement paste specimen by water implies a very slow process of chemical degradation. It is then necessary, for laboratory experiments, to use techniques to accelerate this phenomenon. The degradation by ammonium nitrate (NH₄NO₃) was chosen by several authors [3,6,11,14,16,19]: it causes a degradation similar to that observed during pure water leaching, but with a shorter characteristic time. This degradation method consists of immersing the samples in the ammonium nitrate solution with a concentration of 480 g/l. The characterization method with indicator dye was chosen to identify the degraded thickness of composites. This method has been successfully used and validated by several authors [16,18]

After 40 days of storage in lime water to limit the dissolution of the cement paste and to protect them from the effects of early drying, the composites are immersed in an ammonium nitrate solution. During the leaching process, the pH of the solution is monitored (Fig. 5).

The volume of solution is sufficiently high so no new solution has been added during the test. At different degradation times (respectively 1, 6, 24, 48, 72, 96 and 101 h), the samples were removed from the ammonium nitrate solution and then placed in another container with pure water for one day for rinsing. After the rinsing step, the degradation depth can be measured (phenolphthalein test) on the samples and the mechanical tests can be performed (Fig. 4).

To ensure the contact of the solution with all the lateral surfaces of the prismatic composites, the samples are vertically placed in the container (Fig. 6).

Nguyen et al. [18] has shown that limestone aggregate is not stable in a 6 mol/l solution of ammonium nitrate. To eliminate any effect of aggregate degradation, a first experiment of accelerated degradation of the aggregates used, has been carried out. The purpose of these tests is to observe and analyze qualitatively the effects of chemical degradation and leaching kinetics of aggregates. At different degradation times, the mass and size of the aggregates are controlled. The test carried out on the aggregates shows that these aggregates are stable over the duration of our tests, a short duration of 101 h compared to the 142 days-long tests by Nguyen et al. [18] concerning to the ammonium nitrate solution.

In order to demonstrate the effect of the degradation of the interface on the mechanical properties, the results of the degraded cement paste are compared with that of the composites. The

(Fig. 4b), the device test consists of two metal boxes and screws to apply a normal force *N*. This force is measured by means of a force sensor (LCMKD 200 N) set at the rear of the sample. During the shear test, the force *T* is measured and the stress τ is calculated (Equation (1)). The displacement, although imposed during the tests (tensile or shear tests), is corrected by the results of the image correlation [7,13].

The relations between the variables are:

$$\sigma = \frac{F}{S_0} ; \tau = \frac{T}{A'} ; \sigma_s = \frac{N}{A'} \quad (1)$$

where *S*₀ is the initial section of the sample and *A*' the corrected contact section of the cement paste/aggregate during the shear test.

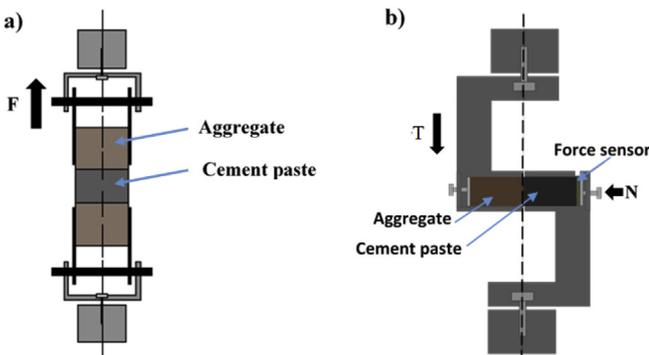


Fig. 4. Experimental devices for direct tensile test a) and direct shear test b).

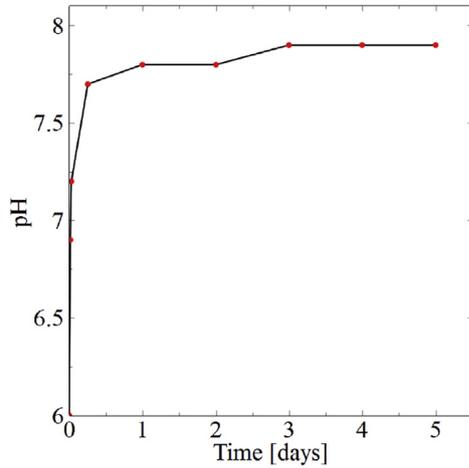


Fig. 5. Evolution of pH during degradation by ammonium nitrate.

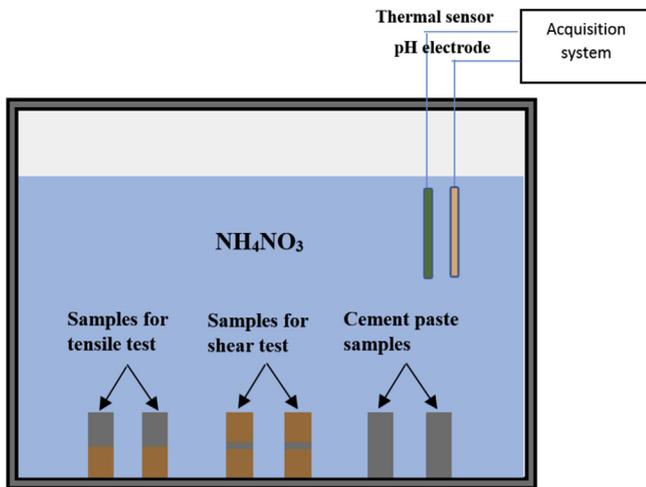


Fig. 6. Scheme of the leaching test of samples under ammonium nitrate solution (6 mol/l).

cement paste samples are exposed to the same chemical degradation. The upper and lower parts of the samples are covered with an adhesive tape that is not reactive with the solution (Fig. 7) in order to protect the support.

During all the period of the test, the degradation thickness of the sample is regularly measured. To be characterized, the sample is polished to the center with a polisher (Fig. 7).

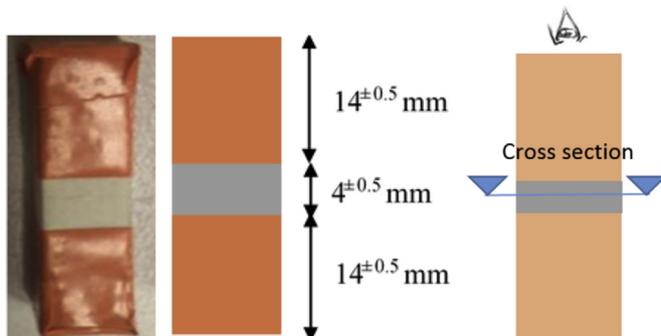


Fig. 7. Picture of isolated cement paste samples and scheme illustrating sample cuts.

The phenolphthalein is then injected onto the cross-section of the cement paste and composites. After a few seconds, two distinct zones can be observed: a pink zone corresponding to the sound zone and a gray zone color corresponding to the degraded zone. The measurement of the degradation thickness can be carried out 24 h after the application of phenolphthalein. We performed four samplings at six degradation times (1, 6, 24, 48, 72 and 96 h) to measure the degraded thickness. Some illustrations are shown in Fig. 8 for different degradation times. Fig. 8 shows an increase of degraded area with the increase in degradation time.

After spraying the phenolphthalein, the measurements of the degradation thickness were made on three samples at each degradation time. Four measurements on each sample are made from the edge. The mean value of the degraded thickness is retained. The diagram of the method for measuring the degraded thickness (*e*) is illustrated in Fig. 9.

Fig. 10 shows an evolution of the average degraded thickness of cement paste and composite as a function of the immersion time in ammonium nitrate expressed as a square root of time. Fig. 10 shows a similar linear evolution of the degraded average thickness (*e*) measured on both types of sample as a function of the square root of the immersion time in the aggressive solution of NH₄NO₃: a slope of 2 is deduced, similar results have been obtained by Tognazzi [19] and Heukamp et al. [10].

For each degradation time, the sound surface *S_s* is measured and the degraded surface *S_d* = *S₀* - *S_s*, where *S₀* is the initial surface, is deduced therefrom. The surfaces are calculated in the transverse direction of the samples as shown in Fig. 9.

In order to analyze the degradation influence on the mechanical properties, a degradation rate δ is defined: it corresponds to the ratio of the degraded surface *S_d* by the initial surface *S₀*:

$$\delta = \frac{S_d}{S_0} = \frac{S_0 - S_s}{S_0} = \frac{e(10 - e)}{25} \quad (2)$$

where *e* (in mm) is the degraded thickness.

SEM tests were also performed to visualize the degraded

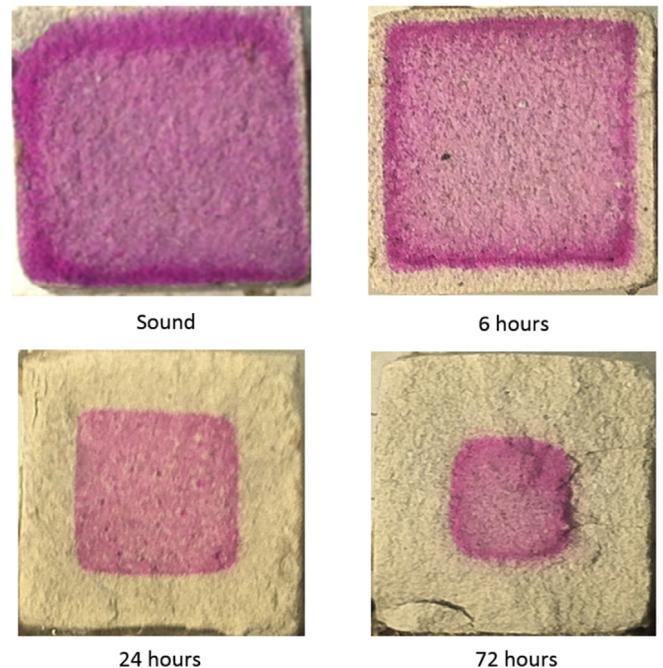


Fig. 8. Measurement of degraded thickness using phenolphthalein, on samples having undergone respectively 0, 6 h, 24 h, 72 h chemical degradation by NH₄NO₃.

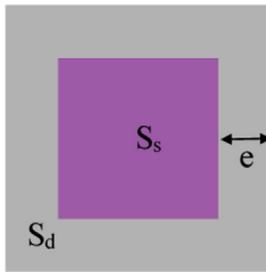


Fig. 9. Scheme of the measuring method of degraded thickness. Note that the value of the measured thickness is corrected thereafter, multiplying by a correction coefficient of 1.17 [16]; because the phenolphthalein does not give the exact position of the dissolution front of portlandite.

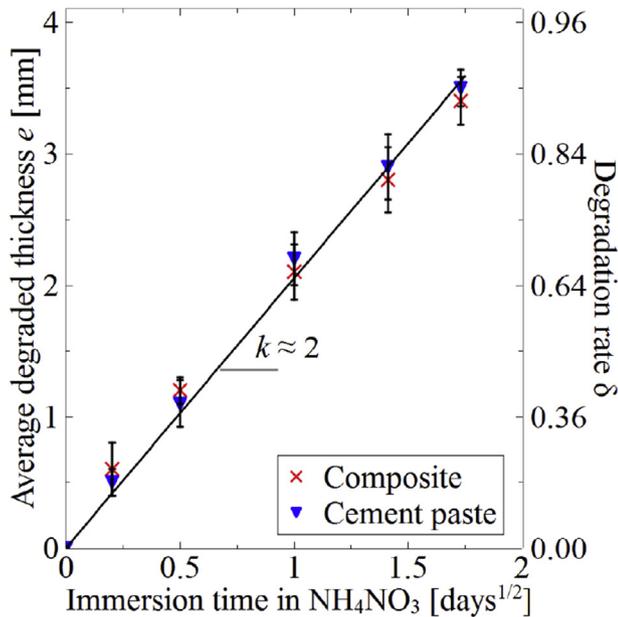


Fig. 10. Evolution of the degraded thickness as a function of the square root of the immersion time in ammonium nitrate.

thickness at this scale. The composites must be prepared very carefully to visualize the cement paste-aggregate interface. The samples were immersed in epoxy resin. The degraded samples are fragile and break easily that make their preparation difficult, therefore the degraded thickness at the cement-aggregate interface can not be measured. Fig. 11 shows an example of a SEM image (Quanta 200 Feg; Vacuum pressure) of a sound and degraded sample for a degradation rate of $\delta = 0.2$.

4. Mechanical tests

In this section, we present some results obtained in mechanical tests, tensile and shear on sound samples (reference) and on samples chemically degraded by leaching. At each chemical degradation time interval, the prismatic samples were subjected to direct tensile and shear tests (respectively for 6, 24, 48, 72, 96 and 101 h). The tests were carried out on composites and on cement paste alone to highlight the effect of the chemical degradation at cement-aggregate interface. The displacement, although imposed during the tests, is corrected by the results of the image correlation [7,13].

4.1. Direct tensile tests

The sound and degraded samples, with three samples at each degradation rate, were subjected to the direct tensile test to measure their strengths. Fig. 12 shows the stress - strain curves for the cement paste and the composite.

Fig. 12 shows a decrease of the strength σ_r and of the Young's modulus E_t with the increase in degradation rate for both samples. At the beginning, the decrease is more pronounced for the composite than for the cement paste. A quasi-brittle behavior is observed at each degradation rate. The evolution of the strengths is then plotted as a function of the degradation rate in order to demonstrate the effect of the leaching with ammonium nitrate. Fig. 13 shows the evolution of the average tensile strength σ_r as a function of degradation rate δ . The standard deviation is calculated from the results of three tests at each degradation rate.

It is noted a decrease of strength with increasing degradation. The ratio of the resistance of the composite to the strength of cement paste as a function of the degradation rate is shown in Fig. 14 in order to demonstrate the effect of the presence of the interphase on the mechanical properties.

A very considerable loss of composite strength is observed at the beginning of degradation ($\delta = 0.2$), a loss of about 45% in the case of composites whereas a loss of 30% in the case of the cement paste. This fact reinforces the idea that the cement-aggregate interphase is more sensitive to degradation than the cement paste due to the higher porosity at the interphase. This porosity increases the diffusion of the ions to the exterior, thereafter accelerates the degradation in this zone. These results confirm the results of Jebli et al. [12] obtained by tensile tests on composites degraded by accelerated leaching (NH_4NO_3 6M) but with spherical aggregates.

The Young's modulus, denoted E_t , is calculated from the linear slope of stress-strain curves. Fig. 15 shows the average of Young's modulus as a function of the degradation rate for the tensile tests. A similar decrease in the Young's modulus is observed for both sample types.

The linear behavior up to rupture and the quasi-fragile fracture allow us to calculate the critical energy from the following relation [13].

$$W_t(\delta) = \frac{1}{2} \times \frac{(\sigma_r(\delta))^2}{E_t(\delta)} \quad (3)$$

where $\sigma_r(\delta)$ is the strength at degradation rate δ and $E_t(\delta)$ is Young's modulus in tensile test at degradation rate δ .

Fig. 16 shows the evolution of the average critical energy as function of the degradation rate δ for the cement paste samples and for the composite samples.

There is a decrease of the critical energy with the evolution of degradation. This decrease has a similar trend as the decrease of strength for both materials. For the composites, a fast decrease in energy is also observed after a degradation rate of $\delta = 0.2$.

4.2. Direct shear tests

In order to evaluate the local mechanical behavior of the degraded material, three prismatic composites were subjected to direct shear tests. The results of the shear tests on the partially degraded composites are compared with the results of the sound material. The same tests on the cement paste were carried out also to demonstrate the effect of the degradation of the cement-aggregate interface on the mechanical properties at shear test.

Fig. 17 shows stress - strain curves at different stages of chemical degradation during shear tests, without normal stress σ_s , for both

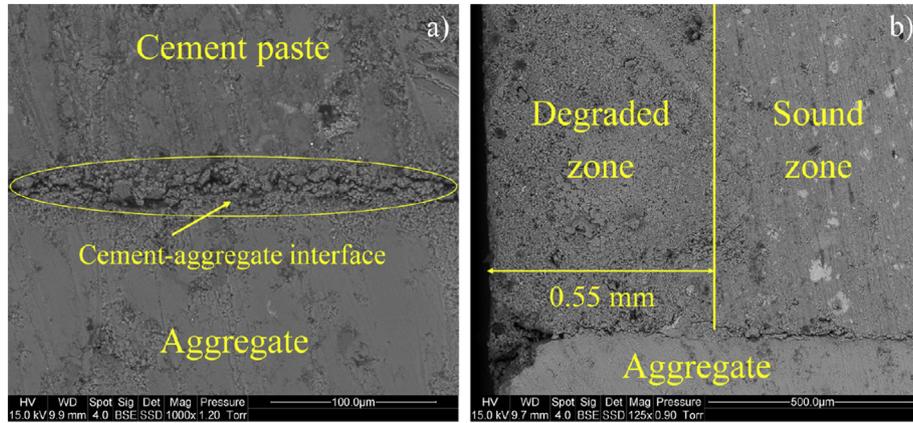


Fig. 11. SEM image in BSE mode of a sound sample a) and degraded after for a degradation rate of $\delta = 0.2$ b).

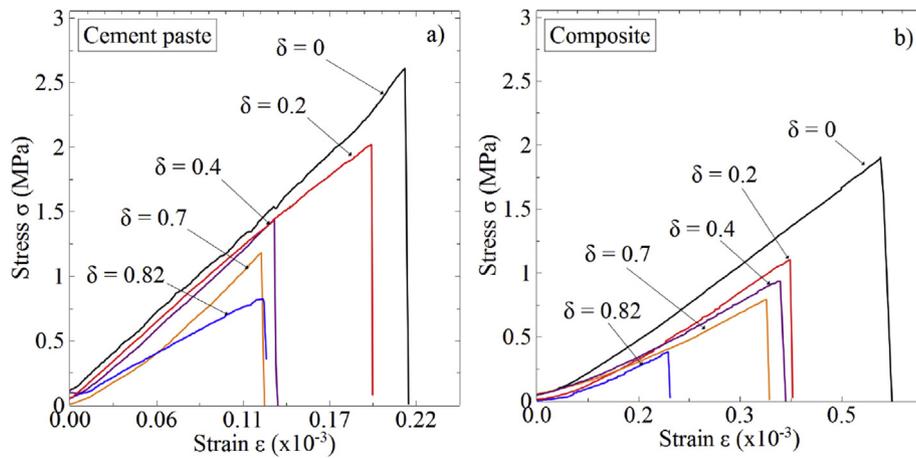


Fig. 12. Behavior in direct tensile test of sound samples and partially degraded of cement paste a) and composite b).

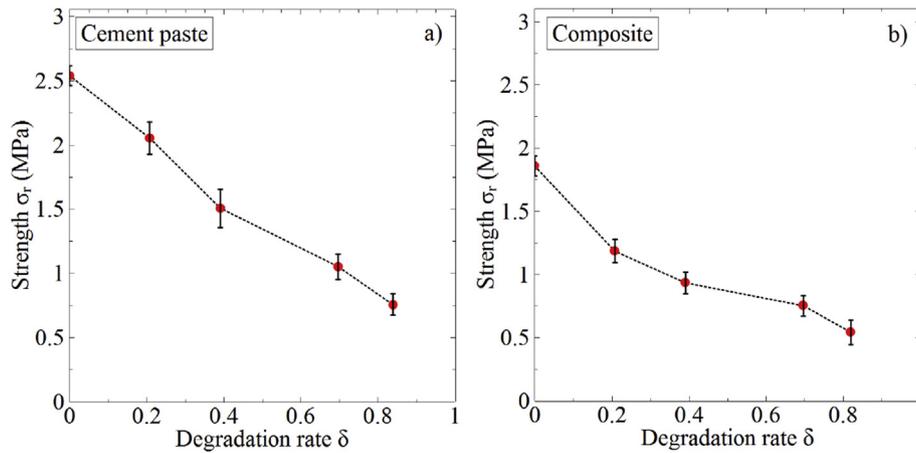


Fig. 13. Evolution of the tensile strength σ_r as a function of the degradation rate of cement paste a) and composite b).

types of sample (cement paste and composite). A quasi-brittle behavior also is observed at the case of the shear test. The values of the average shear strength τ_r and the standard deviation three tests at each degradation rate as a function of the degradation rate δ for the shear tests are presented in Fig. 18.

By observing these results, a decrease in the tensile stress and the tangential modulus is observed when the degradation increases

for the composite and the cement paste. As for the tensile test, there is a rapid drop in the resistance of the composite for a degradation rate of $\delta = 0.2$. Beyond this rate, the rate of loss of mechanical properties decreases and tends towards a constant. On the other hand, in the case of cement paste, a gradual decrease in mechanical properties is observed with increasing degradation rate.

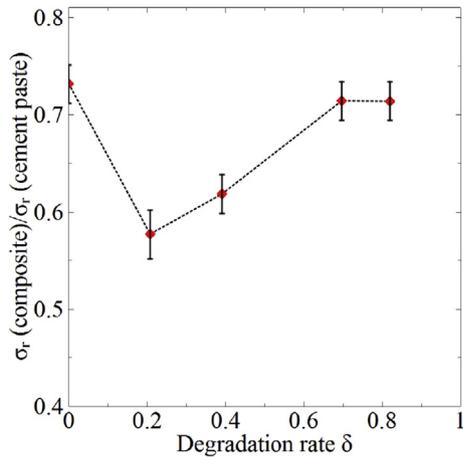


Fig. 14. Evolution of the ratio $\sigma_r(\text{composite})/\sigma_r(\text{cement paste})$ as a function of the degradation rate.

The critical energy is also calculated for the shear test in the same way as for the tensile test (Equation (3)). Fig. 19 shows a decrease in average critical energy W_s with increasing degradation time. The evolution of critical energy is similar for both materials (cement paste and composite), with higher values of the cement paste than that of the composites.

After the characterization of the effect of degradation on the shear stress respectively for pure cement paste and the composite "cement paste-aggregate", we are interested in the effect of the normal stress σ_s on the shear strength τ_r of previously degraded samples. The degraded samples are subjected to direct shear tests at different normal stresses. The obtained results are presented in Fig. 20 for different confinement stresses ($\sigma_s = 0; 0.5; 1; 1.5$ MPa), expressing the average shear strength at 40 days of hydration (denoted $\tau_r(40)$) as a function of the normal stress applied. For the sake of clarity, some results of the degradation rate are represented.

A linear increase in the shear stress τ_r (stress at peak value) is observed with the application of the normal stress for both types of samples. The slope is less steep when the degradation time increases. This evolution allows to represent by the Mohr-Coulomb criterion (Equation (4)), and to deduce the local friction angle ϕ and the local cohesion c at each degradation rate.

$$\tau_r = \sigma_s \times \tan(\phi) + c \tag{4}$$

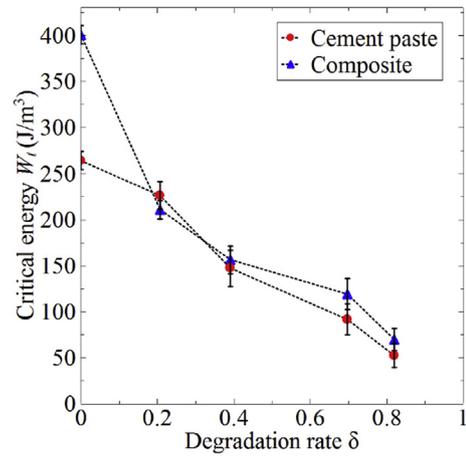


Fig. 16. Evolution of the critical energy as a function of the degradation rate during the tensile test.

Fig. 21 shows the evolution of local friction angle and local cohesion as a function of degradation rate.

The local friction angle and cohesion decrease with increasing of degradation rate. In the case of the composite, the angle of friction and the cohesion decreases fastly at degradation rate $\delta = 0.2$. On the other hand, in the case of cement paste, the local friction angle does not vary much at the beginning of the degradation ($\delta = 0.2; 0.4$). Beyond $\delta = 0.4$, the two curves follow the same pattern.

5. Discussion

Leaching of cement-based materials by deionized water leads to a degradation of mechanical properties. This chemical attack induces a complete leaching of the portlandite and a progressive decalcification of the C-S-H. Due to the slow leaching kinetics obtained using deionized water, an accelerated process (using the NH_4NO_3 solution) was carried out on composites and on cement paste at the scale of the cement-aggregate interface in order to demonstrate the effect of leaching on the mechanical properties. Similar leaching results are obtained for the degraded thickness at various samples (cement paste and composite). The cement-aggregate interface degradation could not be observed with phenolphthalein due to the small thickness of this zone. Thus, the results of the leaching presented here are those of the cement paste that binds the aggregates. As has been shown above, all the facies of

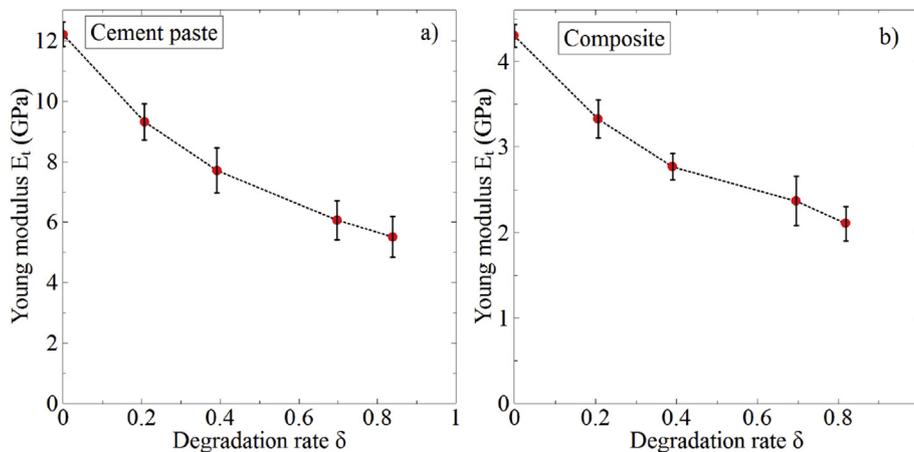


Fig. 15. Evolution of the Young modulus E_t as a function of the rate of degradation of cement paste a) and composite b).

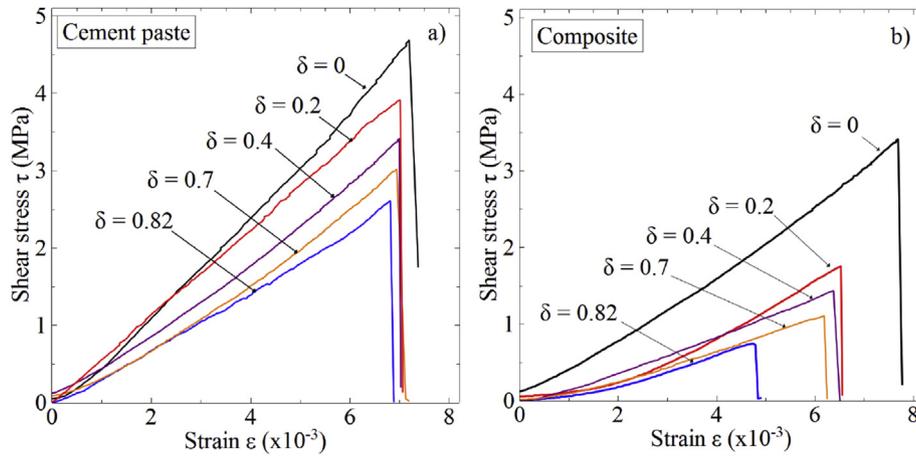


Fig. 17. Behavior in direct shear test of sound samples and partially degraded of cement paste a) and composite b).

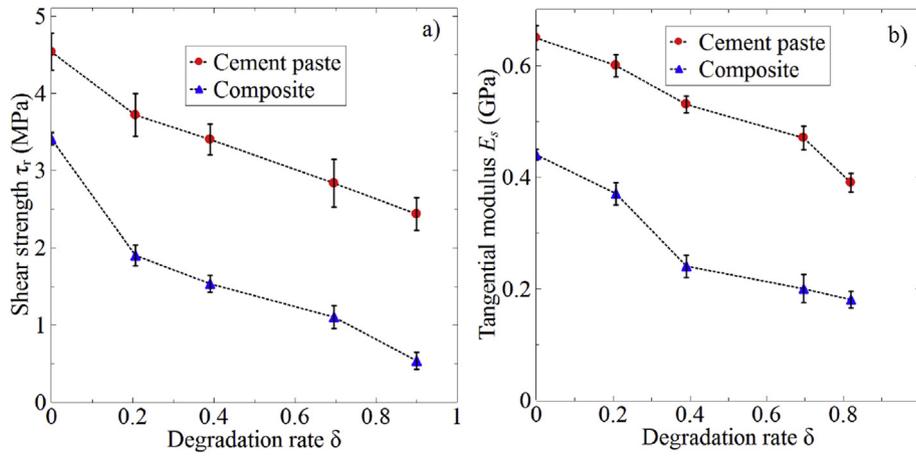


Fig. 18. Evolution of the strength τ_r a) and tangential modulus E_s b) as a function of the degradation rate of cement paste and composite.

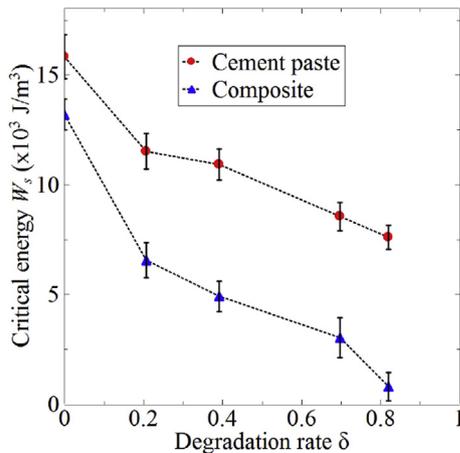


Fig. 19. Evolution of the critical energy as a function of the degradation rate during the shear test.

rupture of the tensile tests and shear tests show that the loss of cohesion occurs at the cement-aggregate interface. Moreover, tensile and shear tests on the composites showed a very fast decrease in strength at the beginning of leaching ($\delta = 0.2$), which was not observed in the case of cement paste. This suggests that the

degradation kinetics is faster at the cement-aggregate interface, occurring a loss of cohesion, resulting in more significant degradation of mechanical properties.

This phenomenon could not be observed on a macroscopic scale for which leaching kinetics appears to be faster for cement paste than for concrete. Several authors attribute this effect to the tortuosity of concrete, which is a limiting factor in the diffusion of ammonium nitrate ions. At the scale of the composites studied in this work, the effect of tortuosity can not be considered.

6. Conclusion

Most experimental studies concerning the effect of leaching on the mechanical properties of cementitious materials have been carried out on a macroscopic scale and to a lesser extent on a mesoscopic scale. The work proposed here constitutes a contribution to the study of the effects of leaching at the scale of cement-aggregate interface. These effects are described using direct tensile and direct shear tests at this scale.

The mechanical tensile test allowed us to characterize the cement-aggregate interface of composites. The results showed a considerable decrease in the tensile strength from the onset of degradation. The comparison of the results of the tensile test on the cement paste and on the composite confirmed this observation. In the case of cement paste, a more progressive decline in strength

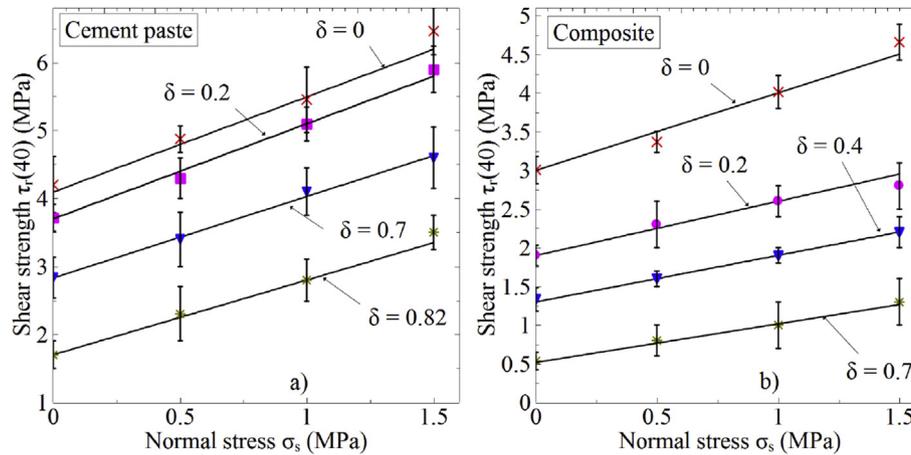


Fig. 20. Evolution of the shear strength as a function of the normal stress at different times of degradation for the cement paste a) and the composite b) at 40 days of hydration time.

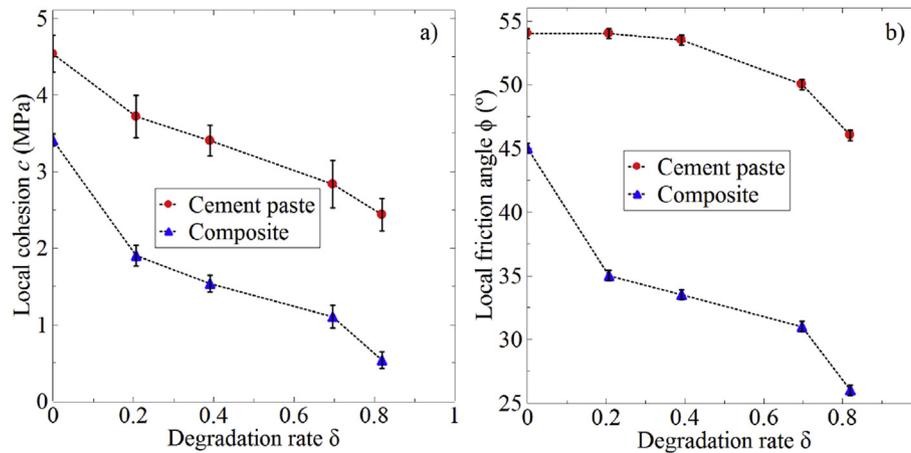


Fig. 21. Evolution of the local cohesion a) and local friction angle b) as a function of the degradation rate δ .

with the increase of degradation time is observed.

The results of the direct shear test confirmed the trend observed during the tensile test. The results showed a fast drop in shear strength at the beginning of leaching. The increase in the normal stress at each degradation rate shows the evolution of the local friction angle and local cohesion with the increase of the degradation. The evolution involves a decrease in the local friction angle. This suggests that increasing the porosity of the cement-aggregate interface changes the contact surface state between the cement paste and the aggregate. The friction angle decrease is more pronounced in the case of composites compared to cement paste. This suggests that leaching kinetics is faster in the presence of interfaces, which are clearly more sensitive to degradation. The interface can be attributed to higher porosity and portlandite concentration in this area. This high porosity accelerates the phenomenon of ions diffusion, and thus constitutes a preferential leaching vector of the portlandite, which is more abundant in this zone. The reaction leads to a fast loss of adhesion between the aggregates and the cement paste, as a consequence of a fast degradation of the mechanical properties of the composites.

References

- [1] F. Adenot, M. Buil, Modelling of the corrosion of the cement paste by deionized water, *Cem. Concr. Res.* 22 (1992) 489–496.
- [2] B. Bourdette, E. Ringot, J. Ollivier, Modelling of the transition zone porosity, *Cem. Concr. Res.* 25 (1995) 741–751.
- [3] N. Burlion, D. Bernard, D. Chen, X-ray microtomography: application to microstructure analysis of a cementitious material during leaching process, *Cem. Concr. Res.* 36 (2006) 346–357.
- [4] O. Buzzi, M. Boulon, M. Hervé, K. Su, Leaching of rock-concrete interfaces, *Rock Mech. Rock Eng.* 41 (2008) 445–466.
- [5] C. Carde, R. François, Effect of the leaching of calcium hydroxide from cement paste on mechanical and physical properties, *Cem. Concr. Res.* 27 (1997) 539–550.
- [6] C. Carde, R. François, J. Torrenti, Leaching of both calcium hydroxide and csh from cement paste: modeling the mechanical behavior, *Cem. Concr. Res.* 26 (1996) 1257–1268.
- [7] A. Chrysochoos, B. Wattrisse, J.-M. Muracciole, Y. El Kaïm, Fields of stored energy associated with localized necking of steel, *J. Mech. Mater. Struct.* 4 (2009) 245–262.
- [8] B. Gerard, G. Pijaudier-Cabot, C. Laborderie, Coupled diffusion-damage modelling and the implications on failure due to strain localisation, *Int. J. Solids Struct.* 35 (1998) 4107–4120.
- [9] O.E. Gjorv, P.J. Monteiro, P.K. Mehta, Effect of condensed silica fume on the steel-concrete bond, *Mater. J.* 87 (1990) 573–580.
- [10] F. Heukamp, F.-J. Ulm, J. Germaine, Mechanical properties of calcium-leached cement pastes: triaxial stress states and the influence of the pore pressures, *Cem. Concr. Res.* 31 (2001) 767–774.
- [11] F.H. Heukamp, F.-J. Ulm, J.T. Germaine, Poroplastic properties of calcium-leached cement-based materials, *Cem. Concr. Res.* 33 (2003) 1155–1173.
- [12] M. Jebli, F. Jamin, E. Garcia-Diaz, M. El Omari, M.S. El Youssefi, Influence of leaching on the local mechanical properties of an aggregate-cement paste composite, *Cem. Concr. Compos.* 12 (2016) 241–250.
- [13] M. Jebli, F. Jamin, E. Malachanne, E. Garcia-Diaz, M.S. El Youssefi, Experimental characterization of mechanical properties of the cement-aggregate interface in concrete, in: *Powders and Grains 2017 8th International Conference on Micromechanics on Granular Media*, 2017, p. 12014. EDP Sciences volume 140.

- [14] S. Kamali, M. Moranville, S. Leclercq, Material and environmental parameter effects on the leaching of cement pastes: experiments and modelling, *Cem. Concr. Res.* 38 (2008) 575–585.
- [15] B. Larbi, W. Dridi, P. Dangla, P. Le Bescop, Link between microstructure and tritiated water diffusivity in mortars: impact of aggregates, *Cem. Concr. Res.* 82 (2016) 92–99.
- [16] C. Le Bellégo, Couplages chimie-mécanique dans les structures en béton attaquées par l'eau: étude expérimentale et analyse numérique, Ph.D. thesis École normale supérieure de Cachan, 2001.
- [17] A. Lobet, M. Cubaynes, J. Ollivier, A new testing method for determining chloride diffusion coefficient, in: *Int. Conf. On Performance of Construction Materials in the New Millenium (ICPCM)*, Cairo (Egypt), 2003, pp. 469–477.
- [18] V. Nguyen, H. Colina, J.M. Torrenti, C. Boulay, B. Nedjar, Chemo-mechanical coupling behaviour of leached concrete: Part i: experimental results, *Nucl. Eng. Des.* 237 (2007) 2083–2089.
- [19] C. Tognazzi, Couplage fissuration-dégradation chimique dans les matériaux cimentaires: caractérisation et modélisation, Ph.D. thesis, INSA, Toulouse, 1998.
- [20] A. Vollpracht, B. Lothenbach, R. Snellings, J. Haufe, The pore solution of blended cements: a review, *Mater. Struct.* 49 (2016) 3341–3367.