

THESE EN COTUTELLE

En vue de l'obtention du

PHILOSOPHIÆ DOCTOR (PH. D.)

&

DOCTORAT

Présentée devant

**LA FACULTE DE GENIE DE
L'UNIVERSITE DE SHERBROOKE**

&

**L'UNIVERSITE DES SCIENCES
ET TECHNOLOGIE DE LILLE**
Ecole doctorale Sciences de la Matière,
du Rayonnement et de l'Environnement

Génie Civil

Discipline :

Géosciences

Par **Younes BOUKARI**

**Contribution à la caractérisation des bétons endommagés
par la réaction alcali-silice : apports combinés de
méthodes physico-chimiques et acoustiques non linéaires**

Directeurs de thèse : **Nor-Edine ABRIAK, Patrice RIVARD**

Soutenue le 19 mai 2011 devant le jury composé de :

| | | |
|------------------------------|------------------------------|------------|
| M. Martin CYR | Université de Toulouse | Rapporteur |
| M. Jean-Louis GALLIAS | Université de Cergy Pontoise | Rapporteur |
| M. Nor-Edine ABRIAK | Ecole des Mines de Douai | Examineur |
| M. David BULTEEL | Ecole des Mines de Douai | Examineur |
| M. Richard GAGNE | Université de Sherbrooke | Examineur |
| M. Eric GARCIA-DIAZ | Ecole des Mines d'Alès | Examineur |
| M. Patrice RIVARD | Université de Sherbrooke | Examineur |

Laboratoires d'accueil : Département de Génie Civil et Environnemental de l'Ecole de Mines de Douai & Groupe de Recherche en Auscultation et Instrumentation, département de Génie Civil de l'Université de Sherbrooke

Résumé

Les outils d'analyse actuellement utilisés pour caractériser la dégradation multi-échelle du béton par la réaction alcali-silice (RAS) présentent certaines limites manifestes à un diagnostic précis : à l'échelle macroscopique, ils montrent généralement une faible sensibilité à la microfissuration progressive du béton ; aux échelles microscopique et mésoscopique, le recours systématique à la microscopie limite la représentativité et la quantification des observations réalisées.

L'objectif de cette thèse est d'évaluer la contribution de paramètres physico-chimiques (mesure de l'altération de la silice réactive) et non destructifs (caractérisation du comportement élastique non linéaire du béton) vis-à-vis de la détection et de la quantification des dommages causés dans le béton par la RAS. L'originalité de l'approche proposée réside principalement dans la pluridisciplinarité des techniques mises en œuvre.

Une étude menée en laboratoire sur des bétons réactifs contenant du calcaire argileux Spratt a permis de montrer que l'utilisation des paramètres physico-chimiques et non linéaires permet une caractérisation plus précise et globale de l'altération précoce des bétons que la plupart des paramètres utilisés communément (gonflement du béton, examens pétrographiques, résistance à la compression et à la traction, modules d'élasticité statiques et dynamiques, vitesse des ondes ultrasonores). Les analyses physico-chimiques ont permis d'apporter des informations quantitatives sur les variables d'avancement de réaction qui se caractérisent par une augmentation du taux de silanols et du volume apparent de la silice réactive. La microfissuration générée par le gonflement du squelette granulaire a pu être suivie par le paramètre non linéaire de décalage fréquentiel avec une sensibilité plus de dix fois supérieure à celle des paramètres linéaires. Un cas d'étude porté sur le grès de Potsdam a cependant montré que l'approche physico-chimique ne pouvait être utilisée avec succès sur tous les types de granulats. Des essais d'expansion résiduelle réalisés sur des carottes extraites d'un ouvrage en service affecté par la RAS (dont le granulat réactif est similaire au calcaire Spratt) ont par ailleurs permis de détecter un potentiel de dégradation chimique attribué à la RAS tandis que les paramètres non-linéaires ont confirmé leur grande sensibilité à la fissuration et leur aptitude à distinguer des faibles degrés d'endommagement.

Une partie de la thèse fait également l'objet d'une étude comparative sur la sensibilité à l'endommagement du béton de neuf paramètres non linéaires (issus des expériences de résonance en dynamique rapide et lente ainsi que par la méthode d'interaction d'ondes). Cette étude, menée sur des bétons endommagés par chocs thermiques et cycles de gel/dégels, a notamment permis de porter un éclairage sur la caractérisation expérimentale du comportement élastique non linéaire du béton, en démontrant une différence de sensibilité à la fissuration du béton entre les différents paramètres étudiés.

L'approche présentée dans cette thèse peut servir de base à de futurs travaux visant à mieux comprendre l'impact de plusieurs paramètres fondamentaux (alcalinité du béton, taille des granulats, etc.) sur les mécanismes de dégradation du béton par la RAS, elle permet également d'envisager une exploitation plus complète des essais d'expansion résiduelle (généralement basés sur le seul suivi du gonflement).

Mots clés : endommagement du béton, réaction alcali-silice, analyse multi-échelle, acoustique non linéaire, variables d'avancement physico-chimiques, contrôles non destructifs, calcaire argileux, grès.

Abstract

Monitoring tools currently used to characterize multi-scale degradation of concrete by alkali-silica reaction (ASR) show some obvious limitations to an accurate diagnosis. Macroscopic scale tools usually show a low sensitivity to progressive microcracking of concrete. From microscopic and mesoscopic points of view, the systematic use of microscopy limits the representativeness and quantification of observations.

The aim of this thesis is to evaluate the contribution of physicochemical parameters (deterioration of the reactive silica) and non-destructive testing (characterization of nonlinear elastic behavior of concrete) for detecting and quantifying deterioration caused by alkali-silica reaction in concrete. The interdisciplinarity of the monitoring tools used represent the main originality of this project.

A laboratory study on concrete containing Spratt limestone as coarse aggregate was performed to compare the physicochemical and nonlinear parameters to more commonly used ones for ASR damage assessment (swelling of concrete, petrographic examination, compressive strength, tensile strength, static and dynamic modulus of elasticity, ultrasonic pulse velocity). Physicochemical analysis allowed to measure early impairment of reactive silica, quantified by an increasing quantity of silanols and an increase of its apparent volume. The microcracking caused by the granular skeleton swelling could be monitored by the frequency shift linear parameter with a ten times higher sensitivity than linear parameters. However, a case study focused on Potsdam sandstone showed that the physico-chemical approach could not be used successfully with all kinds of aggregates. Tests were also performed on concrete samples extracted from a lock affected by ASR (with reactive aggregate similar to Spratt limestone). Residual expansion tests were performed on cores taken from a structure affected by ASR. The physicochemical analysis allowed identifying a potential residual degradation caused by ASR, while non-linear parameters have confirmed their high sensitivity to cracking and their ability to distinguish low levels of damage.

A part of the thesis consists in a comparative study on the sensitivity to concrete damage of nine nonlinear parameters (fast dynamics, slow dynamics, interacting waves method). The study, conducted on concrete damaged by thermal shock and freeze / thaw cycles, showed that all phenomena related of the nonlinear elasticity in concrete are not influenced by the same physical origin and may vary in different ways each other.

The approach presented in this thesis could represent a basis for future work to better understand the impact of several key parameters (alkalinity of concrete, aggregate size, etc.) on the degradation mechanisms of concrete by the ASR, it also considers a more complete exploitation of residual expansion tests.

Key words: concrete damage, alkali-silica reaction, multi-scale analysis , nonlinear acoustics, non destructive testing, physic-chemical parameters, clayey limestone, sandstone.

Table des matières

1^{ÈRE} PARTIE : PRESENTATION DU SUJET

| | |
|---|-----------|
| CHAPITRE 1 INTRODUCTION..... | 1 |
| 1.1 Mise en contexte | 1 |
| 1.1.1 Contexte socio-économique | 1 |
| 1.1.2 Problématique scientifique..... | 2 |
| 1.1.3 Cadre universitaire | 3 |
| 1.2 Objectifs | 4 |
| 1.2.1 Objectifs généraux | 4 |
| 1.2.2 Objectifs spécifiques | 4 |
| 1.3 Originalité et contribution | 5 |
| 1.4 Organisation de la thèse..... | 6 |
| | |
| CHAPITRE 2 REVUE DE LITTERATURE - REACTION ALCALI-SILICE ET ENDOMMAGEMENT DU BÉTON | 9 |
| 2.1 Origine et développement de la réaction alcali-silice (RAS)..... | 9 |
| 2.1.1 Mécanismes réactionnels | 9 |
| 2.1.2 Théories sur le gonflement | 12 |
| 2.1.3 Paramètres influençant la RAS..... | 15 |
| 2.1.4 Bilan : connaissances et interrogations | 21 |
| 2.2 Caractérisation de l'endommagement du béton causé par la RAS..... | 22 |
| 2.2.1 Introduction | 22 |
| 2.2.2 Dégradation de la surface des ouvrages..... | 22 |
| 2.2.3 Méthodes non destructives | 24 |
| 2.2.4 Propriétés mécaniques | 27 |
| 2.2.5 Examen pétrographique | 29 |
| 2.2.6 Analyse des produits de réaction..... | 30 |
| 2.2.7 Concentration en alcalins de la solution interstitielle | 32 |
| 2.2.8 Dégradation physico-chimique du granulat..... | 32 |
| 2.2.9 Bilan : Apports et limitations des outils de caractérisation de la RAS | 34 |
| 2.3 Caractérisation de l'endommagement du béton par l'acoustique non linéaire | 36 |
| 2.3.1 Du comportement linéaire au comportement non linéaire « non classique » | 36 |
| 2.3.2 Résonance non linéaire en dynamique rapide | 39 |
| 2.3.3 Résonance non linéaire en dynamique lente..... | 45 |

| | | |
|------------|--|-----------|
| 2.3.4 | Phénomènes d'interactions d'ondes | 47 |
| 2.3.5 | Bilan : potentiel et limites des méthodes non linéaires vis-à-vis de l'auscultation d'ouvrage..... | 50 |
| 2.4 | Conclusion..... | 51 |

| |
|--|
| 2^{EME} PARTIE : MÉTHODOLOGIE |
|--|

| | | |
|-------------------|---|-----------|
| CHAPITRE 3 | PROGRAMME EXPERIMENTAL ET MÉTHODES D'ANALYSE | 53 |
| 3.1 | Approche expérimentale..... | 53 |
| 3.2 | Analyse physico-chimique de la dégradation des granulats (Chapitre 5)..... | 56 |
| 3.2.1 | Simulation de la RAS en milieu réactionnel modèle | 56 |
| 3.2.2 | Extraction de la silice réactive..... | 57 |
| 3.2.3 | Mesure des variables d'avancement physico-chimique | 57 |
| 3.3 | Suivi non destructif de bétons dégradés par cycles de gel/dégel et chocs thermiques (Chapitre 6) | 59 |
| 3.3.1 | Echantillonnage et programme d'essais | 59 |
| 3.3.2 | Essais de résonance non linéaire – dynamique rapide | 60 |
| 3.3.3 | Essais de résonance non linéaire – dynamique lente | 62 |
| 3.3.4 | Essais d'interactions d'ondes | 62 |
| 3.4 | Etude de bétons de laboratoire dégradés par la RAS (Chapitre 7) | 63 |
| 3.4.1 | Echantillonnage et programme d'essais | 63 |
| 3.4.2 | Méthodes de caractérisation | 64 |
| 3.5 | Suivi de la dégradation résiduelle de carottes d'ouvrage (Chapitre 8) | 68 |
| 3.5.1 | Échantillonnage et programme d'essais | 68 |
| 3.5.2 | Méthodes de caractérisation | 69 |
| CHAPITRE 4 | MATÉRIAUX : COMPOSITION/FORMULATION ET CONDITIONS DE DÉGRADATION ... | 71 |
| 4.1 | Granulats..... | 71 |
| 4.1.1 | Présentation..... | 71 |
| 4.1.2 | Composition chimique des granulats..... | 72 |
| 4.1.3 | Principales phases minérales | 73 |
| 4.1.4 | Réactivité des matériaux (essais d'expansion accéléré) | 77 |
| 4.2 | Ciment..... | 78 |
| 4.3 | Bétons de laboratoire dégradés par cycles de gel/dégel et chocs thermiques | 78 |
| 4.3.1 | Formulation..... | 78 |
| 4.3.2 | Propriétés mécaniques à 28 jours..... | 79 |
| 4.3.3 | Modes de dégradation | 79 |

| | | |
|------------|---|-----------|
| 4.3.4 | Teneur en eau des bétons..... | 80 |
| 4.4 | Bétons de laboratoire dégradés par la RAS..... | 81 |
| 4.4.1 | Formulation..... | 81 |
| 4.4.2 | Propriétés mécaniques à 28 jours..... | 81 |
| 4.4.3 | Entreposage des échantillons | 82 |
| 4.5 | Bétons de l'écluse Côte Sainte-Catherine | 83 |

| |
|---|
| 3^{EME} PARTIE : DÉVELOPPEMENT DES OUTILS DE CARACTÉRISATION |
|---|

| | | |
|-------------------|--|------------|
| CHAPITRE 5 | DÉGRADATION PHYSICO-CHIMIQUE DES GRANULATS EN MILIEU RÉACTIONNEL MODÈLE..... | 85 |
| 5.1 | Introduction..... | 85 |
| 5.2 | Cas du calcaire argileux Spratt | 86 |
| 5.2.1 | Validation de l'attaque chimique et mesure des caractéristiques physico-chimiques .. | 86 |
| 5.2.2 | Suivi des propriétés physico-chimiques en milieu réactionnel modèle | 87 |
| 5.3 | Cas du grès de Potsdam..... | 90 |
| 5.3.1 | Mesures des propriétés du granulats brut | 90 |
| 5.3.2 | Dégradation du granulats en milieu réactionnel modèle..... | 91 |
| 5.4 | Conclusion | 93 |
| | | |
| CHAPITRE 6 | CARACTÉRISATION DE BÉTONS ENDOMMAGÉS PAR CHOCS THERMIQUES ET CYCLES DE GEL/DÉGEL À L'AIDE DE MÉTHODES ACOUSTIQUES NON LINÉAIRES | 95 |
| 6.1 | Introduction..... | 95 |
| 6.2 | Caractérisation de l'endommagement des bétons par méthodes acoustiques linéaires | 96 |
| 6.3 | Méthode de résonance en dynamique rapide | 98 |
| 6.3.1 | Sensibilité à l'endommagement | 99 |
| 6.3.2 | Dispersion des mesures | 101 |
| 6.3.3 | Validité des paramètres relatifs à la génération d'harmoniques | 107 |
| 6.3.4 | Influence de l'eau..... | 109 |
| 6.3.5 | Conclusion..... | 115 |
| 6.4 | Méthode de résonance en dynamique lente | 116 |
| 6.4.1 | Influence de la teneur en eau : approche qualitative..... | 117 |
| 6.4.2 | Influence de la teneur en eau : approche quantitative | 119 |
| 6.4.3 | Conclusion..... | 122 |
| 6.5 | Méthode d'interaction d'ondes | 123 |
| 6.5.1 | Problématiques expérimentales..... | 123 |
| 6.5.2 | Sensibilité à l'endommagement du béton..... | 129 |

| | | |
|------------|--|------------|
| 6.5.3 | Conclusion | 130 |
| 6.6 | Discussion | 131 |
| 6.6.1 | Différents paramètres pour différentes informations | 131 |
| 6.6.2 | Sensibilité des différents paramètres étudiés à l'endommagement du béton | 133 |
| 6.6.3 | Influence de l'eau | 135 |
| 6.6.4 | Potentiel des méthodes non linéaires vis-à-vis du diagnostic de la RAS | 137 |
| 6.6.5 | Bilan comparatif des méthodes utilisées | 138 |

| |
|---|
| 4^{EME} PARTIE : ETUDE DE BÉTONS DÉGRADÉS PAR LA RAS |
|---|

| | | |
|-------------------|--|------------|
| CHAPITRE 7 | ANALYSE MULTI-ECHELLE DE BETONS ENDOMMAGES PAR LA RAS | 141 |
| 7.1 | Introduction | 141 |
| 7.2 | Expansion des éprouvettes | 142 |
| 7.2.1 | Expansion | 142 |
| 7.2.2 | Relation entre expansion et variation de masse..... | 144 |
| 7.2.3 | Choix des points d'étude..... | 145 |
| 7.3 | Suivi pétrographique de l'endommagement | 146 |
| 7.3.1 | Mélange contenant du calcaire Spratt (SP)..... | 146 |
| 7.3.2 | Mélange avec du grès de Potsdam (PO) | 149 |
| 7.4 | Propriétés mécaniques..... | 150 |
| 7.4.1 | Résistance à la compression | 151 |
| 7.4.2 | Résistance à la traction | 152 |
| 7.4.3 | Module d'élasticité statique | 152 |
| 7.4.4 | Bilan sur les propriétés mécaniques | 154 |
| 7.5 | Acoustique linéaire | 154 |
| 7.5.1 | Vitesse des ondes ultrasonores | 155 |
| 7.5.2 | Module d'élasticité dynamique..... | 156 |
| 7.5.3 | Relation entre modules d'élasticité statique et dynamique..... | 156 |
| 7.5.4 | Bilan sur l'acoustique linéaire | 159 |
| 7.6 | Acoustique non linéaire | 160 |
| 7.6.1 | Résonance en dynamique rapide..... | 160 |
| 7.6.2 | Résonance en dynamique lente..... | 164 |
| 7.6.3 | Interaction d'ondes | 166 |
| 7.6.4 | Conclusion | 168 |
| 7.7 | Analyses physico-chimiques du granulat..... | 169 |
| 7.7.1 | Suivi des variables d'avancement physico-chimiques | 169 |
| 7.7.2 | Mécanisme de dégradation physico-chimique de la silice réactive..... | 174 |

| | | |
|------------------------|--|------------|
| 7.8 | Discussion sur la caractérisation multi-échelle de la RAS en laboratoire..... | 175 |
| 7.8.1 | Information apportée par les nouvelles techniques proposées..... | 175 |
| 7.8.2 | Domaine d'utilisation des techniques..... | 180 |
| 7.8.3 | Mécanismes multi-échelles de dégradation du béton | 184 |
| | | |
| CHAPITRE 8 | CARACTÉRISATION DE LA DÉGRADATION RÉSIDUELLE DE BÉTONS D'OUVRAGE | |
| | | 187 |
| 8.1 | Introduction..... | 187 |
| 8.2 | Expansion résiduelle des bétons | 189 |
| 8.2.1 | Expansion | 189 |
| 8.2.2 | Taux d'expansion résiduelle analysés | 191 |
| 8.3 | Observations pétrographiques | 191 |
| 8.4 | Acoustique linéaire | 193 |
| 8.4.1 | Impact du gonflement hydrique | 193 |
| 8.4.2 | Vitesse des ondes ultrasonores (expansion résiduelle)..... | 195 |
| 8.4.3 | Module d'élasticité dynamique (expansion résiduelle)..... | 195 |
| 8.4.4 | Bilan sur l'acoustique linéaire | 196 |
| 8.5 | Acoustique non linéaire..... | 196 |
| 8.5.1 | Impact du gonflement hydrique | 196 |
| 8.5.2 | Résonance en dynamique rapide (expansion résiduelle) | 197 |
| 8.5.3 | Résonance en dynamique lente..... | 199 |
| 8.6 | Analyse physico-chimique | 201 |
| 8.6.1 | Adaptations posées par l'analyses de bétons d'ouvrage..... | 201 |
| 8.6.2 | Suivi des variables physico-chimiques | 202 |
| 8.6.3 | Bilan sur l'analyse physico-chimique | 204 |
| 8.7 | Discussion..... | 205 |
| 8.7.1 | Spécificité de l'étude d'un béton d'ouvrage (béton de masse)..... | 205 |
| 8.7.2 | Suivi multi-échelle de l'expansion résiduelle | 205 |
| | | |
| CHAPITRE 9 | CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS | 209 |
| 9.1 | Conclusion sur les objectifs généraux..... | 210 |
| 9.2 | Conclusions sur les objectifs spécifiques | 211 |
| 9.3 | Recommandations | 213 |
| | | |
| REFERENCES..... | | 217 |

Liste des figures

| | |
|---|----|
| Figure 2.1 Mécanisme couramment admis pour la formation de produits de réaction [Poole, 1992] | 11 |
| Figure 2.2 Représentation schématique du mécanisme de fissuration induit par la RAS, d'après [Ichikawa & Miura, 2007] | 14 |
| Figure 2.3 Résultats de tests de réactivité accélérée (<i>concrete prism test</i>) pour différents types de granulats [Fournier & Bérubé, 2000] | 16 |
| Figure 2.4 Effet pessimum sur des bétons contenant des quantités variables de calcaires siliceux réactifs [Garcia-Diaz et al., 2010] | 17 |
| Figure 2.5 Influence de la température sur les cinétiques d'expansion [Larive, 1997] | 19 |
| Figure 2.6 Exemple de signes visuels indiquant la présence potentielle de RAS sur un ouvrage.... | 23 |
| Figure 2.7 Variations de la vitesse des ondes ultrasonores avec l'expansion d'éprouvette maintenues dans la soude à 38°C [Saint-Pierre et al., 2007] | 25 |
| Figure 2.8 Corrélations entre expansion et différentes caractéristiques de propagation ultrasonore [Nakagawa et al., 2008] | 26 |
| Figure 2.9 Principe d'une mesure par impact-écho | 26 |
| Figure 2.10 Faciès pétrographique associé à la RAS (grès de Potsdam) [Rivard & Ballivy, 2005] | 30 |
| Figure 2.11 Produits de réaction à l'état solide (a) et visqueux (b) [Fernandes et al., 2007] | 31 |
| Figure 2.12 Relation entre la variation du taux de silanols dans la silice réactive et le volume absolu (a) ou le volume poreux (b) dans le cas d'un calcaire siliceux [Monnin, 2005] | 33 |
| Figure 2.13 Relation entre gonflement du squelette granulaire et celui du matériau dans le cas d'un mortier (a) et d'un béton (b) [Riche, 2003] | 34 |
| Figure 2.14 Outils d'analyse de la RAS et échelle d'observation | 35 |
| Figure 2.15 Représentations schématiques pour la modélisation des matériaux non linéaires | 38 |
| Figure 2.16 Caractérisation du décalage fréquentiel sur des bétons atteints de la RAS [Kodjo, 2008] | 41 |
| Figure 2.17 Exemple de calcul du facteur de qualité Q | 43 |
| Figure 2.18 Comparaison de la relaxation d'un béton sain et d'un béton endommagé après un même conditionnement [Bentahar et al., 2006] | 46 |
| Figure 2.19 Expérience de conditionnement d'un béton dégradé par la RAS et superposition avec un modèle employant la fonction exponentielle étirée [Kodjo et al., 2011] | 47 |
| Figure 2.20 Illustration du phénomène de modulation de fréquences sur un matériau à faible atténuation [Jhang, 2009] | 48 |
| Figure 2.21 Expérience en modulation de fréquence d'après [Payan et al., 2010] | 48 |
| Figure 3.1 Réponse du programme expérimental aux objectifs de la thèse | 55 |
| Figure 3.2 Pycnomètre à hélium (a), appareil à adsorption/désorption d'azote (b) | 59 |
| Figure 3.3 Synthèse des essais réalisés par méthodes acoustiques | 60 |
| Figure 3.4 Montage expérimental pour les essais de résonance non linéaire | 60 |
| Figure 3.5 Protocole de sollicitation et réponse d'un échantillon de béton lors d'un essai en dynamique rapide | 61 |
| Figure 3.6 Protocole de sollicitation et réponse d'un échantillon de béton lors d'un essai en dynamique lente | 62 |
| Figure 3.7. Montage expérimental pour les essais d'interaction de fréquences | 62 |
| Figure 3.8 Paquet des signaux temporels de l'onde de sonde en réception avant et après impact [Kodjo, 2008] | 63 |
| Figure 3.9 Programme d'essais pour chaque gâchée de béton dégradé par la RAS | 64 |

| | |
|---|-----|
| Figure 3.10 Systèmes de mesure de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores (a) et de la fréquence de résonance (b)..... | 65 |
| Figure 3.11 Programme des essais d'expansion résiduelle..... | 70 |
| Figure 4.1 Spectre de diffraction des rayons X du calcaire Spratt | 74 |
| Figure 4.2 Spectres de diffraction des rayons X sur la fraction 0/2 μm du calcaire Spratt..... | 74 |
| Figure 4.3 Identification de la présence de dolomite et de pyrite dans le calcaire Spratt en microscopie optique et électronique | 75 |
| Figure 4.4 Grès de Potsdam observé sur lame mince en lumière transmise polarisée-analysée (LTPA)..... | 76 |
| Figure 4.5 Spectre de diffraction des rayons X du grès de Potsdam..... | 77 |
| Figure 4.6 Résultats de l'essai « Microbar » sur le calcaire Spratt et le grès de Potsdam | 77 |
| Figure 4.7 Entreposage des éprouvettes | 82 |
| Figure 5.1 RMN de l'aluminium sur un calcaire siliceux contenant de l'illite à avant et après 14 jours en milieu réactionnel modèle, d'après [Monnin, 2005] | 86 |
| Figure 5.2 Distribution poreuse du résidu insoluble à l'acide chlorhydrique (calcaire Spratt)..... | 87 |
| Figure 5.3 Variations des volumes absolu et poreux massiques en fonction du temps passé en milieu réactionnel..... | 88 |
| Figure 5.4 Variation du volume apparent massique en fonction du temps passé en milieu réactionnel..... | 88 |
| Figure 5.5 Perte de masse (par ATG) du résidu insoluble en fonction du temps passé en milieu réactionnel..... | 89 |
| Figure 5.6 Relation entre perte de masse et volume apparent | 90 |
| Figure 5.7 Observation du grès de Potsdam à l'état initial (a), après 72 heures (b) et 168 heures (c) de dégradation en milieu réactionnel modèle | 92 |
| Figure 6.1 Variation des paramètres acoustiques linéaires suite aux chocs thermiques (a) et cycles de gel/dégel (b)..... | 96 |
| Figure 6.2 Fissures dans la pâte de ciment après deux chocs thermiques (état T2) - baisse de 7% de UPV | 97 |
| Figure 6.3 Coupe d'un échantillon après 200 cycles de gel/dégel (état G2) – baisse de 50% de UPV | 97 |
| Figure 6.4 Variation des paramètres non destructifs suivant l'état de dégradation des bétons .. | 100 |
| Figure 6.5 Relation entre dégradation des bétons et coefficients de variation | 102 |
| Figure 6.6 Étapes du calcul de α_f | 104 |
| Figure 6.7 Valeurs moyennes et écart-types des paramètres non destructifs linéaires et non-linéaires pour différents états de dégradation du béton | 106 |
| Figure 6.8 Exemple de calcul de β pour un même échantillon à 3 niveaux de dégradation | 109 |
| Figure 6.9 Exemple du calcul de α_{h5} pour un même échantillon à 3 niveaux de dégradation | 109 |
| Figure 6.10 Influence de la perte en eau sur UPV..... | 110 |
| Figure 6.11 Influence de la perte en eau sur E_{dyn} | 110 |
| Figure 6.12 Influence de la perte en eau sur α_f | 111 |
| Figure 6.13 Influence de la perte en eau sur α_Q | 112 |
| Figure 6.14 Courbes de résonance linéaire pour un même échantillon à l'état sec et saturé | 112 |
| Figure 6.15 Influence de la perte en eau sur γ | 113 |
| Figure 6.16 Influence de la teneur en eau sur les paramètres de génération d'harmoniques | 114 |
| Figure 6.17 Variation relative du module d'élasticité dynamique durant le conditionnement de bétons à l'état T2..... | 118 |

| | |
|--|-----|
| Figure 6.18 Variation relative du module d'élasticité dynamique durant le conditionnement d'un béton à l'état T1..... | 119 |
| Figure 6.19 Extraction des paramètres E_1 et E_2 | 120 |
| Figure 6.20 Variation relative du module dynamique d'élasticité durant le conditionnement d'un béton à l'état T1..... | 121 |
| Figure 6.21 Variation relative du module dynamique d'élasticité durant le conditionnement d'un béton à l'état T2..... | 121 |
| Figure 6.22 Pilotage et acquisition des signaux sous le logiciel interBoxer | 124 |
| Figure 6.23 Renforcement des interfaces échantillon-transducteur | 125 |
| Figure 6.24 Traitement des données sous LabView..... | 126 |
| Figure 6.25 Sélection des intervalles de calcul du paramètre α_{ci} | 128 |
| Figure 6.26 Exemple de données résultantes d'une interface transducteur/échantillons défectueuse | 130 |
| Figure 6.27 Exemple de la variabilité des paramètres non linéaires suivant l'état du béton..... | 133 |
| Figure 6.28 Taux de variation des paramètres α_f et α_{c2} sur les bétons endommagés par chocs thermiques..... | 134 |
| Figure 6.29 Influence de la saturation en eau sur le paramètre α_f pour de la craie (a) et du grès (b), d'après [Johnson et al., 2004]..... | 136 |
| Figure 6.30 Processus de sorption : adsorption et condensation capillaire [Van Den Abeele et al., 2002]..... | 136 |
| | |
| Figure 7.1 Expansion des éprouvettes contenant du calcaire Spratt..... | 143 |
| Figure 7.2 Expansion des éprouvettes contenant du grès de Postdam..... | 143 |
| Figure 7.3 Variation de masse des éprouvettes contenant du calcaire Spratt | 144 |
| Figure 7.4 Variation de masse des éprouvettes contenant du calcaire Spratt | 144 |
| Figure 7.5 Relation entre variation de masse et expansion pour les mélanges SP et PO..... | 145 |
| Figure 7.6 Observations pétrographiques sur des bétons du mélange SP à différents niveaux d'expansion..... | 147 |
| Figure 7.7 Endommagement des éprouvettes du mélange SP (indices pondérés) | 148 |
| Figure 7.8 DRI mesurés sur différentes études en laboratoire | 149 |
| Figure 7.9 Endommagement des éprouvettes du mélange SP (indices non pondérés) | 149 |
| Figure 7.10 Observations pétrographiques sur des bétons du mélange PO à différents niveaux d'expansion..... | 150 |
| Figure 7.11 Variation de la résistance à la compression pour les mélanges SP et PO | 153 |
| Figure 7.12 Variation de la résistance à la traction pour les mélanges SP et PO..... | 153 |
| Figure 7.13 Variation du module d'élasticité statique pour les mélanges SP et PO | 153 |
| Figure 7.14 Variation de la vitesse des ondes ultrasonores en fonction de l'expansion | 155 |
| Figure 7.15 Variation du module d'élasticité dynamique en fonction de l'expansion | 156 |
| Figure 7.16 Représentation complexe du module dynamique..... | 157 |
| Figure 7.17 Variation des composantes du module dynamique lors d'un endommagement par la RAS avec présence de gel | 158 |
| Figure 7.18 Valeurs α_f et α_Q en fonction de l'expansion du béton | 160 |
| Figure 7.19 Relation entre α_f et les quantités de fissures observées par examens pétrographiques (grossissement x16) | 161 |
| Figure 7.20 Valeurs de paramètres relatifs à la génération d'harmonique en fonction de l'expansion pour le mélange SP..... | 162 |
| Figure 7.21 Courbes de résonance linéaire de bétons SP et PO pour différents niveaux d'expansion | 163 |
| Figure 7.22 Valeurs de paramètres relatifs à la génération d'harmonique en fonction de l'expansion pour le mélange PO | 164 |

| | |
|---|-----|
| Figure 7.23 Variation du module en fonction du temps de conditionnement pour SP et comparaison avec la dégradation par chocs thermiques..... | 166 |
| Figure 7.24 Sensibilités à l'endommagement de α_f et E_{dyn} pour le mélange SP | 168 |
| Figure 7.25 Valeurs des volumes absolu et poreux massiques en fonction de l'expansion | 169 |
| Figure 7.26 Répartition du volume poreux mesuré en fonction de la taille des pores (a) et volume poreux cumulé (b)..... | 170 |
| Figure 7.27 Variation du volume apparent en fonction de l'expansion | 172 |
| Figure 7.28 Perte de masse des phases siliceuses en fonction de l'expansion du béton..... | 173 |
| Figure 7.29 Représentation schématique des étapes d'amorphisation et de dissolution de la silice | 173 |
| Figure 7.30 Corrélation entre expansion asymptotique du béton et variables d'avancement physico-chimiques pour différentes formulations de bétons [<i>Moundoungou, 2010b</i>] | 174 |
| Figure 7.31 Mécanisme de dégradation de la silice réactive du calcaire Spratt..... | 175 |
| Figure 7.32 Influence du gonflement granulaire (V_{app}) sur la non-linéarité du béton (α_f) en début de réaction..... | 177 |
| Figure 7.33 Dégradation du granulat après l'apparition des premières fissures..... | 178 |
| Figure 7.34 Comparaison des dégradations causées par la RAS et par des chocs thermiques | 179 |
| Figure 7.35 Domaine d'utilisation des paramètres de caractérisation..... | 183 |
| Figure 7.36 Observation multi-échelle de la dégradation du béton (mélange SP)..... | 186 |
| | |
| Figure 8.1 Coupes d'une carotte d'écluse (gauche) et d'un échantillon fabriqué en laboratoire (droite)..... | 188 |
| Figure 8.2 Expansion résiduelle des carottes plongées dans NaOH 1M à 60°C..... | 189 |
| Figure 8.3 Variation de masse durant le conditionnement dans la soude | 189 |
| Figure 8.4 Expansion résiduelle corrigée (mesure initiale prise après 24h d'immersion dans NaOH) | 190 |
| Figure 8.5 Observations pétrographiques sur les carottes SC (extraites de l'écluse Côte Sainte-Catherine) | 193 |
| Figure 8.6 Valeurs de α_f pour les échantillons suivis en dégradation résiduelle | 197 |
| Figure 8.7 Influence de la taille des fissures sur α_f | 198 |
| Figure 8.8 Comparaison des temps de fluage de SC-D avant immersion dans la soude et d'un échantillon dégradé par chocs thermiques (état T2) non saturé | 200 |
| Figure 8.9 Comparaison des temps de fluage de SC-D après une expansion résiduelle de 0,054% et d'un échantillon dégradé par chocs thermiques (état T2) saturé | 201 |
| Figure 8.10 Valeurs du volume absolu et du volume poreux massiques en fonction de l'expansion | 203 |
| Figure 8.11 Répartition du volume poreux et volume poreux cumulé en fonction du diamètre des pores | 203 |
| Figure 8.12 Perte de masse en analyse thermogravimétrique en fonction de l'expansion résiduelle | 204 |
| Figure 8.13 Suivi des essais d'expansion résiduelle en fonction du volume apparent et de α_f | 206 |

Liste des tableaux

| | |
|--|-----|
| Tableau 2.1 Aperçu de la qualité du béton d’après la vitesse des ondes ultrasonores..... | 24 |
| Tableau 2.2 Différence entre les phénomènes classiques et non classiques observables en résonance non linéaire (dynamique rapide)..... | 40 |
| Tableau 2.3 Mise en évidence de la sensibilité de la résonance non linéaire par rapport aux méthodes linéaires pour la détection de l’endommagement du béton. | 44 |
| Tableau 3.1 Quantités de réactants introduites en autoclave..... | 56 |
| Tableau 3.2 DRI : Indices pétrographiques et pondérations associées..... | 66 |
| Tableau 3.3 Synthèse des paramètres et méthodes utilisés pour le suivi de la RAS | 68 |
| Tableau 4.1 Composition chimique des granulats utilisés | 72 |
| Tableau 4.2 Composition chimique du ciment..... | 78 |
| Tableau 4.3 Caractéristiques de la formulation de béton utilisé pour les dégradations par cycles de gel/dégel et chocs thermiques | 78 |
| Tableau 4.4 Propriétés mécaniques des bétons (chocs thermiques et gel/dégel) à 28 jours | 79 |
| Tableau 4.5 Caractéristiques des formulations de bétons dégradés par la RAS..... | 81 |
| Tableau 4.6 Propriétés mécaniques à 28 jours des bétons dégradés par la RAS..... | 82 |
| Tableau 4.7 Propriétés mécaniques de bétons issus de l’écluse Côte Sainte Catherine | 84 |
| Tableau 5.1 Composition chimique du calcaire Spratt avant et après attaque acide | 86 |
| Tableau 6.1 Moyennes et coefficients de variation sur les mesures de UPV et E_{dyn} | 102 |
| Tableau 6.2 Coefficients de variation sur les mesures non linéaires | 103 |
| Tableau 6.3 Coefficients de corrélation obtenus lors du calcul des paramètres α_{hi} et β_i | 107 |
| Tableau 6.4 Valeurs obtenues pour le paramètre τ | 121 |
| Tableau 6.5 Evaluation du paramètre α_{c1} pour différents niveaux de dégradation..... | 129 |
| Tableau 6.6 Evaluation du paramètre α_{c2} pour différents niveaux de dégradation..... | 130 |
| Tableau 6.7 Coefficient de variation pour les paramètres α_f et α_{c2} | 134 |
| Tableau 6.8 Avantages et inconvénients des méthodes non linéaires testées | 138 |
| Tableau 7.1 Valeurs moyenne des propriétés mécaniques mesurées pour le mélange SP (deux échantillons) | 151 |
| Tableau 7.2 Valeurs moyennes des propriétés mécaniques mesurées pour le mélange PO (deux échantillons) | 151 |
| Tableau 7.3 Vitesses ultrasonores et modules d’élasticité dynamique mesurés pour le mélange SP | 154 |
| Tableau 7.4 Vitesses ultrasonores et modules d’élasticité dynamique mesurés pour le mélange PO | 155 |
| Tableau 7.5 Evolution du rapport E/E_{dyn} en fonction de l’expansion..... | 157 |
| Tableau 7.6 Evolution du paramètre α_{c2} pour différents niveaux de gonflement de SP (3 échantillons) | 167 |
| Tableau 8.1 Impact du gonflement hydrique sur UPV | 194 |
| Tableau 8.2 Impact du gonflement hydrique sur le module dynamique..... | 194 |
| Tableau 8.3 Vitesses des ondes ultrasonores mesurées sur les carottes suivies en expansion résiduelle | 195 |
| Tableau 8.4 Modules d’élasticité dynamique mesurés sur les carottes suivies en expansion résiduelle | 195 |
| Tableau 8.5 Impact du gonflement hydrique sur α_f | 197 |

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

1.1 Mise en contexte

1.1.1 Contexte socio-économique

La **gestion du vieillissement des infrastructures** est un problème d'ampleur croissante dans de nombreux pays. Les questions d'entretien, longtemps reléguées au second plan, refont aujourd'hui surface dans des proportions démesurées face aux budgets disponibles.

- Aux Etats-Unis, un rapport de l'ASCE (*American Society of Civil Engineers*) estimait en 2009 que le pays devrait investir 2200 milliards \$ sur 5 ans pour remettre ses infrastructures en état, le rapport 2005 estimait l'enveloppe nécessaire à 1600 milliards \$ (<http://www.infrastructurereportcard.org/>).
- Au Canada, le plan Québécois des Infrastructures (PQI) prévoit dans son budget 2009-2014 de consacrer 78% des investissements « au maintien d'actifs et à la résorption du déficit d'entretien ».
- En France, le rapport n°198 du 6 février 2008 du Sénat (<http://www.senat.fr>) sur les infrastructures de transport pointe des besoins très importants en entretien et renouvellement des réseaux routiers et ferroviaires.

Dans un tel contexte, le diagnostic de l'état d'endommagement des infrastructures devient une étape essentielle dans le but de hiérarchiser l'urgence et définir et cibler le type d'intervention à mener selon l'ouvrage considéré.

De nombreuses pathologies peuvent affecter la pérennité d'un ouvrage en béton, parmi lesquelles la corrosion des armatures est de loin la plus répandue. La réaction alcali-granulats (RAG) est un autre type de pathologie identifiée dans plus de 50 pays, la réaction alcali-silice (RAS) en est la forme la plus répandue. En présence de granulats incorporant de la silice dite « réactive », de quantités suffisantes d'alcalins dans la solution interstitielle du béton, de chaux et d'eau, elle peut conduire au gonflement et à la fissuration précoce du béton. Bien que souvent considérée comme un problème marginal par rapport à la corrosion, **les dépenses globales liées à la réparation ou au remplacement des infrastructures touchées par la RAG sont estimées à plus de 2 milliards € par an** [Broekmans, 2010].

1.1.2 Problématique scientifique

Les travaux menés au cours de cette thèse portent sur la Réaction Alkali-Silice (RAS).

L'étude de la RAS et de ses conséquences sur les ouvrages en béton est un problème particulièrement complexe, comme en attestent les difficultés à modéliser son développement malgré une littérature abondante sur le sujet. **Cette complexité s'explique principalement par le polymorphisme de la RAS suivant le type de silice en jeu et la stœchiométrie des réactants, l'hétérogénéité du matériau dans lequel elle se développe – le béton – et une cinétique de réaction relativement lente.**

Les connaissances accumulées ont toutefois permis d'identifier et d'étudier l'impact des principaux paramètres qui influencent la RAS : réactivité des granulats, teneur en alcalins, teneur en chaux et teneur en eau du béton ainsi que la température. Ces études ont abouti à la mise en place de recommandations améliorant grandement la durabilité des nouveaux ouvrages vis-à-vis de la RAS [Csa.A23.2-14a, 1993 ; L.C.P.C., 1994]. Il arrive malgré tout que des ouvrages construits récemment soient affectés par la RAS en raison d'une mauvaise mise en œuvre des recommandations (par exemple en cas de mauvaise dispersion des fumées de silice).

En ce qui concerne la gestion des ouvrages construits avant la mise en place de recommandations préventives, plusieurs guides ont été rédigés afin d'aider les gestionnaires d'ouvrages [Csa.A864-00, 2000 ; L.C.P.C., 2003 ; Bérubé et al., 2005]. Mis à part l'inspection visuelle de circonstance, la première étape d'une évaluation consiste en un suivi des fissures de surface et des conditions environnementales de l'ouvrage. Lorsqu'il est jugé que la vitesse d'ouverture des fissures ou de gonflement présente un risque pour l'intégrité de l'ouvrage, des carottages sont réalisés afin de recueillir des informations supplémentaires. Les principaux tests pratiqués sur carottes d'ouvrage sont l'examen pétrographique, au stéréomicroscope et/ou en microscopie électronique à balayage, des essais mécaniques (module d'élasticité, compression, traction) et des essais d'expansion résiduelle (réalisés dans des conditions de durée, température et humidité normalisées).

L'ensemble des outils proposés actuellement apporte de précieuses indications sur la cause de détérioration du béton, l'état actuel du matériau ainsi que sur le potentiel d'expansion et de détérioration ultérieures associées à la RAS. Ils présentent cependant des limitations notables (détaillées dans la revue de littérature) :

- les propriétés mécaniques, en particulier la résistance à la compression, ne sont affectées que pour des cas de dégradation avancée ;

- les examens pétrographiques sont particulièrement subjectifs car il existe une variabilité importante des résultats en fonction de l'opérateur effectuant les observations ; ces essais sont par ailleurs coûteux en temps ;
- l'exploitation des résultats d'expansion résiduelle est complexe (les conditions d'humidité, de température et de confinement étant différentes de celles de l'ouvrage) ;
- le test d'expansion résiduelle n'est pas discriminant vis-à-vis de la RAS. Dans le cas où le béton est atteint par d'autres pathologies gonflantes (ettringite secondaire différée, thaumasite, etc.), le gonflement observé au cours de l'essai peut n'être attribuable que partiellement voire aucunement à la RAS et ne représentent pas les conditions de terrain.

Aussi, les difficultés à comprendre le développement de la RAS et à établir un diagnostic des dommages qu'elle cause proviennent en grande partie d'un manque d'outils et de techniques d'analyse quantitative. Les travaux de recherche présentés dans ce mémoire portent sur le développement et la pertinence de nouveaux outils permettant d'affiner le diagnostic des bétons touchés par la RAS.

1.1.3 Cadre universitaire

L'étude réalisée se situe à la jonction d'axes de recherche de deux laboratoires : le département de **Génie Civil et Environnemental (GCE)** de l'**Ecole des Mines de Douai (EMD)** en France et le **Groupe de Recherche en Auscultation et Instrumentation (GRAI)** au département de génie civil de l'**Université de Sherbrooke (UdeS)** au Canada.

Au cours des dernières années, le GRAI a travaillé au développement de nombreuses techniques visant à une caractérisation non destructive du béton : résistivité électrique, thermographie infrarouge, radar, méthodes acoustiques, etc. Les travaux spécifiquement consacrés à la RAS ont permis de cibler les techniques basées sur l'acoustique non linéaire comme particulièrement adaptées à ce type d'étude, grâce à leur sensibilité à la microfissuration des matériaux cimentaires.

Les travaux réalisés à l'EMD sur la RAS proposent une approche différente et originale basée sur l'étude de la dégradation physico-chimique du granulats. Cette approche consiste à extraire la silice du granulats et mesurer son altération par la RAS à l'aide de variables physico-chimiques

Cette première thèse en cotutelle entre les deux groupes de recherche vise à réunir leurs compétences respectives sur la caractérisation de la RAS à différentes échelles d'observation afin converger vers une approche plus globale et polyvalente.

1.2 Objectifs

1.2.1 Objectifs généraux

Les travaux menés portent essentiellement sur des bétons fabriqués en laboratoire. Les objectifs généraux de la thèse sont :

- **évaluer les apports d'indicateurs physico-chimiques (caractérisation de la dégradation du granulat) et non destructifs (caractérisation du comportement élastique non linéaire du béton) destinés à identifier la présence de RAS dans le béton et à quantifier la dégradation engendrée.** La pertinence des indicateurs sera jugée sur leur capacité à apporter de nouvelles informations par rapport aux outils classiques de diagnostic de la RAS (expansion, propriétés mécaniques, pétrographie, acoustique linéaire) ;
- **décrire avec plus de précision les liens qui unissent les manifestations multi-échelles de la RAS (dégradation physico-chimique, développement de la fissuration, conséquences mécaniques),** grâce à une utilisation combinée d'un ensemble d'outils – nouveaux et classiques – destinés à suivre l'évolution de la RAS sur des bétons de laboratoire ;
- **appréhender les adaptations nécessaires au passage en conditions réelles** via l'étude de carottes prélevées sur un ouvrage en service.

1.2.2 Objectifs spécifiques

Les indicateurs proposés reposent sur l'emploi de deux outils d'analyse : l'acoustique non-linéaire et l'analyse physico-chimique du granulat. Ces outils ont été portés à différents stades de développement au sein du GRAI et de l'EMD. Plusieurs objectifs spécifiques ont été définis afin de les améliorer et les adapter aux objectifs généraux de la thèse :

- adapter les techniques d'analyse physico-chimique de granulats développées à l'EMD (silex et calcaire siliceux peu argileux) à d'autres types granulats (calcaire siliceux et argileux : Spratt et grès de Potsdam) ;
- dans le cas d'une adaptation possible, quantifier le potentiel de dégradation par la RAS sur du calcaire Spratt et du grès de Potsdam en termes de variation du volume apparent et du taux de silanols Q_3 ;

- confronter les paramètres expérimentaux découlant des techniques acoustiques de résonance non linéaire et d'interaction d'ondes sur leur sensibilité à la fissuration du béton ;
- analyser l'influence de la teneur en eau du béton sur les paramètres non linéaires. Le taux de saturation du béton étant un paramètre difficile à contrôler, l'objectif est de comparer les variations des paramètres non linéaires dues aux changements de teneur en eau avec celles dues à la fissuration du béton afin de fixer des ordres de grandeurs ;
- approfondir la possibilité d'attribuer une signature à la RAS via des méthodes non destructives à partir de l'étude de différents types d'endommagement (RAS, gel-dégel, endommagement thermique) sur le comportement non linéaire du béton ;
- comparer les avantages et les limitations posées par l'emploi des méthodes destructives et non destructives étudiées.

1.3 Originalité et contribution

Les apports de la thèse résident dans l'amélioration et l'utilisation combinée de méthodes novatrices dans le domaine du diagnostic de la RAS.

L'approche physico-chimique employée est à ce jour la seule méthode d'analyse quantitative spécifique à la RAS ne reposant pas sur la microscopie. Elle se présente donc comme potentiellement plus fiable car indépendante de l'interprétation d'un opérateur. Les essais sur deux nouveaux types de granulats (grès de Potsdam et calcaire Spratt) permettent d'élargir son champ d'application et de mieux cerner ses limites. Le suivi des conséquences macroscopiques liées aux dégradations physico-chimiques observées permet d'améliorer la compréhension du mécanisme d'altération.

Au niveau macroscopique, les techniques reposant sur l'acoustique non linéaire sont reconnues comme plus sensibles à la fissuration du béton que celles employant l'approximation linéaire (propriétés mécaniques, vitesse de ondes ultrasonores, module dynamique). Leur émergence est toutefois relativement récente dans le domaine du béton (environ 15 ans) et la littérature laisse apparaître des méthodes expérimentales et des indicateurs de non linéarité variés. Une étude comparative portant sur plusieurs méthodes et indicateurs de non linéarité afin d'identifier les approches les plus prometteuses ne semble pas encore avoir été menée.

Une étude récente menée au GRAI s'est par ailleurs focalisée sur l'utilisation d'essais de résonance non linéaire en dynamique lente afin d'identifier la présence de RAS dans le béton, en

particulier la présence de gel dans les fissures [Kodjo *et al.*, 2011]. Cette étude est ici approfondie en analysant l'influence de la teneur en eau et de différents types de dégradations afin de conclure sur la viabilité de l'application. Actuellement, aucun outil de caractérisation à l'échelle macroscopique ne permet d'identifier la présence de RAS dans le béton.

Finalement, l'approche expérimentale entreprise pour suivre la RAS sur des bétons de laboratoire est la plus complète menée jusqu'à présent en termes d'indicateurs de suivi pris en compte à différentes échelles d'observation. Elle pourrait constituer une nouvelle base de travail dans le domaine qui, une fois développée sur une plus grande quantité de granulats et de formulations, peut permettre d'identifier différents modèles de dégradations multi-échelles dépendant de la formulation et des conditions de conservation du béton.

1.4 Organisation de la thèse

La thèse est organisée selon 4 parties comprenant chacune deux chapitres, plus une conclusion générale:

La première partie « **Présentation du sujet** » inclue la présente introduction (chapitre 1) ainsi qu'une revue de littérature non exhaustive (chapitre 2). Cette revue porte sur les connaissances de la RAS, les méthodes de caractérisation de l'endommagement causé par celle-ci, ainsi que sur l'émergence des techniques d'acoustique non linéaire dans le domaine de l'auscultation du béton.

La deuxième partie « **Méthodologie** » comporte les chapitres 3 et 4. Le chapitre 3 (programme expérimental) se consacre à l'approche expérimentale globale du projet et présente les différentes campagnes expérimentales mises en œuvre (en particulier les programmes d'essais et les méthodes d'analyse). Le chapitre 4 détaille les matériaux étudiés ainsi que leurs conditions de dégradation et/ou de conservation.

La troisième partie porte sur le « **Développement des outils de caractérisation** ». Un premier chapitre (chapitre 5) s'intéresse à l'application potentielle de la méthode physico-chimique développée à l'EMD sur le calcaire Spratt et le grès de Potsdam via leur analyse dans un milieu réactionnel modèle. Le chapitre 6 présente l'étude de différentes méthodes acoustiques non linéaires (résonance en dynamique rapide, résonance en dynamique lente, interactions d'ondes) et indicateurs de non-linéarité sur des bétons sujets à différents types de dégradations (gel/dégel et chocs thermiques).

La quatrième partie traite finalement de l'« **Etude de bétons dégradés par la RAS** ». Elle met en œuvre les outils développés dans la troisième partie, combinés à des outils de

caractérisation plus classiques, afin d'étudier la dégradation par la RAS de bétons de laboratoire (chapitre 7). Une étude similaire est alors portée sur l'expansion résiduelle de carottes extraites d'un ouvrage en service (chapitre 8).

Le neuvième et dernier chapitre présente une conclusion générale sur les travaux effectués ainsi qu'une série de recommandations pour des études ultérieures.

CHAPITRE 2

REVUE DE LITTÉRATURE – REACTION ALCALI-SILICE ET ENDOMMAGEMENT DU BETON

La revue de littérature présente une vue d'ensemble des connaissances actuelles sur le développement de la réaction alcali-silice et ses conséquences sur le béton, ainsi que sur différentes méthodes et indicateurs généralement utilisés pour l'étudier. La revue a pour but de pointer la complexité de la réaction, de même que les apports et les limites des outils d'analyse pouvant être utilisés dans une démarche de diagnostic.

Une première partie propose d'appréhender l'aspect physico-chimique de la RAS en présentant un résumé des connaissances sur les mécanismes réactionnels, le phénomène de gonflement et les principaux facteurs qui affectent la RAS. La deuxième partie présente une approche plus portée sur l'ingénierie, les différentes techniques de caractérisation des dommages causés par la RAS sur le béton y sont discutées. Enfin, la troisième partie constitue une introduction aux méthodes acoustiques non linéaires appliquées à la caractérisation du béton. Ces méthodes font l'objet d'une partie séparée car elles sont encore en plein développement et peu utilisées sur le béton.

2.1 Origine et développement de la réaction alcali-silice (RAS)

2.1.1 Mécanismes réactionnels

La RAS est une réaction hétérogène solide-liquide complexe. Deux modèles principaux émergent de la littérature pour décrire les mécanismes réactionnels impliqués, leur point de divergence essentiel est la localisation des réactions chimiques. Pour une majorité d'auteurs, la RAS est dite topo-chimique : elle se déroule au pourtour des particules réactives et/ou à l'intérieur de celles-ci entre phases liquides et solides. Le processus de dissolution-précipitation (ou trans-solution) est en revanche basé sur l'idée que les réactions chimiques se produisent dans la solution interstitielle après passage à l'état ionique des espèces nécessaires.

- **Processus topochimiques**

La dénomination de réactions topochimiques, introduite par [Larive, 1997], englobe les modèles portés par l'hypothèse que la découpe du réseau siliceux par les ions hydroxyles ne passe pas nécessairement par une mise en solution de la silice. Cette hypothèse s'appuie notamment sur l'observation, dès le début de la réaction, de fissures précoces et de produits de réaction localisés au sein des particules réactives. Les fissures tendent généralement à se propager des particules vers la pâte de ciment. Ces observations ont été faites dans de nombreuses études depuis la fin des années 40 [Mcconnell et al., 1947]. Un premier modèle fut proposé par Powers [Powers & Steinour, 1955a, b], mais ne fut reconnu comme mécanisme de base de la réaction qu'une fois développé par Dent Glasser et Kataoka [Dent Glasser & Kataoka, 1981]. Le modèle a finalement été approfondi par Poole (fig2.1), en y incluant le rôle des ions calcium [Poole, 1992]. D'après ce modèle, les principales réactions chimiques impliquées dans la RAS sont :

- l'ionisation des groupements silanols à la surface de la silice du granulat par les ions hydroxyles :



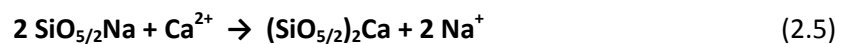
- la neutralisation des sites ionisés par les alcalins K⁺ et/ou Na⁺ :



- l'attaque des ponts siloxanes par les hydroxyles :



- la neutralisation de certains sites ionisés par les ions calcium ainsi que la substitution des alcalins par le calcium :



Les ponts siloxanes étant des liaisons plus fortes que les silanols, leur attaque pourrait dépendre notamment de la distribution des silanols sur la surface du granulat [Wehrli, 1989 ; Proctor et al., 1996]. Couty relie notamment le degré de déformation des tétraèdres Q₄ à la présence de silanols Q₃ [Couty & Fernandez, 1996] : plus le réseau siliceux contient de Q₃, plus les Q₄ présents dans ce réseau sont déformés, ils sont donc moins stables et plus susceptibles d'être attaqués par les hydroxyles alcalins pour former de nouveaux silanols. Les silanols et les sites ionisés alors formés peuvent à nouveau réagir selon les équations (2.1) et (2.2). Cette « découpe »

progressive de la silice ouvre sa structure et permet aux ions hydroxyles de poursuivre la réaction vers l'intérieur de la particule.

Les ions calcium se substituent aux ions sodium par échange cationique. Etant donné leur rayon ionique hydraté supérieur à ceux des alcalins en cause, ils ne resteraient dans un premier temps qu'en surface de la particule [Wang & Gillott, 1991 ; Poole, 1992]. L'échange cationique entre alcalins et calcium permet d'entretenir la réaction puisque les alcalins libérés peuvent alors fixer de nouveaux sites ionisés et poursuivre leur migration vers l'intérieur de la particule.

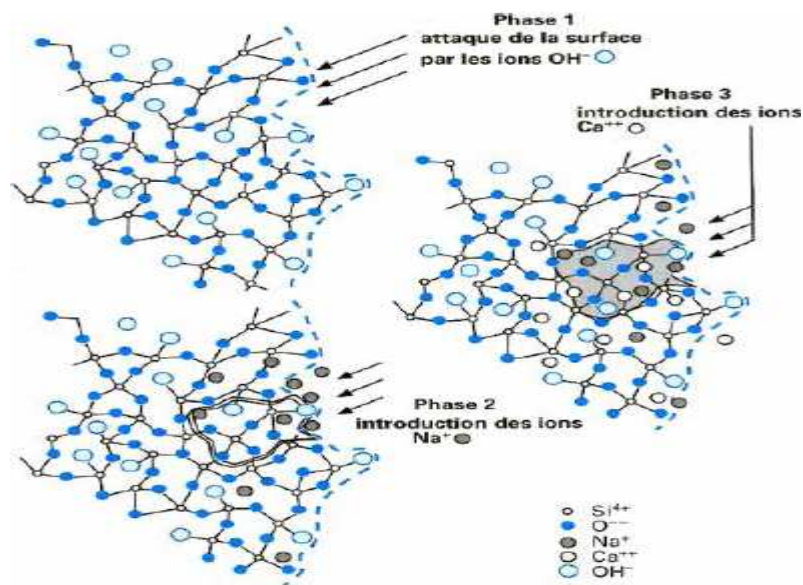


Figure 2.1 Mécanisme couramment admis pour la formation de produits de réaction [Poole, 1992]

• Processus de dissolution-précipitation

Dans certains cas d'étude, il est considéré que la réaction est localisée dans la pâte de ciment, précisément dans la solution interstitielle où les espèces en jeu passent en solution avant de réagir ensemble. Le mécanisme de la réaction peut alors se décrire ainsi [Dron & Brivot, 1992 ; Lombardi et al., 1997] :

- Attaque des ponts siloxanes par les ions hydroxyles et passage en solution d'ions siliceux :



- La portlandite permet un apport en solution d'ions calcium et hydroxyles :



- Lorsque toutes les espèces se retrouvent en solution, il y a précipitation et formation d'un gel dont la nature dépend des proportions des espèces en solution

Par une approche thermodynamique, Dron [Dron, 1990 ; Dron & Brivot, 1992] établit un diagramme des potentiels chimiques du système CaO-KOH-SiO₂-H₂O en fonction des concentrations respectives des ions silicates, calcium et potassium, les produits formés sont de type C-S-H et/ou C-K-S-H. Cependant, les ions alcalins ne seraient adsorbés qu'une fois les produits de réaction formés et ne feraient pas partie de la structure des gels [Dron & Brivot, 1993], ils seraient en fait piégés dans la texture des gels [Lombardi et al., 1996].

2.1.2 Théories sur le gonflement

S'il existe quelques divergences sur les modèles décrivant les mécanismes réactionnels, ce sont les théories sur le gonflement qui suscitent le plus de désaccords et demeurent l'un des points les plus critiques de l'étude de la RAS. Les principales théories sont présentées ci-dessous.

- **Gonflement par phénomène de double couche électrique**

Certains auteurs considèrent que la réaction alcali-silice promeut la formation de silice colloïdale dont les charges négatives de surface sont « neutralisées » par les cations de la solution alcaline. Ainsi une double couche électrique constituée par les ions calcium, sodium et potassium se développe au niveau de la surface de la silice pour neutraliser les charges négatives. Pour une solution riche en ions alcalins et pauvre en ions calcium, le champ de force induit par la double couche électronique est globalement répulsif. Toutefois, dans la zone où le processus de dissolution de la silice se déroule, l'augmentation du nombre de colloïde va induire une diminution de l'épaisseur de la double couche autour des grains de silice. Les particules peuvent alors se rapprocher et lorsque les forces de Van Der Waals l'emportent sur les forces de répulsion, un gel dont la porosité est totalement saturée se forme [Prezzi et al., 1997 ; Rodrigues et al., 1999].

- **Gonflement par pression osmotique**

Par la suite, les gels sont susceptibles de subir un séchage partiel conduisant à un état non totalement saturé. Ces gels partiellement saturés sont susceptibles d'absorber de l'eau. L'apport d'eau contribue à une diminution des concentrations ioniques de l'électrolyte : le milieu redevient

globalement répulsif. Le gel gonfle par absorption d'eau selon un mécanisme de type pression osmotique [Dent Glasser, 1979, 1980 ; Diamond, 1989 ; Poole, 1992].

- **Gonflement par pression de cristallisation**

Ce modèle, développé par Dron [Dron, 1990 ; Dron & Brivot, 1992, 1993] prône comme origine du gonflement, la pression de cristallisation générée par la formation des produits de la réaction (C-S-H /C-K-S-H) issu du processus de dissolution-précipitation. La pression induite par la précipitation des C-S-H /C-K-S-H est donnée par la formule de Riecke :

$$P = \frac{-\Delta G}{V_{mol}} \quad (2.8)$$

où ΔG est la variation d'enthalpie libre de la réaction de précipitation et V_{mol} le volume molaire du précipité.

- **Gonflement granulaire**

Ce mécanisme d'expansion, initialement proposé par Chatterji [Chatterji, 1979 ; Chatterji et al., 1986 ; Chatterji et al., 1989], est basé sur la coexistence de deux flux de matière opposés :

- un flux « entrant » dans le grain réactif, constitué d'ions alcalins, d'ions hydroxyles et de molécules d'eau. Ces ions neutralisent les silanols internes des granulats et contribuent à la formation des ions silicates par découpe des liaisons siloxanes ;
- un flux « sortant » du grain réactif, constitué d'ions silicates provenant de la dissolution interne de la silice des granulats.

Les ions silicates précipitent pour former en périphérie du grain une barrière de diffusion constituée de C-S-H et/ou C-N-S-H et/ou C-K-S-H. Lorsque l'épaisseur de la barrière de diffusion atteint un certain seuil, la diffusion des ions silicates vers l'extérieur est alors ralentie [Chatterji & Thaulow, 2000 ; Riche, 2003]. Si le flux entrant d'ions est supérieur au flux sortant d'ions, il y a accumulation d'espèce au sein du granulat réactif conduisant à son expansion.

Le mécanisme proposé par Chatterji prend aussi en compte le rayon ionique de chacun des cations et attribue un rôle particulier au calcium. Du fait de leur petite taille, les ions sodium et potassium pénètrent plus facilement dans le granulat que les ions calcium. Les ions calcium précipitent avec les ions silicates pour former la barrière de diffusion.

Des travaux plus récents apportent des précisions à ce type de modèle de gonflement. Les travaux d'Ichikawa [Ichikawa & Miura, 2007] et de Garcia-Diaz [Garcia-Diaz et al., 2006] mettent en évidence le fait que l'apparition de certains produits de réaction (tétraèdres de silice sous

forme Q_3) à l'intérieur du grain attaqué se traduit par gonflement du grain. Ce phénomène est mis en avant depuis plusieurs années à l'École des Mines de Douai [Bulteel, 2000 ; Riche, 2003 ; Monnin, 2005].

Les approches d'Ichikawa et Garcia-Diaz sont néanmoins différentes. Un modèle insiste sur les **pressions expansives** générées par l'interaction entre les produits de réaction expansifs à l'intérieur du grain et l'auréole de réaction semi perméable qui bloque leur sortie [Ichikawa & Miura, 2007] (fig2.2). Ces pressions expansives seraient assez importantes pour amorcer une fissuration du grain. L'approche de l'EMD étudie plus spécifiquement les conséquences de ce phénomène à travers **un suivi de la détérioration du granulat** (baisse de la densité, augmentation du volume poreux). Bien que les vues sur le processus réactionnel soient similaires, cette approche se base plutôt sur un suivi des conséquences de la réaction [Bulteel, 2000 ; Riche, 2003 ; Monnin, 2005 ; Garcia-Diaz et al., 2006].

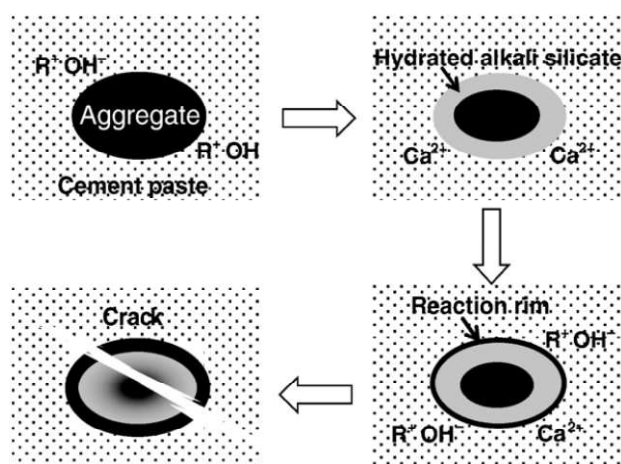


Figure 2.2 Représentation schématique du mécanisme de fissuration induit par la RAS, d'après [Ichikawa & Miura, 2007]

Le modèle de gonflement granulaire n'est pas nécessairement indissociable des autres modèles de gonflement présentés, la prédominance d'un modèle spécifique n'a toujours pas été formellement démontrée. Néanmoins, d'un point de vue pratique, les travaux menés à l'EMD ont permis de caractériser expérimentalement le gonflement granulaire par des variables d'avancement physico-chimiques. De bonnes corrélations ont été trouvées avec le gonflement précoce du béton ou du mortier [Riche, 2003 ; Monnin, 2005 ; Naar, 2009 ; Moundougou, 2010b]. Aussi, les travaux relatifs à la physico-chimie de la RAS présentés dans cette thèse reposent essentiellement sur cette approche des mécanismes de gonflement.

2.1.3 Paramètres influençant la RAS

Les principaux paramètres influençant la RAS ou ses effets sont présentés sommairement dans ce paragraphe selon trois groupes : les paramètres indispensables à son développement (réactivité des granulats, teneur en hydroxyles alcalins, humidité, teneur en calcium), paramètres relatifs aux conditions d'exposition (température, charges et contraintes, cycles de mouillage - séchage) et les paramètres relatifs à la formulation du béton (rapport E/C et porosité, taille des granulats).

- **Paramètres essentiels au développement de la RAS**

La réactivité du granulat. Une silice réactive se caractérise notamment par un réseau cristallin désordonné ou par un état amorphe, c'est-à-dire par une entropie élevée. Par exemple le quartz, qui est une forme de silice parfaitement cristallisé, n'est pas un minéral réactif [Hornain, 1993]. En revanche, les quartz microcristallins, la calcédonite ou la moganite, qui sont principalement caractérisés par une faible taille des cristallites ainsi que des défauts planaires structuraux, sont considérés comme des minéraux réactifs. Les défauts dans la structure de la silice, appelés silanols (Notés Si-OH ou Q₃H), constituent des sites préférentiels responsables de l'initiation des mécanismes réactionnels, comme présenté dans le paragraphe 2.1.1.

Outre la structure, la texture du granulat influe également sur sa réactivité. La granularité, la microporosité ou la microfissuration d'un granulat sont autant de paramètres qui auront une influence sur la surface d'échange (surface réactionnelle) que celui-ci offre aux autres agents responsables de la réaction. Il a été montré que plus la surface d'échange est grande, plus le taux de réaction l'est également [Jones, 1989 ; Maso & Carde, 1992]. D'une manière générale la nature et la réactivité du granulat sont des éléments essentiels de l'étude de la RAS et de ses conséquences. Aussi, il est important de rappeler que la RAS est spécifique à chaque type de granulat, comme illustré sur la figure 2.3 où sont données les courbes d'expansions de bétons réactifs de formulations identiques, à l'exception du granulat.

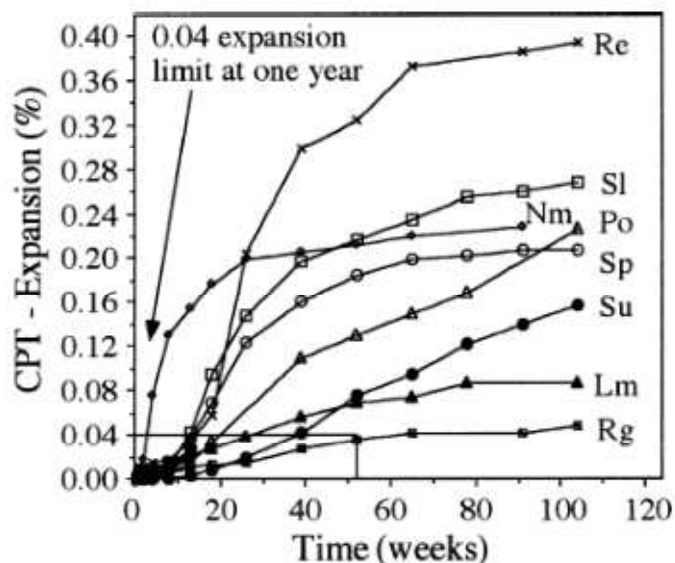


Figure 2.3 Résultats de tests de réactivité accélérée (*concrete prism test*) pour différents types de granulats [Fournier & Bérubé, 2000]

La concentration en hydroxydes alcalins dans la solution interstitielle. La principale source d'alcalins dans le béton est le ciment, dont la teneur est généralement exprimée en $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$, tel que :

$$\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = \text{Na}_2\text{O} + 0,658 \times \text{K}_2\text{O} \quad (2.9)$$

Des sources additionnelles peuvent cependant être fournies par d'autres éléments du béton (eau de gâchage, adjuvants, additions minérales, granulat) [Diamond, 1989 ; Bérubé et al., 2002 ; Wang et al., 2008] ou par l'environnement (eaux salines, sel fondants).

L'influence de la concentration en alcalins sur le développement de la RAS dépend de la nature et de la réactivité du granulat [Sibbick & Page, 1992 ; Hill, 1996 ; Hobbs, 2000 ; Leming & Nguyen, 2000 ; Rivard, 2002 ; Bektas et al., 2008]. Aussi, il est plus juste d'étudier le rapport de la silice réactive sur le taux d'alcalins ($\text{SiO}_2 / \text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$) plutôt qu'uniquement la quantité d'alcalins présents dans le béton.

L'étude en laboratoire de l'influence du rapport $\text{SiO}_2 / \text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ sur l'expansion d'éprouvettes de bétons ou de mortiers montre deux tendances générales selon les types de granulats :

- Pour une partie des granulats, l'endommagement augmente lorsque la teneur en alcalins augmente (pour une quantité de granulat constante), ils sont dits « potentiellement réactifs »

- Pour une autre partie des granulats, l'augmentation du rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ passe par un maximum d'expansion observé dans le béton, ils sont dits « potentiellement réactif à effet pessimum » [Michel et al., 2000].

La figure 2.4 illustre le phénomène de pessimum dans le cadre d'essais sur des bétons où la teneur en alcalins est gardée constante tandis que celle en granulat réactif est variable.

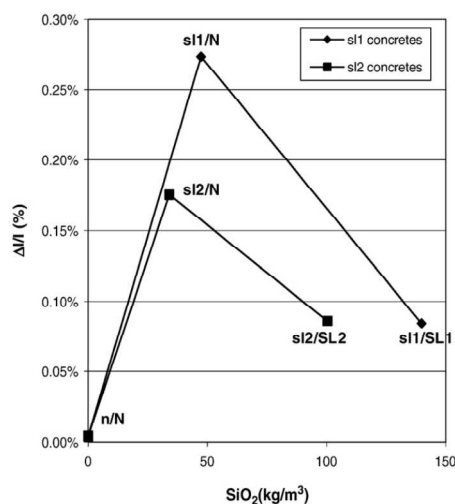


Figure 2.4 Effet pessimum sur des bétons contenant des quantités variables de calcaires siliceux réactifs [Garcia-Diaz et al., 2010]

Une humidité suffisante. Il est généralement admis que des conditions d'humidité relative d'au moins 80-85% sont nécessaires au développement et au maintien de la réaction [Olafsson, 1987 ; Stark & Depuy, 1987 ; Hornain, 1993], pour une température moyenne voisine de 20°C. Olafsson précise cependant que le niveau critique peut chuter pour des températures plus élevées [Olafsson, 1987]. Par ailleurs, comme dans le cas des alcalins, la limite inférieure d'humidité peut être dépendante du granulat, celle-ci pouvant être plus faible lorsque la granulat est très réactif [Tomosawa & Abe, 1989 ; Bérubé et al., 2000b]. Enfin, cette limite peut être à l'opposé augmentée dans le cas d'un dosage de béton faible en alcalins [Multon, 2003].

L'eau disponible provient généralement de l'environnement extérieur et les ouvrages situés dans des zones sèches sont moins susceptibles de développer la RAS que des ouvrages en zone humide ; mais Larive a également montré sur des éprouvettes de laboratoire que l'eau de gâchage non consommée pour l'hydratation du ciment pouvait être suffisante pour obtenir une expansion significative [Larive, 1997]. Stark a de plus constaté à partir de mesures d'humidité sur ouvrages qu'au-delà d'une épaisseur de 50mm, l'humidité relative des bétons étudiés restait supérieure à 80%, et permettait à la RAS de se développer [Stark, 1992].

A partir du moment où l'eau est en quantité suffisante, il est généralement constaté que plus il y a d'eau disponible, plus il y a d'expansion et de dégradation [Vivian, 1981 ; Kurihara & Katawaki, 1989 ; Tomosawa & Abe, 1989 ; Larive et al., 2000 ; Poyet et al., 2004]. En présence d'un apport d'eau important, la réaction et l'expansion peuvent toutefois être freinées par un phénomène de lessivage des alcalins. Diverses études sur des éprouvettes conservées en laboratoire en milieux humides mettent en avant ce phénomène [Poole et al., 2000 ; Famy et al., 2001], qui réduirait, selon les conditions, jusqu'à 85% la concentration en alcalins dans la solution interstitielle. Si ces constatations amènent à prendre des précautions sur les essais en laboratoire vis-à-vis de l'exposition des éprouvettes [Rivard et al., 2007], aucune donnée sur ce phénomène n'est disponible pour des ouvrages en service.

Le calcium. Si les premiers modèles de réaction n'incluaient pas l'action du calcium, de nombreuses études ont depuis conclues sur la présence indispensable du calcium pour le développement de la réaction [Chatterji, 1979 ; Chatterji et al., 1986 ; Diamond, 1989 ; Poole, 1992 ; Dron & Brivot, 1993 ; Riche, 2003]. L'étude de l'influence des ions calcium sur la RAS porte généralement sur leur présence dans les produits de réaction et leur rôle par rapport à leur caractère gonflant. Bien que peu de données soient disponibles, il semble entendu que la quantité de portlandite issue de l'hydratation du ciment fournit toujours une réserve suffisante d'ions calcium pouvant être dissout dans la solution interstitielle.

- **Paramètres relatifs à l'environnement**

La température joue un rôle principalement cinétique vis-à-vis de la RAS. Une élévation de la température accélère la réaction dans un premier temps, mais l'expansion finale est diminuée [Jones & Poole, 1986 ; Wood et al., 1986 ; Chatterji & Christensen, 1990], comme illustré sur la figure 2.5 pour des bétons réactifs identiques portés à 23°C et 38°C [Larive, 1997].

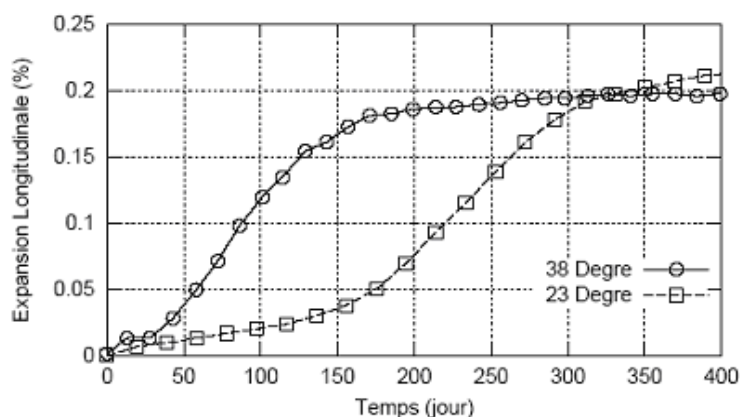


Figure 2.5 Influence de la température sur les cinétiques d'expansion [Larive, 1997]

Les gonflements moindres observés pour des températures élevées pourraient être liés à la baisse de viscosité des produits de réaction [Capra, 1997 ; Moundougou, 2010b]. Les possibles modifications des mécanismes de gonflement sont un fait important à prendre en compte lors de l'interprétation d'essais pratiqués à plus de 40°C.

Les charges et contraintes appliquées au béton sont des paramètres ayant une influence sur le gonflement généré par la RAS, les effets sur la réaction elle-même sont considérés comme négligeables. Il a été montré que l'application de contraintes sur des bétons touchés par la RAS freine l'expansion dans la direction du chargement pour des cas de structures de béton armé [Koyanagi et al., 1992 ; Fan & Hanson, 1998 ; Ballivy et al., 2000], d'éprouvettes de laboratoire sous contraintes extérieures [Le Roux et al., 1992 ; Jones & Clark, 1996 ; Kawamura & Iwahori, 2004], ainsi que sur des structures en service [Durand & Veilleux, 1994]. Les travaux en laboratoire visant à quantifier les pressions expansives générées par la RAS ont révélés que celles-ci pouvaient atteindre environ 5 MPa sur mortier [Kawamura & Iwahori, 2004 ; Kawamura, 2007 ; Binal, 2008] et béton [Berra et al., 2010], les valeurs relevées sur des bétons de laboratoire ou directement sur des ouvrages de masse [Rivard et al., 2010] atteignent environ 4 MPa.

Il est important de noter que le comportement expansif d'un béton ou mortier sujet à la RAS peut être très variable suivant qu'il soit ou non confiné. Kawamura a en effet observé que des mortiers présentant une forte expansion libre généraient de faibles pressions expansives une fois confinés et vice versa [Kawamura & Iwahori, 2004].

Les cycles mouillage – séchage contribueraient fortement à la fissuration superficielle du béton dans le cas d'ouvrages en service. Dans des conditions favorisant ces cycles, deux zones de béton se distinguent : une zone superficielle qui subit un lessivage des alcalins en cycle de mouillage ou un taux d'humidité trop faible lors du séchage, et une zone interne moins influencée par l'environnement extérieur et qui peut maintenir la réaction. Il se crée alors une poussée du béton interne, qui va solliciter la coque superficielle - peu ou pas expansive - en flexion, et provoquer des fissures de traction [Bérubé & Carles-Gibergues, 1992].

- **Caractéristiques du mélange de béton**

La porosité et le rapport Eau/Ciment sont des paramètres essentiels pour la durabilité du béton. Un plus faible rapport E/C implique notamment une augmentation des propriétés mécaniques, une meilleure imperméabilité (réduction des apports externes en eau et en alcalins), une porosité capillaire réduite et une plus faible teneur en eau libre. Dans le cas de la RAS, ces effets à priori positifs peuvent avoir pour conséquences une plus grande concentration en ions de la solution interstitielle [Taylor, 1997 ; Van Eijk & Brouwers, 2000] et un espace réduit pour loger les produits expansifs (pouvant favoriser la fissuration). Les études sur le sujet montrent généralement que la baisse du rapport E/C et/ou de la porosité entraîne de plus fortes expansions [Dahms, 1976 ; Krell, 1987 ; Hudec & Larbi, 1989 ; Larive, 1997]. Il existe néanmoins de nombreux cas d'ouvrages de masse fabriqués avec des rapports E/C élevés et présentant des fortes expansions causées par la RAS.

La taille des granulats a une influence notable sur l'amplitude de gonflement. Plusieurs études montrent que les particules réactives les plus fines ont tendance à diminuer le gonflement des bétons [Qinghan et al., 1996 ; Poyet et al., 2003 ; Cyr et al., 2009]. Cette réduction du gonflement pourrait être due au fait que les fines réactives se comportent comme des pouzzolanes, entraînant un effet similaire à celui de ajouts cimentaires classiques [Cyr et al., 2009].

Une partie de la littérature sur le sujet met en avant une expansion insignifiante pour des particules de petite taille (moins de 50 μ m à 150 μ m) [Diamond & Thaulow, 1974 ; Kawamura et al., 1983 ; Zhang & Groves, 1990] et l'existence d'un effet pessimum pour des particules beaucoup plus grandes que 100 μ m [Diamond & Thaulow, 1974 ; Feng et al., 2002 ; Xie & Xi, 2003 ; Ramyar et al., 2005], avec en général les effets les plus néfastes pour des particules de plus de 1mm.

Enfin, lors d'essais accélérés (*Accelerated Mortar Bar Test*) sur des mortiers contenant du grès de Potsdam, Lu et al. ont pu observer que la granulométrie employée pour ce type d'essais

(0,15/0,80mm) conduisait à qualifier le granulat comme « non réactif » alors que sa réactivité est avérée. Dans ce cas d'étude, la préparation des fractions granulométriques utilisées (broyage, tamisage, lavage) conduirait à éliminer une grande partie de la silice réactive contenue dans le granulat [Lu et al., 2006a].

2.1.4 Bilan : connaissances et interrogations

Les travaux menés sur la RAS ont permis d'identifier les éléments (silice réactive, hydroxydes alcalins et calcium) et les principales réactions chimiques qui gouvernent son initiation.

Une grande quantité d'études expérimentales ont par ailleurs analysé l'influence de paramètres relatifs à l'environnement ou à la formulation du béton sur le gonflement causé par la RAS. Les connaissances acquises ont permis de mettre en place de nombreuses normes et recommandations pour la construction et la gestion des ouvrages : tests de réactivité des granulats, définition de seuils minimums en alcalins dans le béton, classification des risques de dégradation des ouvrages suivant leurs conditions d'exposition, etc. Ces connaissances servent également de base à des démarches de modélisation variées [Comby-Peyrot et al., 2009 ; Dunant & Scrivener, 2010 ; Ghanem et al., 2010 ; Grimal et al., 2010].

Il existe cependant une telle variabilité et interconnectivité des paramètres pouvant influencer la RAS et ses conséquences physiques que l'interprétation des mécanismes multi-échelles liant l'initiation de la réaction chimique au gonflement est rendue extrêmement complexe. Aussi, les réelles connaissances théoriques sur ces mécanismes sont encore réduites, comme en atteste les désaccords persistant sur l'origine des pressions de gonflement ou la quantité de modèles numériques proposés. Il en résulte que l'évaluation de l'état d'avancement de la réaction en vue d'une démarche de diagnostic reste problématique.

Il apparaît qu'une meilleure compréhension du développement de la RAS doit notamment passer par l'amélioration des outils et paramètres expérimentaux permettant de l'observer à différentes échelles. La deuxième partie de la revue de littérature présente les principaux outils de caractérisation utilisés afin de détailler leurs apports et leurs limites.

2.2 Caractérisation de l'endommagement du béton causé par la RAS

2.2.1 Introduction

La caractérisation de l'endommagement du béton intervient dans plusieurs étapes de gestion des ouvrages en service :

- lors d'une inspection initiale, qui détermine si un ouvrage est potentiellement affecté;
- lors d'examen approfondis, généralement pratiqués sur des carottes prélevés sur l'ouvrage, permettant de confirmer la présence de RAS et d'estimer l'état de dégradation du béton;
- lors d'essais de dégradation résiduelle, également réalisés sur des carottes, fournissant des informations sur la dégradation potentielle future.

Comme la plupart des pathologies pouvant affecter le béton, la RAS et ses effets se répercutent à toutes les échelles d'observation. Cette section présente les principales méthodes employées afin de caractériser ces effets, en commençant par les premières inspections sur ouvrage (dégradation de surface) en allant vers des approches de plus en plus spécifiques (caractérisation de la dégradation physico-chimique du granulat). La spécificité des approches vis-à-vis de la RAS est le plus souvent liée à l'échelle d'observation considérée.

2.2.2 Dégradation de la surface des ouvrages

Les principaux signes visuels susceptibles d'indiquer la présence de RAS sur un ouvrage sont :

- Des déformations, globales ou différentielles, pouvant aller jusqu'à bloquer le fonctionnement de l'ouvrage (par exemple l'ouverture des portes d'une écluse - fig.2.6a - ou la rotation des turbines d'une centrale hydroélectrique)
- De la fissuration, dont le motif est généralement polygonal (fig.2.6b)
- La présence d'un liseré brunâtre en bordure des fissures (fig. 2.6c)
- Des exsudats de gel en surface du béton
- Des « pop-out » provoqués par l'éclatement du béton recouvrant des granulats proches de la surface (fig. 2.6d)

La présence de ces symptômes n'indique toutefois pas que la RAS soit la seule ni la principale cause de l'endommagement de l'ouvrage. Par exemple, les pop-out peuvent être causés par des cycles de gel/dégel, les exsudats de gel peuvent être confondus avec des efflorescences de chaux carbonatée etc.

Lorsqu'une pathologie évolutive est suspectée sur un ouvrage, une mesure essentielle consiste à évaluer sa vitesse de progression. Cette évaluation est principalement réalisée à partir d'un suivi de la fissuration de surface, en particulier de l'évolution de l'ouverture des fissures. La vitesse de dégradation de l'ouvrage est le principal paramètre pris en compte afin de définir le degré de priorité de l'ouvrage et si des analyses approfondies sont nécessaires [L.C.P.C., 2003 ; Bérubé et al., 2005].



Figure 2.6 Exemple de signes visuels indiquant la présence potentielle de RAS sur un ouvrage
(a) blocage des portes d'une écluse, (b) fissuration polygonale, (c) liseré brunâtre autour des fissures, (d) « pop-out »

2.2.3 Méthodes non destructives

Les essais non destructifs autres que l'inspection de surface sont encore peu utilisés dans le cadre des ouvrages affectés par la RAS.

Des travaux menés notamment au sein du GRAI sur **la thermographie infrarouge** [Ostrowski, 2005 ; Naar, 2006], **les méthodes électromagnétiques** [Sbartai, 2005], **la résistivité électrique du béton** [Naar, 2006] ou encore **les ondes dispersives de Rayleigh et de Lamb** [Al Wardany, 2005 ; Al Wardany et al., 2009] ont démontré des apports, par ces outils d'auscultation, pour la détection des armatures, des nids d'abeille, des joints de coulées ou les variations d'humidité au sein du béton par exemple. Ils ne démontrent en revanche qu'un potentiel limité vis-à-vis des dommages causés par la RAS.

La vitesse des ondes de compression ultrasonores (noté UPV) est le paramètre non destructif le plus répandu pour l'auscultation du béton. La vitesse UPV peut être approximée par l'équation (2.10), une discussion plus approfondie sur les facteurs pouvant influencer la vitesse de ondes ultrasonores est disponibles dans les rapports de l'*American Concrete Institute* [Aci-Report-228-2r, 1998 ; Aci-Report-228-1r, 2003].

$$UPV = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2.10)$$

E est le module élastique du matériau et ρ sa densité.

Le tableau 2.1 présente une classification de la qualité du béton suivant UPV [Carino, 2003].

| UPV, m/s | Qualité du béton |
|---------------|----------------------|
| Plus de 4570 | excellente |
| 3660 à 4570 | globalement bonne |
| 3050 à 3660 | discutable |
| 2130 à 3050 | globalement mauvaise |
| Moins de 2130 | Très mauvaise |

Tableau 2.1 Aperçu de la qualité du béton d'après la vitesse des ondes ultrasonores

La vitesse UPV n'est pas spécifique à la RAS ni particulièrement sensible à la microfissuration du béton, elle constitue cependant un outil d'analyse rapide et facile d'utilisation. Lors d'une étude portée sur la RAS, Saint-Pierre a observé sur des éprouvettes de laboratoire une baisse de 8% de la vitesse des ondes ultrasonores sur des échantillons réactifs alors qu'elle augmente de 2% sur des échantillons non réactifs (éprouvettes plongées à 38°C dans la soude durant 50 semaines) [Saint-Pierre et al., 2007]. Il existe par ailleurs dans cette étude un

palier d'expansion à partir duquel la vitesse des ultrasons semble se stabiliser (0,09% d'expansion), comme indiqué sur la figure 2.7.

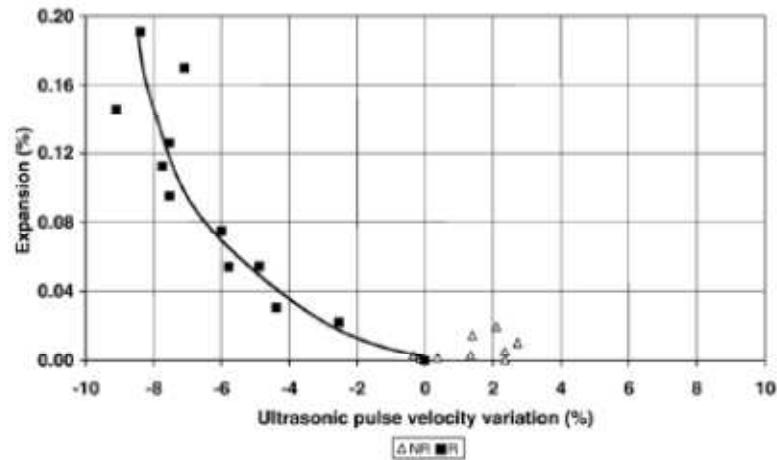


Figure 2.7 Variations de la vitesse des ondes ultrasonores avec l'expansion d'éprouvette maintenues dans la soude à 38°C [Saint-Pierre et al., 2007]

(R : avec granulat réactif, NR : avec granulat non réactif)

Nakagawa trouve par ailleurs de bonnes corrélations entre différents paramètres issus de la propagation d'ondes ultrasonores (vitesse, amplitude maximale, amplitude de la première onde, etc.) et l'expansion d'échantillons de laboratoire atteints d'alcali-réaction [Nakagawa et al., 2008], comme le montre la figure 2.8. Des phénomènes de palier peuvent également être observés.

Plusieurs études ont récemment mis en avant que les variations du **module d'élasticité dynamique** (calculé à partir de la fréquence de résonance) au cours de la RAS sont significatives et pourraient représenter un paramètre non destructif de référence car il est, au même titre que la vitesse UPV, facile à mesurer [Gallias, 2000 ; Sargolzahi, 2009 ; Sargolzahi et al., 2010a]. La méthode employée n'est toutefois efficace que sur des carottes extraites d'ouvrage ou des échantillons allongés car la détection des multiples réflexions de l'onde mécanique nécessite des caractéristiques dimensionnelles spécifiques.

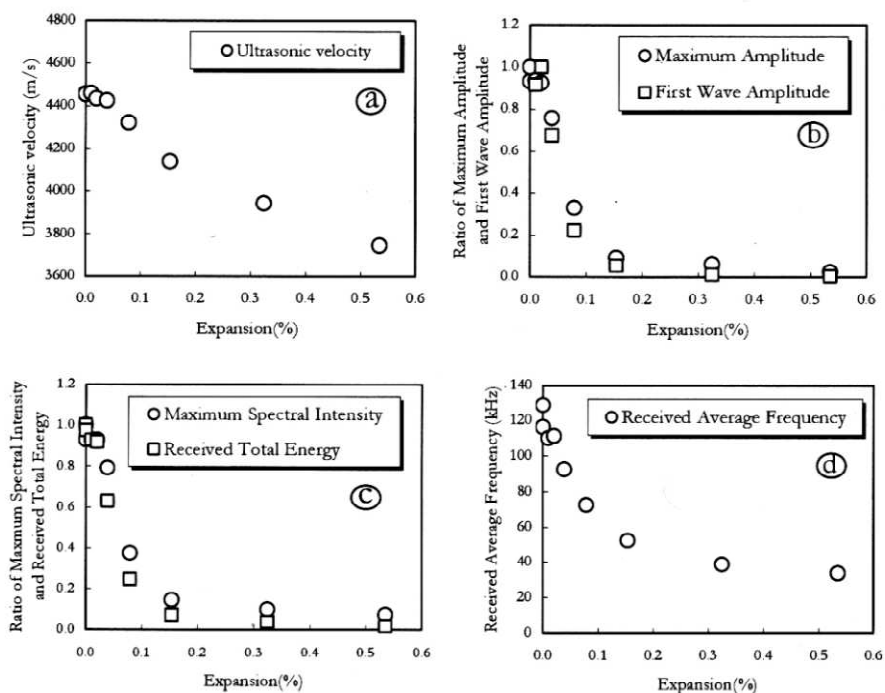


Figure 2.8 Corrélations entre expansion et différentes caractéristiques de propagation ultrasonore [Nakagawa et al., 2008]

La méthode **impact-écho** s'apparente à la mesure de fréquence de résonance mais ne nécessite l'accès qu'à une seule face du béton, ce qui peut la rendre particulièrement utile pour des mesures *in situ* [Carino, 2003]. Le principe consiste à enregistrer la réponse à un impact mécanique à l'aide d'un capteur placé en surface à proximité immédiate de la source (fig. 2.9). L'interprétation se base généralement sur l'analyse du temps de propagation de l'onde réfléchie mais l'étude peut être également réalisée en fréquence par transformée de Fourier en analysant le spectre des amplitudes. Dans le cas de l'auscultation d'un ouvrage touché par la RAS, cette méthode peut principalement être utilisée pour localiser des fissures planaires ou, si l'épaisseur du béton est connue, estimer la vitesse de propagation des ondes compression dans le béton.

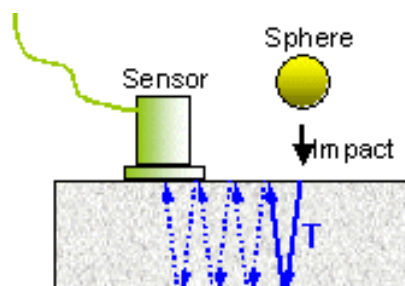


Figure 2.9 Principe d'une mesure par impact-écho

Finalement, les techniques d'auscultation basées sur l'acoustique non linéaire semblent présenter un fort potentiel vis-à-vis de l'étude de la RAS. Une introduction à ces techniques fait l'objet du paragraphe 2.3.

2.2.4 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques étant des paramètres essentiels de conception des ouvrages, plusieurs études se sont consacrées aux conséquences de la RAS sur celles-ci. En raison de la variabilité associée au développement de la RAS (minéralogie des roches, la taille des granulats, cinétiques de réaction, etc.), il est difficile d'associer changement de propriétés mécaniques et niveau d'expansion.

- **Résistance à la compression**

Le test de compression étant de loin le plus utilisé sur du béton, il est apparu naturel de suivre l'évolution de la résistance à la compression au cours de la RAS. Il ressort de plusieurs études que la RAS peut avoir un impact sur la résistance à la compression du béton [Swamy & Alasali, 1988 ; Pleau et al., 1989 ; Ahmed et al., 2003]. Cet impact est variable suivant la réactivité des granulats [Ahmed et al., 2003] ou les conditions d'exposition [Marzouk & Langdon, 2003]. Marzouk observe par exemple, après 12 semaines de cure à 80°C dans le l'eau, que R_c augmente de 13% et 21% pour des bétons contenant respectivement un granulat très réactif et moyennement réactif. Lorsque ces mêmes bétons sont conservés dans le la soude (1M) à 80°C, R_c diminue de 26% pour le béton très réactif et augmente de 2% pour le béton moyennement réactif [Marzouk & Langdon, 2003]. Lors d'essais sur trois types de granulats réactifs conservés à 38°C et 100% H.R., Gaccio observe dans deux cas que la résistance à la compression continue d'augmenter durant plus de 200 jours de cure, avec une différence peu marquée par rapport au béton de référence [Giaccio et al., 2008].

La résistance à la compression correspond à un seuil de déformation plastique relativement important (R_c est atteint après le développement d'une fissuration liée à l'essai lui-même), elle n'est en conséquence que peu sensible à un endommagement précoce provoqué par la RAS (microfissuration) mais peut être significativement réduite pour les états d'endommagement avancés. Aussi, le renforcement du béton dû à la réaction pouzzolanique entre en concurrence avec la dégradation causées par la RAS, de sorte que certains ouvrages manifestement affectés par la RAS peuvent présenter une résistance à la compression nettement supérieure celle de conception [Shayan & Morris, 2002].

- **Résistance à la traction**

La résistance à la traction est considérée comme un meilleur indicateur de la dégradation d'un béton par la RAS que la résistance à la compression [Jones & Clark, 1998 ; Ahmed et al., 2003 ; Marzouk & Langdon, 2003 ; Silva et al., 2008]. En effet, en traction la fissuration du matériau provoque des zones de concentration de contraintes ; la résistance à la traction en est affectée dès l'apparition de microfissures, ce qui explique en grande partie pourquoi sa baisse se produit avant même une expansion significative [Jones & Clark, 1998].

- **Module d'Young**

Comme dans le cas de la résistance à la traction, le module d'Young est plus sensible à la RAS que la résistance à la compression [Ahmed et al., 2003 ; Saint-Pierre et al., 2007 ; Kubo et al., 2008 ; Hasparyk et al., 2009]. Contrairement à la résistance à la compression, le module d'Young est sensible aux faibles sollicitations intervenant au début d'un test de compression. Lorsqu'un échantillon est endommagé, ces sollicitations amènent à la fermeture du réseau de microfissures plus ou moins perpendiculaires au sens de chargement. Plus ce réseau est important, plus le module d'Young en sera affecté. Cette sensibilité peut varier suivant le type de granulat employé et de manifestation de la réaction :

- si les microfissures ne sont pas remplies de gel, il n'y aura pas de résistance à la fermeture des fissures et le module en devrait être significativement affecté,
- s'il y a beaucoup de gel dans les fissures et suivant la viscosité de ce gel, il y aura une résistance à la fermeture des fissures et le module sera moins affecté que dans le cas précédent.

Bien que la présence de gel puisse, en théorie, réduire la sensibilité du module d'élasticité à la RAS, plusieurs études ont montré des variations très marquées de celui-ci au cours de la dégradation. Sur des essais Microbar, Marzouk observe une baisse de la résistance à la compression de 28% à 14 jours, tandis qu'elle est de 80% pour le module d'Young [Marzouk & Langdon, 2003]. Dans le cadre d'essais sur béton (entreposés à 38°C et 100%H.R.), Giaccio observe à 200 jours (expansion de 0,145%) une baisse de 47% du module d'Young tandis que la résistance à la compression a augmenté de 36% [Giaccio et al., 2008].

- **Chargement cyclique en compression (Stiffness Damage Test)**

Le « Stiffness Damage Test » (SDT) est un test proposé par Chrisp [Chrisp et al., 1993] basé sur un chargement cyclique en compression (5 cycles) entre 0 et 5,5 MPa. Les auteurs indiquent

notamment que l'aire occupée par les courbes contrainte – déformation (hystérésis) est clairement plus grande sur des échantillons de béton endommagé. L'énergie dissipée durant les cycles de charge – décharge (qui correspond à l'aire occupée par les boucles d'hystérésis) et la déformation plastique accumulée après ces cycles sont associées à la fermeture des fissures existantes ; elle représente donc une mesure de l'endommagement de l'échantillon dans le sens des contraintes appliquées.

En adaptant cette méthode (chargement de 10MPa), Smaoui a trouvé des corrélations linéaires entre l'expansion et deux paramètres extraits du test [*Smaoui et al., 2004*]:

- l'énergie dissipée durant le premier cycle de charge – décharge
- la déformation plastique obtenue après 5 cycles.

Le SDT s'avère donc être un essai pertinent pour caractériser l'endommagement du béton provoqué par la RAS, mais aussi par d'autres types d'endommagement tels que le gel – dégel

2.2.5 Examen pétrographique

L'examen pétrographique est l'outil le plus employé afin de caractériser l'endommagement causé par la RAS car il est l'un des rares à permettre une analyse spécifique. Les observations en microscopie optique (fig. 2.10) sont généralement accompagnées d'un barème permettant de quantifier l'endommagement de l'échantillon observé, tel que le « Damage Rating Index » [*Rivard et al., 2002a ; Grattan-Bellew et al., 2004 ; Rivard & Ballivy, 2005*] ou le « Crack Index » [*Lindgård et al., 2004 ; Wigum et al., 2004 ; Wigum & Lindgård, 2008*]. De bonnes corrélations sont généralement trouvées entre l'état d'endommagement donné par le barème et l'expansion d'éprouvettes de laboratoire.

Ponce insiste néanmoins sur le fait que selon la structure et la minéralogie du granulat employé (comparaisons entre des roches volcaniques éruptives, sédimentaires, granitiques et métamorphiques), les manifestations de la réaction peuvent prendre différentes formes dans le granulat et la zone de transition interfaciale [*Ponce & Batic, 2006*] et confirme que les méthodes pétrographiques restent spécifiques à chaque type de granulat [*Rivard et al., 2002a ; Wood, 2008*].

De bonnes corrélations entre degré de réaction et expansion ont également été trouvés, à partir de filtres appliqués sur des images obtenues en microscopie électronique à balayage [*Haha et al., 2004 ; Haha et al., 2007*], technique qui permet d'élargir le champ d'analyse à une plus grande variété de granulats mais qui réduit la taille de l'échantillon.

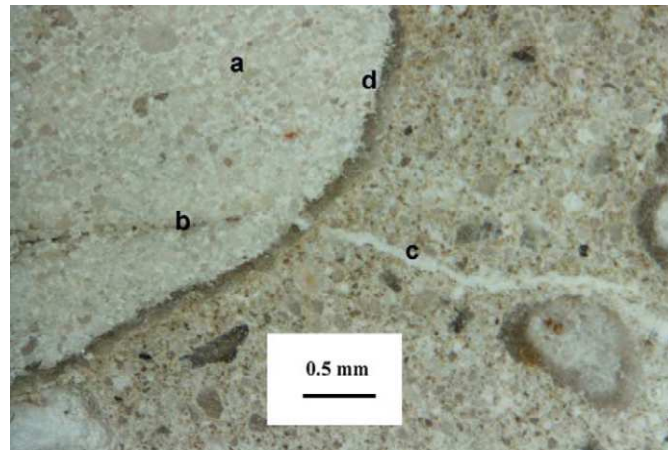


Figure 2.10 Faciès pétrographique associé à la RAS (grès de Potsdam) [Rivard & Ballivy, 2005]
a) produit de réaction dans le granulat b) fissure provenant du granulat et se poursuivant dans la pâte de ciment c) fissure dans la pâte de ciment remplie de produit de réaction d) auréole de réaction entourant le granulat

La pétrographie se révèle très utile, notamment pour identifier ponctuellement la réaction de manière économique, mais pose des obstacles pour juger de l'endommagement d'un ouvrage dans son ensemble. En effet, il est alors nécessaire de tester un nombre d'échantillons statistiquement représentatif qui reflète la variabilité des endommagements rencontrés sur la structure, ce qui en fait finalement une méthode très coûteuse à cette échelle [Wood, 2008]. C'est pourquoi les analyses pétrographiques doivent être complétées par des analyses à plus grande échelle (propriétés mécaniques, vitesse des ondes ultrasonores, etc.).

Par ailleurs, les résultats d'un examen pétrographique (comptage des fissures, présence de gel etc.) peuvent dépendre de l'opérateur [Villeneuve, 2010], ce qui rend une telle méthode d'analyse difficile à normaliser.

2.2.6 Analyse des produits de réaction

Les produits formés par la RAS sont des gels hydratés de couleur blanc-laiteux contenant du silicium comme principal composant [Knudsen & Thaulow, 1975 ; Fernandes, 2009], du calcium et des alcalins. De nombreuses études se sont penchées sur leur caractérisation. Il ressort que la composition, la structure et la texture (fig.2.11) des produits de réaction peuvent être très variables suivant les conditions (température, quantité de réactants, humidité relative etc.) et la durée de développement de la RAS.

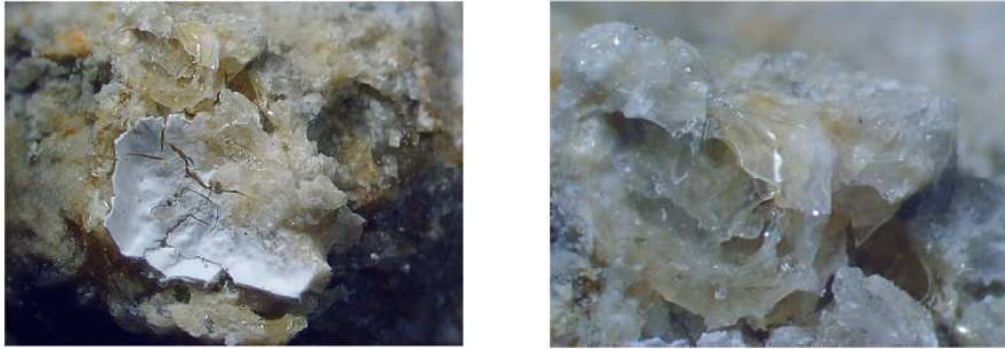


Figure 2.11 Produits de réaction à l'état solide (a) et visqueux (b) [Fernandes et al., 2007]

L'un des aspects délicats dans l'analyse chimique de RAS et de ses produits est sa similitude avec la réaction d'hydratation du ciment, notamment la production de C-S-H. Pour Hou [Hou et al., 2004], un gel silico-alcalin se forme seulement après que la portlandite a réagi avec la silice pour former de nouveaux C-S-H, et que ceux-ci ont polymérisé. Les gels spécifiques de la RAS se formeraient alors dans un environnement chimique plus pauvre en calcium et plus riche en silice que la moyenne, ce qui expliquerait que des auteurs caractérisent depuis longtemps ces gels par des rapports C/S inférieurs à ceux des C-S-H issus de l'hydratation du ciment [Knudsen & Thaulow, 1975]. Selon Lombardi, ce rapport serait d'environ 0,43 [Lombardi et al., 1996]. Compte tenu des conditions expérimentales, ces résultats sont considérés comme traduisant macroscopiquement l'effet moyen des cinétiques locales, très variables d'un microsite à l'autre (par exemple C/S varie de 0,05 à 13 selon les sites). Thomas [Thomas, 2001] trouve dans les gels issus des granulats d'un béton de 7 ans un rapport C/S moyen d'environ 0,25. Il a également été observé que la maturation du gel pouvait se caractériser par une augmentation de sa cristallinité et une augmentation du taux de CaO dans sa composition [Sachlová et al., 2010].

Bien que l'observation et l'analyse de la composition des produits de réaction en microscopie électronique à balayage soit considéré comme l'outil permettant d'identifier d'une manière formelle la présence de RAS dans le béton, la variété des produits de réaction ne permet pas d'envisager une approche quantitative de l'avancement de la réaction.

D'un point de vue macroscopique, certains travaux proposent de lier la composition des gels à leur potentiel de gonflement [Bonakdar et al., 2010] mais il n'existe quasiment pas, à notre connaissance, de données analysant l'impact des produits de réaction sur le comportement mécanique du béton. Une étude récente se porte sur cette problématique en étudiant l'impact de la présence de gel dans les fissures du béton sur son comportement non linéaire (dynamique lente) [Kodjo et al., 2011]. Il en ressort que le gel semble agir comme un amortisseur visqueux augmentant le temps de fluage du béton. Cette étude suppose qu'une analyse macroscopique non destructive peut permettre de signaler la présence de produits de réaction dans le béton, il serait alors possible l'analyser leur impact sous un nouvel angle (mécanique plutôt que chimique).

L'influence de la présence d'eau - qui peut également agir comme un amortisseur - dans les fissures n'est en revanche pas étudiée et pourrait constituer une limite à cette approche. De plus, le nombre d'échantillons testés (deux endommagés par la RAS + deux endommagés mécaniquement) est restreint.

2.2.7 Concentration en alcalins de la solution interstitielle

La composition de la solution interstitielle du béton est un élément déterminant de la RAS car elle détermine les quantités d'hydroxydes alcalins et de calcium directement disponibles pour réagir avec la silice.

Une quantification de l'ensemble de éléments en solution nécessite de compresser le béton sous haute pression afin d'en recueillir la solution interstitielle. Cette méthode d'extraction étant difficile à réaliser, le type d'analyse le plus couramment utilisé consiste à mesurer la quantité des alcalins solubles par lixiviation du béton à l'eau chaude.

Le développement de la RAS conduit à une baisse de l'alcalinité de la solution interstitielle [Rivard et al., 2007 ; Moundoungou, 2010a]. Plusieurs études observent l'existence d'un seuil d'alcalinité, allant de 200mmol/L et 600mmol/L, en deçà duquel la réaction serait stoppée [Diamond, 1983 ; Rivard, 2002 ; Moundoungou, 2010a]. Ce seuil semble être essentiellement dépendant de la réactivité du granulat [Sibbick & Page, 1992 ; Hobbs, 2000 ; Leming & Nguyen, 2000]

Une nouvelle fois, une approche quantitative reste délicate car les mesures de teneurs en alcalins pourraient être fortement biaisées par plusieurs phénomènes tels que le lessivage des alcalins ou leur sorption à la surface des granulats [Rivard, 2002].

2.2.8 Dégradation physico-chimique du granulat

Si l'analyse de la solution interstitielle peut permettre d'observer le développement de la RAS via la consommation d'une partie des réactants (hydroxydes alcalins et calcium), l'analyse du granulat permet d'observer la RAS via la dégradation de la silice réactive.

Une approche focalisée sur la dégradation de la silice réactive est développée à l'EMD depuis plusieurs années. Cette approche est basée sur un modèle de gonflement granulaire (§

2.1.2) pour lequel les pressions de gonflements générées par la RAS sont dues à l'amorphisation de la silice réactive durant l'attaque des hydroxydes alcalins (selon l'équation 2.3).

La déstructuration de la silice et le gonflement engendré sont mesurables par des variables d'avancement physico-chimiques : le taux de silanols Q_3 (variable d'avancement chimique), le volume absolu massique et le volume poreux massique (variables d'avancement physique) [Bulteel, 2000 ; Riche, 2003 ; Monnin et al., 2004 ; Garcia-Diaz et al., 2006 ; Moundoungou, 2010a]. Des relations linéaires ont été observées entre les variables chimiques et physiques d'une part (fig.2.12), puis entre le gonflement du squelette granulaire calculé à partir des variables physiques et le gonflement global de bétons et mortiers d'autre part (fig. 2.13).

Cette approche est encore peu utilisée, notamment en raison de la spécificité des protocoles expérimentaux nécessaires et de l'analyse des résultats. Les études réalisées jusqu'à présent se sont principalement focalisées sur les conséquences macroscopiques des dégradations physico-chimiques en termes de gonflement du béton. Une première démarche de couplage entre dégradation physico-chimique et propriétés mécaniques a été entreprise [Comby Peyrot, 2006 ; Comby-Peyrot et al., 2009 ; Naar, 2009] mais une corrélation directe entre ces deux types de dégradation apparaît peu évidente compte tenu notamment de l'écart entre les échelles d'observation considérées.

Aussi il apparaît important de pouvoir lier le modèle de dégradation physico-chimique proposé (gonflement structural de la silice) avec des paramètres de dégradation relatifs à l'endommagement mésoscopique du béton (comme la fissuration) afin de pouvoir mieux appréhender les liens unissant dégradation microscopique et dégradation macroscopique du béton.

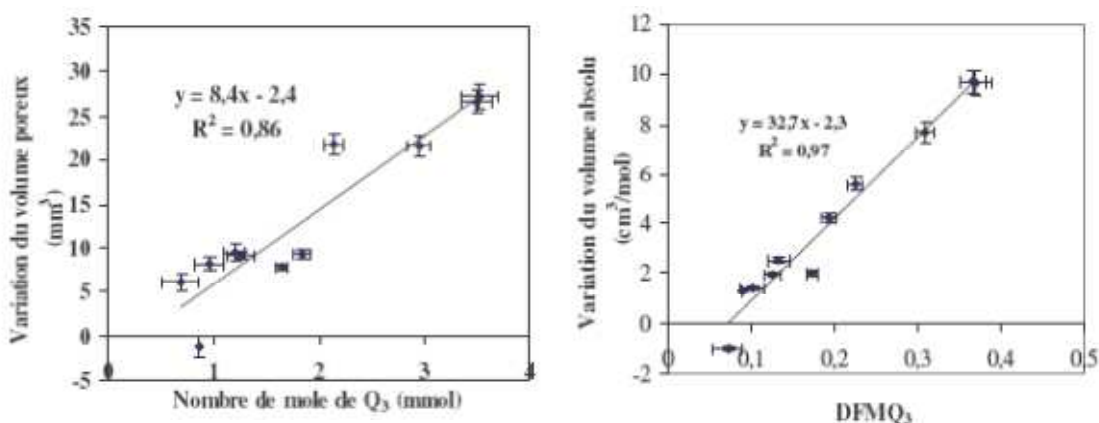


Figure 2.12 Relation entre la variation du taux de silanols dans la silice réactive et le volume absolu (a) ou le volume poreux (b) dans le cas d'un calcaire siliceux [Monnin, 2005]

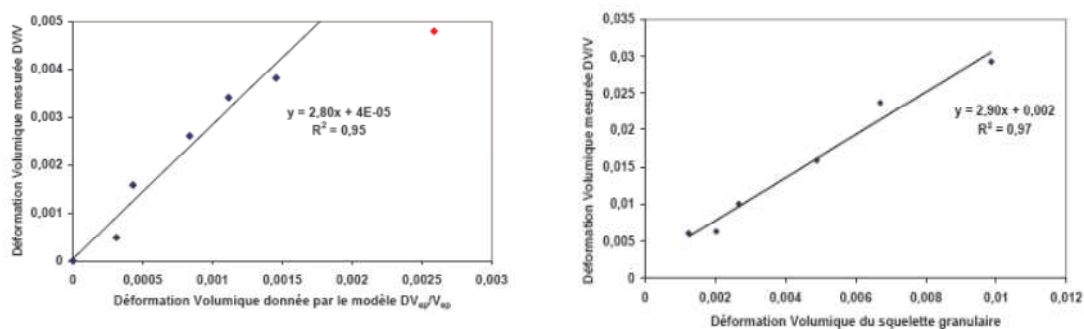


Figure 2.13 Relation entre gonflement du squelette granulaire et celui du matériau dans le cas d'un mortier (a) et d'un béton (b) [Riche, 2003]

2.2.9 Bilan : Apports et limitations des outils de caractérisation de la RAS

Le paragraphe 2.2 a permis de voir qu'il existe une variété d'outils et de paramètres permettant de caractériser les dommages causés par la RAS. Chaque paramètre apporte des informations différentes et la démarche de diagnostic nécessite une approche pluridisciplinaire et multi-échelle afin de collecter et mettre en commun les différentes informations.

D'une manière générale, le type d'information collectée est conditionné par l'échelle d'observation (fig. 2.14). L'échelle macroscopique donne les informations indispensables sur l'état global de l'ouvrage ou la capacité du béton à respecter les critères de conception, il est en revanche difficile d'identifier la contribution de la RAS aux dégradations observées ainsi que de détecter de faibles états de dégradation. Les échelles microscopique et mésoscopique permettent d'identifier la présence de RAS mais donnent des informations principalement qualitatives et très localisées.

Parmi les outils présentés, deux présentent des caractéristiques originales : l'analyse physico-chimique du granulat et l'acoustique non linéaire. En effet, ces outils relativement récents peuvent jouer un rôle de « lien multi-échelle » parmi les autres approches plus classiques. L'approche physico-chimique met en relation la déstructuration de la silice, conséquence microscopique directe de la RAS, avec le phénomène de gonflement du granulat. Elle permet ainsi d'étudier le lien entre les conséquences microscopique et mésoscopique de la RAS. L'acoustique non linéaire est d'un autre côté une approche macroscopique beaucoup plus sensible à la fissuration précoce du béton que les propriétés mécaniques ou l'acoustique linéaire, ce qui pourrait permettre de mieux observer les liens entre dommages mésoscopique et macroscopiques.

L'approche physico-chimique a été introduite dans cette partie de la revue de littérature car, bien qu'encore peu utilisée, elle a déjà été développée avec succès sur différents types de granulats et a fait l'objet de plusieurs doctorats et publications en revues scientifiques par l'EMD. L'acoustique non linéaire appliquée à la RAS est encore moins répandue, les premières publications sur le sujet datant de 2008 [Chen et al., 2008 ; Kodjo, 2008]. C'est pourquoi la troisième partie de la revue de littérature propose une introduction plus conséquente sur les différentes méthodes de l'acoustique non linéaire.

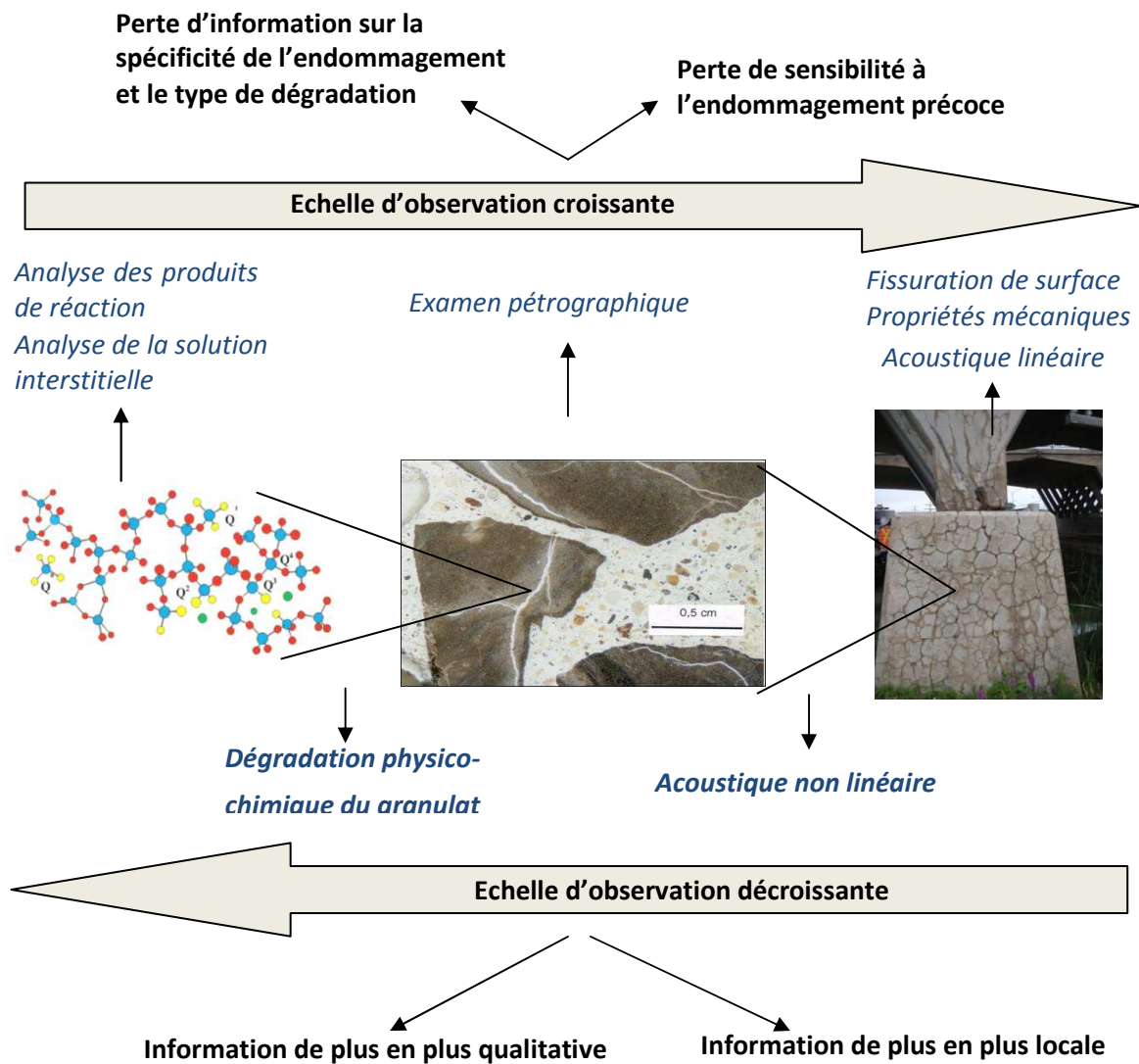


Figure 2.14 Outils d'analyse de la RAS et échelle d'observation

2.3 Caractérisation de l'endommagement du béton par l'acoustique non linéaire

Lors de l'évaluation de l'état général d'un ouvrage et de la dégradation due à la RAS en particulier, l'un des enjeux relatifs aux techniques employées touche à leur sensibilité à un endommagement faible et/ou précoce. La vitesse des ondes ultrasonores se révèle utile pour distinguer de forts gradients de propriétés mécaniques et situer les zones les plus endommagées d'un ouvrage [Rivard et al., 2010]. Le module dynamique est plus sensible à la fissuration [Gallias, 2000 ; Sargolzahi et al., 2010a] mais il est fortement influencé par les propriétés physiques du béton (densité des granulats et du ciment) et ne caractérise pas directement une dégradation. C'est pour répondre à ce type de limitations (endommagement faible ou précoce, caractérisation de la fissuration) que les méthodes non linéaires sont actuellement développées dans le domaine du béton.

Selon son état de déformation (par des sollicitations quasi-statiques ou dynamiques), le béton peut montrer trois régimes de comportement élastique : linéaire, non linéaire classique et non linéaire non classique [Tencate et al., 2004]. Ce dernier cas de figure (déformation $>10^{-7}$ - 10^{-6} selon le matériau) est le seul pour lequel une explication physique formelle n'a pas encore pu être formulée. Le paragraphe 2.3.1 présente une introduction aux trois types de comportement précités.

Plusieurs types d'expériences non destructives permettent d'observer le comportement non linéaire non classique du béton et de ressortir des paramètres empiriques particulièrement sensibles à la microfissuration. Les principales expériences et phénomènes observables sont présentés dans les paragraphes 2.3.2 (résonance en dynamique rapide), 2.3.3 (résonance en dynamique lente) et 2.3.4 (interactions d'ondes).

2.3.1 Du comportement linéaire au comportement non linéaire « non classique »

- **Élasticité linéaire**

La notion d'élasticité fait référence à un domaine de déformation réversible : le matériau retourne à son état initial lorsqu'il n'est plus sollicité. Le recourt à l'approximation linéaire pour décrire le comportement élastique du béton fait office de norme (par exemple ASTM C 469-02 pour déterminer le module statique d'élasticité). Pour de faibles déformations ($< 10^{-7}$ pour le béton), cette approximation lie contrainte et déformation par la loi de Hooke qui considère le module d'Young comme une propriété intrinsèque et constante du matériau :

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (2.11)$$

Où σ est la contrainte appliquée, ε la déformation et E le module d'Young.

- **Élasticité non linéaire et acoustique non linéaire**

Dans le cadre de **l'élasticité non linéaire**, on considère un état de déformation assez important pour modifier localement – mais toujours de manière réversible – les propriétés élastiques du matériau (sur un faible intervalle entre 10^{-7} et 10^{-6} pour le béton). **Ce type de comportement est généralement causé par des défauts ou irrégularités du matériau à l'échelle atomique** (dislocations, lacunes ou substitution d'atomes, etc.). Le comportement non linéaire classique a été modélisé avec succès dès la fin des années 50 [Landau & Lifshitz, 1959].

Le module d'Young n'est alors plus considéré comme une constante mais comme une fonction de l'état de déformation du matériau. La loi de Hooke s'écrit donc :

$$\sigma = E(\varepsilon) \cdot \varepsilon \quad (2.12)$$

$$\text{Avec} \quad E(\varepsilon) = E_0(1 - \beta\varepsilon - \delta\varepsilon^2 - \dots) \quad (2.13)$$

E_0 est la partie linéaire du module d'élasticité, β et δ sont respectivement des coefficients de non-linéarité du 2^e ordre et du 3^e ordre.

L'immense majorité des matériaux présente un comportement élastique non linéaire. Pour la plupart des applications pratiques, les coefficients de non linéarité sont considérés comme négligeables par rapport au module E_0 , ce qui justifie le recours à l'approximation linéaire. L'endommagement des matériaux peut en revanche augmenter la quantité de défauts structuraux jusqu'à rendre la non-linéarité significative. La notion d'**acoustique non linéaire** fait appel aux mêmes principes physiques que celle d'élasticité non linéaire. Dans ce cadre d'étude, les déformations significatives qui modifient localement les propriétés élastiques du matériau sont induites par la propagation d'ondes acoustiques. Réciproquement, la modification des propriétés locales du matériau a une influence sur la propagation des ondes. **Les ondes acoustiques permettent donc à la fois de perturber le milieu et d'en extraire des informations relatives à ces perturbations**, l'étude de leur propagation est un travail complexe qui fait de l'acoustique non linéaire en milieu solide une discipline à part entière.

- Comportement non linéaire « non classique »

Dans le cas du béton, la non-linéarité est si importante qu'elle ne répond plus aux lois de la non-linéarité classique définies par Landau [Landau & Lifshitz, 1959]. Ce type de comportement regroupe toute une catégorie de matériaux tels que les sables, les roches, les sols, les céramiques et les matériaux endommagés [Guyer & Johnson, 1999 ; Ostrovsky & Johnson, 2001]. **La non-linéarité « non classique » intervient lorsque les défauts du matériau ne sont plus microscopiques** (dislocations par exemple) **mais mésoscopiques** (joints de grains, zones de transition interfaciales, fissures etc.). Il n'existe pas pour le moment d'explications physiques claires aux phénomènes de non-linéarité non classique.

Beaucoup de chercheurs se focalisent néanmoins sur la modélisation de ces phénomènes. Les approches les plus communément employées utilisent l'espace « P-M » de Preisach et Mayergosz et représentent le comportement macroscopique d'un matériau non linéaire comme la réponse d'un grand nombre d'éléments élastiques hystérétiques [Ostrovsky & Johnson, 2001 ; Delsanto & Scalerandi, 2003 ; Bentahar et al., 2006 ; Vanaverbeke & Van Den Abeele, 2007 ; Barbieri et al., 2009]. Ces éléments hystérétiques (les interstices de la figure 2.15), qui représentent les contacts intergrains, les microfissures ou autres discontinuités situées entre des grains élastiques, peuvent avoir une configuration élastique (ouverte) ou rigide (fermée) suivant les contraintes appliquées.

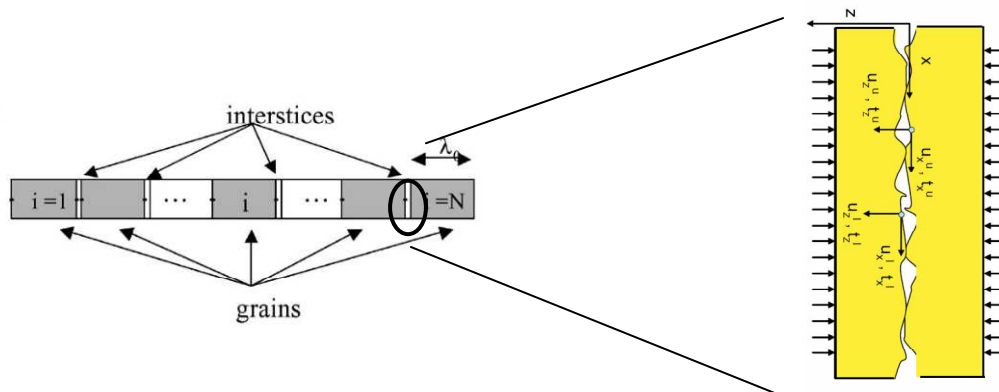


Figure 2.15 Représentations schématiques pour la modélisation des matériaux non linéaires

(a) représentation classique d'une section de béton [Bentahar et al., 2006] ; (b) prise en compte des aspérités des surfaces de contact [Kim et al., 2009]

La distribution des éléments ouverts ou fermés, dépendante du protocole de contrainte appliqué, conditionne le comportement macroscopique du matériau. Dans ce cas de figure, la loi de comportement du matériau est généralement décrite par l'équation [Van Den Abeele et al.,

2001 ; Lacouture et al., 2003 ; Lu, 2007 ; Meo et al., 2008 ; Barbieri et al., 2009 ; Kodjo et al., 2009 ; Payan et al., 2010]:

$$\sigma = E(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) \cdot \varepsilon \quad (2.14)$$

$$\text{Avec} \quad E(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = E_0 \{1 - \beta\varepsilon - \delta\varepsilon^2 - \alpha[\Delta\varepsilon + \varepsilon(t)\text{sign}(\dot{\varepsilon}) + \dots]\} \quad (2.15)$$

Le module contient, en plus des paramètres de non linéarité classique β et δ , la fonction α qui exprime la composante non linéaire hystérétique (ou non classique). $\Delta\varepsilon$ représente l'amplitude de déformation et la fonction *sign* vaut +1 si la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ est positive et -1 si elle est négative.

Bien que cette démarche permette de modéliser les phénomènes de décalage fréquentiel, génération d'harmoniques ou de modulation de fréquences (cf paragraphes suivants), elle se rapproche d'une pure application d'ingénierie et ne prend pas en compte l'origine physique des phénomènes.

Plus récemment, certains auteurs ont cherché à rapprocher les modèles existants de cette réalité physique. Pour Aleshin et al., les principales manifestations de non-linéarité peuvent être expliquées en termes de mécanique et statique des contacts internes [Aleshin & Van Den Abeele, 2007]. L'influence considérable des conditions de contact [Warnemuende & Wu, 2004 ; Kim et al., 2009] et notamment des fluides [Van Den Abeele et al., 2000b] au niveau des aspérités sur la propagation des ondes acoustiques est unanimement admise, mais reste complexe à modéliser. Le croisement des modèles physiques et phénoménologiques n'est encore qu'à ses débuts, mais devrait considérablement accélérer la compréhension de la non-linéarité non classique. Les approches expérimentales faisant varier les conditions de contact des fissures doivent également permettre d'approfondir la compréhension de ces phénomènes complexes.

2.3.2 Résonance non linéaire en dynamique rapide

Ce type d'expérience consiste à analyser la réponse d'un matériau lorsqu'il est porté en résonance par une excitation sinusoïdale d'amplitude variable [Van Den Abeele et al., 2000a]. Pour un matériau au comportement non linéaire, trois principaux phénomènes apparaissent avec l'augmentation de l'amplitude d'excitation : **la fréquence de résonance naturelle se décale vers des valeurs plus basses, des harmoniques sont générées** (avec une amplitude croissante) et **l'atténuation augmente**. Un exemple de dispositif expérimental utilisé pour ce type d'essais est détaillé dans le paragraphe 3.3.2 (chapitre 3 – programme expérimental).

La théorie de l'élasticité non linéaire permet de prédire qualitativement et quantitativement ces phénomènes. Par définition, les matériaux au comportement non linéaire non classique ne suivent pas les lois attendues (tableau. 2.2).

| | Décalage de fréquence | Génération d'harmoniques |
|---|--|--|
| Comportement non linéaire "classique" | $\frac{\Delta f}{f_0} \propto \varepsilon^2$ | $A_2 \propto A_1^2$ $A_3 \propto A_1^3$ |
| Comportement non linéaire "non classique" | $\frac{\Delta f}{f_0} \propto \varepsilon$ | $A_3 \propto A_1^2$ $A_5 \propto A_1^2$ |

$\Delta f = f - f_0$ est le décalage entre une fréquence f et la fréquence de résonance naturelle linéaire f_0
 A_i est l'amplitude de l'harmonique i , $i=1$ correspond au mode 1 (fréquence de résonance fondamentale)

Tableau 2.2 Différence entre les phénomènes classiques et non classiques observables en résonance non linéaire (dynamique rapide)

- **Décalage fréquentiel**

Il est courant de noter α_f le paramètre non linéaire hystérétique tel que [Johnson et al., 2004] :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \alpha_f \cdot \Delta \varepsilon \quad (2.16)$$

$\Delta \varepsilon$ est l'amplitude de déformation moyenne à la fréquence f

Le paramètre α_f caractérise le décalage (*shift*) fréquentiel, soit la baisse du module d'élasticité dynamique du matériau lorsqu'il est soumis à des sollicitations de plus en plus importantes. La modification du module d'élasticité dynamique pourrait être causée par les cycles d'ouvertures et de fermetures des fissures [Ostrovsky & Johnson, 2001]. Plus le matériau est endommagé/fissuré, plus le décalage fréquentiel est important. La figure 2.16 montre le calcul et l'évolution du paramètre α_f dans le cas de bétons de laboratoire atteints par la RAS

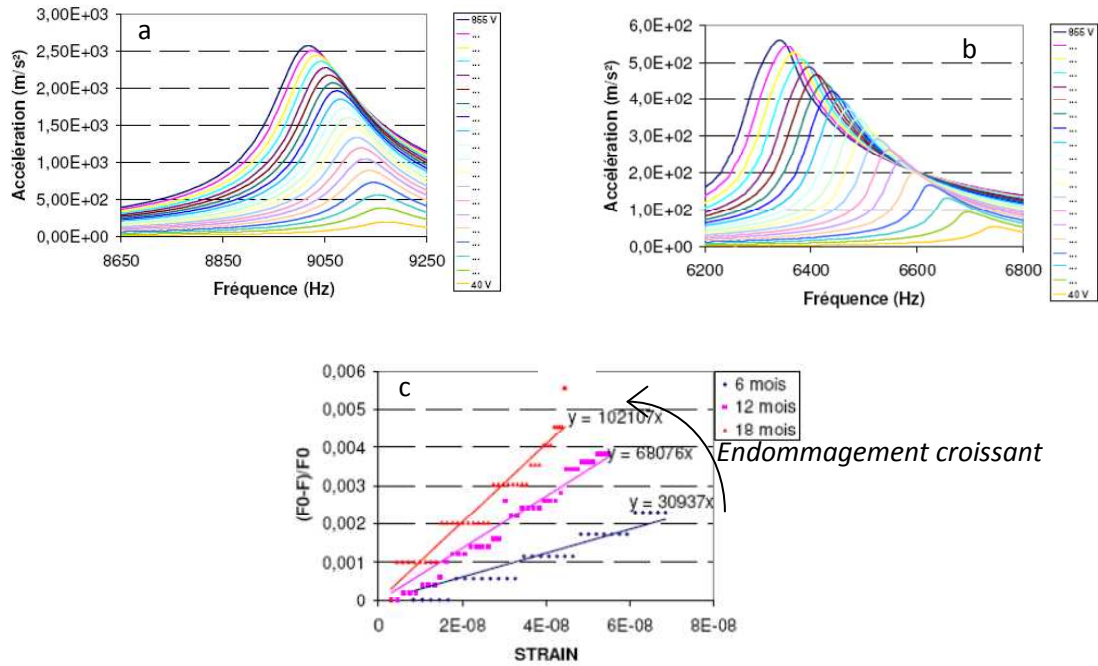


Figure 2.16 Caractérisation du décalage fréquentiel sur des bétons atteints de la RAS [Kodjo, 2008]
 (a) résonance d'un béton peu endommagé pour des amplitudes d'excitation croissantes ;
 (b) résonance d'un échantillon très endommagé ; (c) paramètre non linéaire α pour des bétons endommagés par la RAS

• Génération d'harmoniques

La propagation d'une onde acoustique de forte amplitude dans un matériau non linéaire est accompagnée d'une augmentation locale de la densité et du module d'élasticité durant la compression et d'une diminution locale de ces facteurs durant la dilatation. Dans ces conditions, les différentes parties du solide ne vibrent pas de la même façon, l'onde se distord et de nouvelles composantes spectrales apparaissent : c'est la génération d'harmoniques.

La théorie non linéaire classique [Landau & Lifshitz, 1959] prévoit une relation entre l'amplitude des harmoniques générées et celle de la fondamentale (harmonique 1) tel que :

$$A_i \propto A_1^i$$

Où i est le numéro de l'harmonique considérée

En particulier, il est possible de caractériser expérimentalement les paramètres non-linéaires de 2^e ordre β et de 3^e ordre δ tels que [Hikata et al., 1965 ; Ostrovsky & Johnson, 2001] :

$$\beta = \frac{8 c_0^2 A_2}{x \omega^2 A_1^2} \quad \text{soit} \quad \beta \propto \frac{A_2}{A_1^2} \quad (2.17)$$

$$\delta = \frac{24 c_0^3 A_3}{x \omega^3 A_1^3} \quad \text{soit} \quad \delta \propto \frac{A_3}{A_1^3} \quad (2.18)$$

où c_0 est le vitesse des ondes longitudinales dans le matériau, ω la fréquence de résonance fondamentale (harmonique 1) de l'échantillon, A_i l'amplitude de l'harmonique i et x la longueur de l'échantillon.

Dans le cas de la non linéarité non classique, la relation entre les amplitudes des harmoniques s'écrit [Van Den Abeele & Windels, 2007]:

$$A_{2i-1} \propto A_1^2$$

Où A_i est l'amplitude de l'harmonique i

Il n'existe pas encore dans la littérature de consensus pour annoter les paramètres relatifs à la génération d'harmonique suivant la théorie non classique. Aussi, dans le cadre de cette thèse, les paramètres α_{h3} et α_{h5} seront définis tels que :

$$\alpha_{h3} = \frac{\Delta A_3}{\Delta A_1^2} \quad (2.19)$$

$$\alpha_{h5} = \frac{\Delta A_5}{\Delta A_1^2} \quad (2.20)$$

La notation « α » fait référence au caractère non classique des paramètres, les indices « h3 » et « h5 » réfèrent aux 3^e et 5^e harmoniques dont l'amplitude permet de calculer les paramètres. ΔA_i correspond à la variation de l'amplitude de l'harmonique A_i lorsque l'amplitude de sollicitation varie.

A notre connaissance, une seule étude expérimentale fait référence à l'utilisation du paramètre α_{h3} (noté α dans l'article), dans le but de suivre l'hydratation du béton [Lacouture et al., 2003] et aucune donnée n'est disponible sur l'utilisation expérimentale du paramètre α_{h5} .

Contrairement à l'utilisation du paramètre α_f , l'utilisation de ceux liés à la génération d'harmoniques diffère régulièrement suivant les études. De plus la majorité des études expérimentales utilisant ce type de paramètre pour analyser la dégradation du béton se base sur la théorie d'élasticité non-linéaire classique (utilisation de β et/ou δ) [Stauffer et al., 2005 ; Kodjo, 2008 ; Shah & Ribakov, 2009 ; Sargolzahi et al., 2010a]

- **Atténuation non linéaire**

Des études portant sur des roches et du béton relatent l'utilisation du paramètre α_Q relatif à l'atténuation non linéaire tel que [Johnson et al., 2004 ; Johnson & Sutin, 2005 ; Bentahar et al., 2006] :

$$\frac{1}{Q} - \frac{1}{Q_0} = \alpha_Q \cdot \Delta\varepsilon \quad (2.21)$$

Où Q est le facteur de qualité du signal, pouvant être approximé à partir de la courbe de résonance par la relation :

$$Q = \frac{f_r}{\Delta f} \quad (2.22)$$

f_r étant la fréquence de résonance naturelle et Δf la largeur de bande à 3dB de la courbe de résonance (fig.2.17).

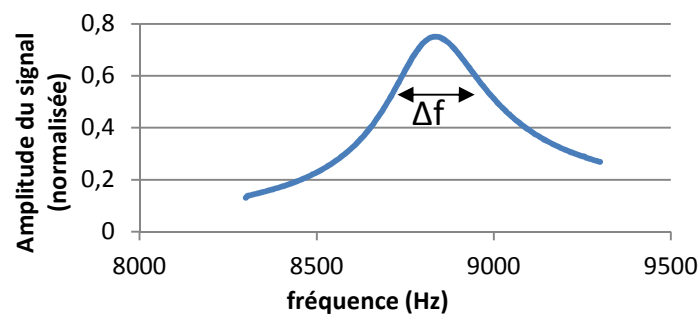


Figure 2.17 Exemple de calcul du facteur de qualité Q

Peu de données sont disponibles sur la sensibilité de α_Q à l'endommagement du béton. Bentahar a pu observer sur des bétons endommagés mécaniquement (compression jusqu'à la limite d'élasticité) que α_Q augmentait d'un facteur 3,5 quand α_f avait augmenté d'un facteur 400 [Bentahar et al., 2006]. Le modèle phénoménologique de McCall prédit un rapport α_f/α_Q d'approximativement 1 [Mccall, 1994] tandis que Jonshon a observé expérimentalement, en testant 7 matériaux différents, que ce rapport était compris entre 0,28 et 1,10 [Johnson & Sutin, 2005]. Aussi il est difficile, compte tenu des informations disponibles, de conclure sur la sensibilité ou la pertinence du paramètre α_Q pour caractériser la dégradation du béton.

- **Applications à l'étude de la dégradation du béton**

Plusieurs études ont déjà démontré que les paramètres non linéaires relatifs au décalage fréquentiel ou à la génération d'harmoniques sont plus sensibles que des paramètres linéaires pour détecter de la microfissuration dans le béton (tableau 2.3)

| type d'endommagement | Paramètre(s) linéaire(s) comparé(s) | Paramètre(s) non linéaire(s) utilisé(s) | Référence |
|----------------------------------|---|---|--------------------------------------|
| Mécanique | Résonance et atténuation linéaires | α_f | [Van Den Abeele & De Visscher, 2000] |
| Mécanique | Vitesse des ondes ultrasonores (ASTM C597), fréquence de résonance (ASTM C 215) | $A_2/A_1^2, A_3/A_1^3$ | [Stauffer et al., 2005] |
| Mécanique | Vitesse des ondes ultrasonores, fréquence de résonance | $\alpha_f, A_2/A_1, A_3/A_1$ | [Zhou et al., 2009] |
| Thermique | Vitesse des ondes ultrasonores | α_f | [Payan et al., 2007] |
| Réaction alcali-silice (béton) | Vitesse des ondes ultrasonores, fréquence de résonance | $\alpha_f, A_2/A_1^2$ | [Sargolzahi et al., 2010b] |
| Réaction alcali-silice (mortier) | Module statique, fréquence de résonance | α_f | [Chen et al., 2010] |

Tableau 2.3 Mise en évidence de la sensibilité de la résonance non linéaire par rapport aux méthodes linéaires pour la détection de l'endommagement du béton.

Si tous les auteurs mettent en avant le potentiel énorme des techniques non linéaires pour détecter l'endommagement du béton, il est plus rare de pointer certaines limites pourtant manifestes. Stauffer présente dans son étude (voir tab. 2.3) les coefficients de variation calculés pour chaque type de mesure [Stauffer et al., 2005]. On peut y constater que :

- Pour un endommagement relativement faible (compression à 20% de R_c), les coefficients de variation sont beaucoup plus élevés pour les paramètres non linéaires (de 7% à 51%) que pour les paramètres linéaires normalisés (maximum 1%),
- plus les bétons sont endommagés, plus les coefficients de variation des paramètres non linéaires sont importants (augmentation d'un facteur 4 à 8 entre un béton peu endommagé et un béton très endommagé) ; tandis que les coefficients relatifs aux paramètres linéaires restent très faibles

Par ailleurs, Van Den Abeele et al. précise qu'à partir d'un certain degré d'endommagement, l'augmentation de la non linéarité atteint un «point de saturation» lorsque les microfissures finissent par former des fissures visibles en surface [Van Den Abeele & De Visscher, 2000]. A partir de ce point (« fusion » des microfissures pour former des macro fissures), il semble que les propriétés linéaires soient plus sensibles à l'endommagement que les propriétés non linéaires. Cette observation suppose que la vitesse des ondes ultrasonores et le module d'élasticité dynamique seraient des paramètres plus appropriés que les paramètres non-linéaires pour caractériser des dégradations sévères du béton. La limite caractérisant une « dégradation

sévère », qui pourrait correspondre à une largeur moyenne de fissures, reste cependant à déterminer.

Finalement, il est possible de constater que le phénomène de décalage fréquentiel, mesuré par le paramètre α_f , focalise la majorité des études de résonance en dynamique rapide sur le béton. Le phénomène de génération d'harmoniques est en revanche beaucoup moins exploité et fait l'objet d'un certain flou quant à sa caractérisation expérimentale : plusieurs paramètres expérimentaux sont employés dans la littérature, en se référant principalement à la théorie non linéaire classique, et il n'existe pas de données comparatives sur la pertinence de ces différents paramètres.

2.3.3 Résonance non linéaire en dynamique lente

Il a été vu que les expériences de dynamique rapide s'intéressent à la variation des propriétés élastiques du matériau face à des sollicitations d'amplitudes variables, le temps mis par le matériau pour changer d'état est alors considéré comme négligeable. **Dans le cas de la dynamique lente, l'intérêt est porté sur la variation des propriétés du matériau au cours du temps pour une sollicitation d'amplitude constante** [Tencate & Shankland, 1996].

Deux phases peuvent être étudiées : **le conditionnement**, au cours duquel les propriétés élastiques du matériau diminuent sous l'effet d'une excitation sinusoïdale de forte amplitude et la **relaxation**, durant laquelle le matériau recouvre intégralement ses propriétés suite à la phase de conditionnement.

Comme dans le cas de la dynamique rapide, l'application d'un balayage fréquentiel autour de la résonance naturelle d'un échantillon donné, permet de suivre l'évolution de cette fréquence en fonction du temps. Que ce soit en conditionnement ou en relaxation, la fréquence de résonance suit une évolution logarithmique en fonction du temps dans le cas des roches ou du béton [Tencate & Shankland, 1996 ; Delsanto & Scalerandi, 2003 ; Johnson & Sutin, 2005 ; Bentahar et al., 2006].

En comparant la relaxation d'un béton sain et d'un béton dégradé, Bentahar a montré que l'endommagement du matériau provoque une plus grande amplitude de recouvrement de fréquence (0,7% contre 0,02%) et une plus grande durée nécessaire au recouvrement des propriétés initiales (8000s contre 5000s), comme montré sur la figure 2.18 [Bentahar et al., 2006].

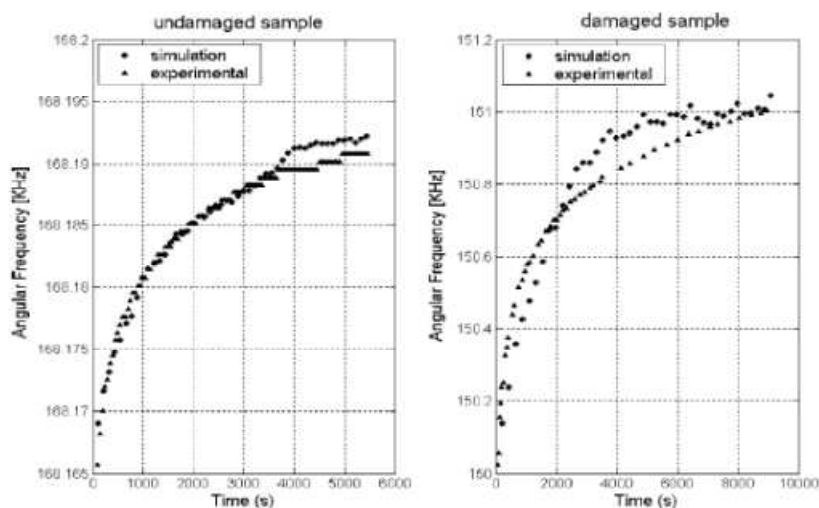


Figure 2.18 Comparaison de la relaxation d'un béton sain et d'un béton endommagé après un même conditionnement [Bentahar et al., 2006]

Le comportement différé du béton peut être décrit par des modèles développés pour les polymères tels que le modèle de Maxwell généralisé ou le modèle de Burger. Il a également été décrit dans certains modèles phénoménologiques [Ostrovsky & Johnson, 2001].

D'un point de vue pratique, des paramètres caractéristiques des expériences en dynamique lente peuvent être extraits en utilisant une approche mathématique. Certains auteurs utilisent en effet la fonction exponentielle étirée, également appelée fonction de Kohlrausch-Williams-Watts (KWW), afin de pouvoir superposer une courbe analytique sur des résultats expérimentaux [Fancey, 2005a ; Husain & Anderssen, 2005 ; Kodjo et al., 2011].

En appliquant ce type de modèle à un essai de conditionnement par exemple, il est possible d'utiliser l'équation :

$$\Delta E = E_1 + E_2 \cdot e^{-\left(\frac{t-t_0}{\tau}\right)^\gamma} \quad (2.23)$$

ΔE est la variation de module d'élastique au cours du conditionnement, E_1 et E_2 dépendent des valeurs initiales et finales du module, τ représente une caractéristique du temps de conditionnement et γ est un facteur utilisé pour ajuster la superposition des données expérimentales et de la fonction ainsi définie. La figure 2.19 illustre l'utilisation d'une fonction de ce type afin de modéliser une expérience de dynamique lente.

L'étude de Kodjo et al. étudie, en utilisant cette méthode, la possible différenciation entre un béton contenant des fissures vides et un béton dont les fissures contiennent du gel de silice [Kodjo et al., 2011]. La présence de gel de silice semble avoir pour effet d'augmenter le paramètre τ caractéristique de la vitesse de fluage. Cette approche, déjà évoquée dans le paragraphe 2.2.6,

présente un potentiel intéressant dans l'optique d'une détection non destructive de la RAS dans le béton. Elle doit néanmoins être encore approfondie, notamment en étudiant l'influence de la présence d'eau dans les fissures.

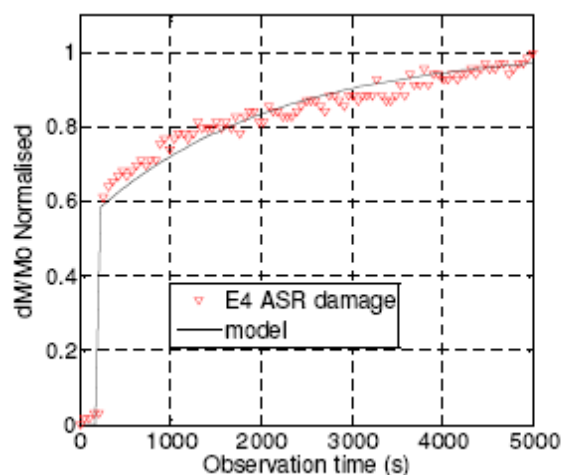


Figure 2.19 Expérience de conditionnement d'un béton dégradé par la RAS et superposition avec un modèle employant la fonction exponentielle étirée [Kodjo et al., 2011]

2.3.4 Phénomènes d'interactions d'ondes

La principale manifestation des interactions d'ondes analysée dans le béton est la modulation de fréquence. Le principe des essais en modulation de fréquence est d'étudier la réponse fréquentielle d'un échantillon excité par deux signaux de fréquences distinctes [Van Den Abeele et al., 2000b ; Donskoy et al., 2001]. En général, une fréquence f_1 relativement basse, dite « pompe », induit le mouvement non linéaire alors que dans le même temps une fréquence ultrasonore f_0 , dite « sonde », est envoyée à travers le matériau. Dans un matériau au comportement non linéaire, on détecte à l'arrivée les interactions de fréquences $f_1 \pm f_0$ alors que dans un cas linéaire le spectre mesuré devrait être le même que celui envoyé (figure 2.20).

Les distorsions des ondes proviennent, comme dans le cas de la génération d'harmoniques, des changements locaux des propriétés du matériau (module et densité) provoqués ici par l'onde de pompe. Dans les matériaux à faible atténuation (les métaux par exemple), des pics de modulation sont très visibles autour de la haute fréquence d'excitation f_0 (fig. 2.20) et on peut quantifier la non-linéarité en mesurant l'amplitude de certains pics.

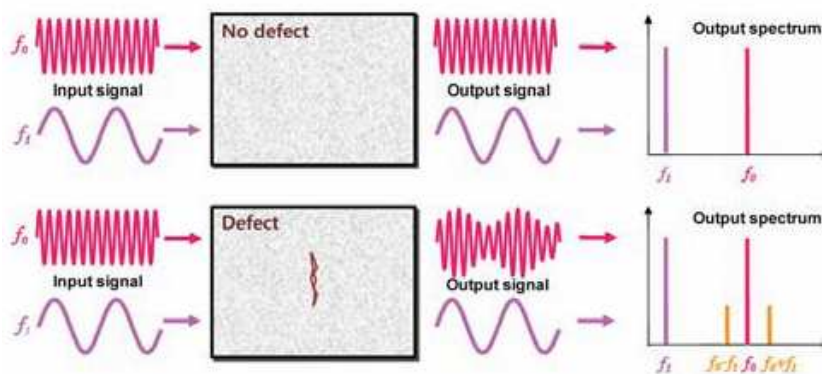
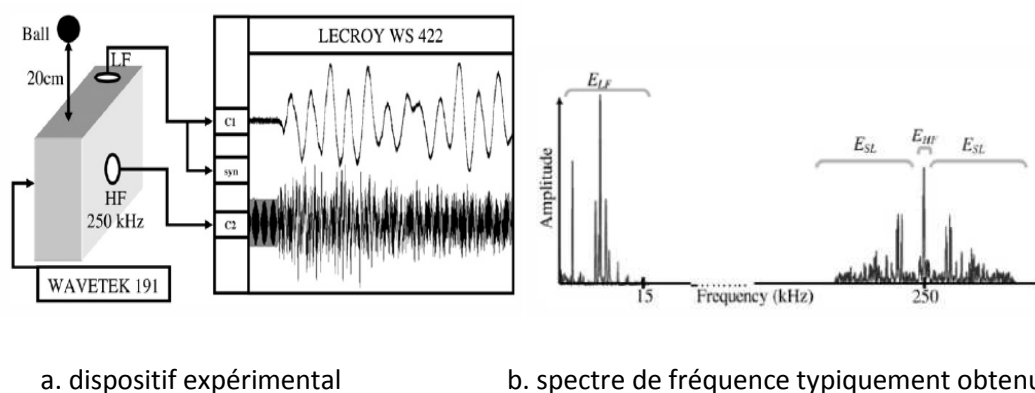


Figure 2.20 Illustration du phénomène de modulation de fréquences sur un matériau à faible atténuation [Jhang, 2009]

Dans le cas des matériaux cimentaires, qui présentent une forte atténuation, il est quasiment impossible de distinguer les pics de modulation de la fréquence d'excitation f_0 [Warnemuende & Wu, 2004]. Afin de ressortir malgré tout un paramètre de non linéarité de ces expériences, les études faites sur béton ou mortiers procèdent généralement en **intégrant des parties du spectre fréquentiel du signal** [Warnemuende & Wu, 2004 ; Chen et al., 2008 ; Chen et al., 2009 ; Payan et al., 2010]. Des paramètres de non linéarité - différents suivant les études - sont alors déterminés par des rapports entre « l'énergie » des bandes latérales (sidebands) - qui représentent les modulations de fréquence - et celle des pics correspondant aux fréquences d'excitation. Il est à noter que les analyses ne traitent généralement pas d'énergie réelle car l'amplitude du signal est intégrée sur la fréquence plutôt que sur la densité d'énergie spectrale. L'onde de sonde (monochromatique à haute fréquence) a été transmise à l'échantillon par un transducteur alors que l'onde basse fréquence a été générée par l'impact d'une bille d'acier lâchée depuis une hauteur constante.



a. dispositif expérimental

b. spectre de fréquence typiquement obtenu

Figure 2.21 Expérience en modulation de fréquence d'après [Payan et al., 2010]

A partir du spectre de fréquence obtenu avec une manipulation similaire, Warnemuende et al. ont défini un paramètre de non-linéarité à partir du **rapport de l'énergie des bandes latérales** (E_{SL} sur la figure 2.21b) **sur l'énergie de l'onde de sonde** (haute fréquence, E_{HF} sur la figure 2.21b) [Warnemuende & Wu, 2004] comme le recommandait Van den Abeele en décrivant ce nouveau type de technique [Van Den Abeele et al., 2000b]. Par la suite, la plupart des auteurs ont choisi de caractériser la non-linéarité par le rapport E_{SL}/E_{LF} (E_{LF} correspond à l'énergie de l'impact) [Chen et al., 2008 ; Chen et al., 2009 ; Payan et al., 2010]. En effet, l'énergie E_{HF} fournie par l'excitation à haute fréquence est généralement maintenue constante alors qu'on peut faire varier celle de l'impact E_{LF} . Il est alors plus juste de définir la non-linéarité E_{SL} en fonction de l'onde de forte amplitude qui l'a provoqué (E_{LF}).

En employant le même principe de manipulation (application d'une onde de basse fréquence alors qu'une onde de plus haute fréquence parcourt le matériau), Kodjo et al. propose d'analyser, plutôt que le spectre de fréquence résultant, les variations du temps de trajet et de l'amplitude de l'onde de sonde [Kodjo, 2008 ; Kodjo et al., 2009]. La principale différence avec les autres méthodes citées est qu'au lieu d'utiliser une onde de sonde continue, une série d'impulsions ultrasonores est transmise dans l'échantillon. Il est alors possible d'analyser les variations du temps de propagation de ces ondes ultrasonores lorsque qu'un impact mécanique est appliqué, en utilisant le paramètre :

$$\alpha_{\phi} = \frac{\Delta\phi}{\Delta A} \quad (2.24)$$

Où $\Delta\phi$ est la variation de phase due à l'impact et ΔA la variation d'amplitude du signal correspondant.

Cette méthode, qui propose un calcul simplifié d'un paramètre non linéaire α , a montré une bonne sensibilité à la RAS par rapport aux méthodes linéaires classiques [Kodjo et al., 2009]. Par ailleurs, le fait de prendre en considération la variation d'amplitude de l'onde de sonde permet de tenir compte de la force de l'impact mécanique généré. Comme toutes les méthodes non linéaires actuellement développées, elle nécessite néanmoins des développements afin de rendre les mesures plus reproductibles et de mieux comprendre certains phénomènes qui influencent les résultats (température, teneur en eau du béton, état de contrainte pour les mesures *in situ*, etc.).

Les essais d'interactions d'ondes présentent deux avantages importants par rapport à ceux en résonance non linéaire :

- ils sont plus rapides à réaliser car il n'est pas nécessaire d'effectuer des balayages en fréquence,

- ils présentent un réel potentiel d'adaptation *in situ* (l'onde de pompe peut être provoquée par un impact mécanique en surface) alors que la résonance à hautes fréquences ne peut s'appliquer que sur des carottes extraites d'ouvrages.

En revanche, ils requièrent une plus grande expertise en traitement du signal et l'analyse des résultats est plus complexe, surtout dans le cas des matériaux à forte atténuation comme le béton. Il en découle que chaque laboratoire développe des techniques de mesure, de calcul et même de choix du paramètre α qui lui sont propres. Il est donc encore très délicat de considérer ces méthodes comme quantitativement fiables face à des tests normalisés.

2.3.5 Bilan : potentiel et limites des méthodes non linéaires vis-à-vis de l'auscultation d'ouvrage

L'ensemble des travaux traitant de l'étude non linéaire du comportement du béton converge sur un point : la caractérisation de l'endommagement du béton par des méthodes non linéaires montre des variations importantes des paramètres non linéaires par rapport aux paramètres linéaires, pour un faible état d'endommagement. La limite d'endommagement à partir de laquelle l'approximation linéaire est plus efficace semble conditionnée par la taille des fissures [Van Den Abeele & De Visscher, 2000 ; Warnemuende & Wu, 2004] mais il n'existe pas de critère pour la définir.

Le manque de connaissances sur l'origine physique des phénomènes non linéaires hystérétiques n'empêche pas la mise en place de paramètres expérimentaux pertinents, elle pose en revanche certaines limites à leur utilisation :

- L'étude de la teneur en eau du béton mène à des résultats expérimentaux contradictoires. Par exemple, Zhou et al. constatent que le décalage fréquentiel augmente presque linéairement avec la teneur en eau [Zhou et al., 2008] alors que Payan et al. montre que la non-linéarité (estimée à partir de la modulation de fréquences) est presque doublée entre un béton saturé et un béton sec. Auparavant, Johnson et al. avaient montré que l'influence du taux de saturation sur la non linéarité des roches (décalage fréquentiel) pouvait être opposé suivant le type de roche étudiée [Johnson et al., 2004]. Ces observations laissent supposer que la teneur en eau a une influence significative sur la non-linéarité du béton, mais que cette influence peut être spécifique à chaque béton, notamment au type de porosité et de fissuration. En conséquence, les études expérimentales sur l'influence des paramètres environnementaux ne sont pas encore généralisables.

- Si l'utilisation du paramètre α_f , caractérisant le décalage fréquentiel, fait l'objet d'un consensus, il existe en revanche **un manque de consensus dans la littérature quant à la caractérisation expérimentale des autres phénomènes non linéaires**, notamment la génération d'harmoniques et la modulation de fréquences. Les bancs d'essais, protocoles expérimentaux et calcul des paramètres sont très variés, ce qui limite les comparaisons quantitatives inter laboratoires. Cela montre également que ces techniques sont encore à un stade exploratoire.
- Peu d'études font référence aux incertitudes ou à la dispersion des mesures. Les coefficients de variation présentés par Stauffer et *al.* sont très élevés pour les paramètres non-linéaires (7% à 51%) par rapport aux paramètres linéaires (1% maximum), même pour de faibles états de dégradation (compression à 20% de R_c) [Stauffer et *al.*, 2005]. Ces coefficients doivent être pris en compte afin de juger de la réelle pertinence des paramètres non-linéaires pour caractériser un état de dégradation du béton.

Enfin, il est important de rappeler que l'analyse du comportement élastique non linéaire du béton nécessite des sollicitations suffisamment importantes pour perturber le milieu. Compte tenu du caractère très atténuant du béton et du fait que les ouvrages sont des structures généralement sous contraintes statiques, l'approche non linéaire semble présenter des limites pour l'étude d'ouvrages de masse contenant des zones particulièrement épaisses. Elle présente en revanche un potentiel important pour l'auscultation de structures plus petites (les ponts par exemple) et une exploitation optimale des carottes de forage.

2.4 Conclusion

La revue de littérature a permis de préciser la problématique scientifique principale, présentée dans l'introduction, autour de laquelle s'articulent les travaux de recherche présentés dans cette thèse : la caractérisation expérimentale des dommages multi-échelles causés par la RAS dans le béton.

Une première partie a notamment détaillé la quantité et l'interdépendance des paramètres influençant le développement de la RAS, soulignant ainsi qu'une démarche de pronostic du développement de la RAS apparaît encore aujourd'hui comme extrêmement complexe. Cette complexité met en avant l'importance de disposer d'outils permettant d'observer et de caractériser le développement de la RAS pour un cas d'étude donné. Les principaux outils et paramètres de caractérisation des dommages causés par la RAS sur le béton ont alors été exposés. Bien qu'il existe une assez grande variété de méthodes pour caractériser l'avancement de la réaction, les limitations posées notamment par les échelles d'observations

(observations microscopiques très locales et difficiles à quantifier, observations macroscopiques peu sensibles à l'endommagement précoce du béton) rendent difficile une caractérisation précise. L'interprétation des liens multi-échelles qui unissent les différentes dégradations observables s'en retrouve également limitée.

Dans ce contexte, les méthodes physico-chimiques développées à l'EMD et les méthodes acoustiques non linéaires étudiées au GRAI présentent un potentiel notable pour contourner les limitations évoquées (possibilité de quantifier l'avancement physico-chimique de la réaction, sensibilité des méthodes non linéaires à la microfissuration du béton). Ce potentiel doit toutefois être exploré en approfondissant la connaissance de ces méthodes - dont certains manques ont été pointés – ainsi qu'en les comparant aux outils de caractérisation plus classiques dans un cas d'étude expérimentale. La méthodologie mise en œuvre afin de traiter cette approche expérimentale est traitée dans la prochaine partie de cette thèse

CHAPITRE 3

PROGRAMME EXPERIMENTAL ET MÉTHODES D'ANALYSE

Le but de ce chapitre est de présenter l'approche expérimentale globale adoptée, les différentes campagnes expérimentales effectuées ainsi que les techniques d'analyses employées. Les bases théoriques des différentes techniques d'analyses figurent dans le chapitre 2 (Revue de littérature), des précisions sur les matériaux étudiés et les protocoles de dégradation employés sont données dans le chapitre 4 (Matériaux).

3.1 Approche expérimentale

La méthodologie employée afin d'évaluer les nouveaux indicateurs des dégradations causées par la RAS se divise en deux phases principales (3^e et 4^e parties de la thèse – voir table des matières). La première phase (chapitres 5 et 6) est portée sur le développement des méthodes physico-chimique et non linéaire. La seconde phase (chapitres 7 et 8) concilie l'exploitation des connaissances apportées dans la première partie (utilisation des indicateurs de dégradation physico-chimique et de non linéarité) avec l'utilisation des indicateurs classiques (gonflement, pétrographie, propriétés mécaniques, acoustique linéaire) afin de suivre la dégradation de bétons touchés par la RAS.

- **Développement des méthodes physico-chimique et non linéaire (chapitres 5 et 6)**

La méthode physico-chimique a déjà été développée et employée avec succès sur du silex [Bulteel, 2000] et des calcaires siliceux [Monnin, 2005 ; Moundoungou, 2010b]. L'approche est basée sur le suivi de la silice réactive au sein du granulat. Les développements apportés dans le cadre de la thèse (chapitre 5) portent sur l'adaptabilité de la méthode aux nouveaux granulats étudiés (calcaire Spratt et grès de Potsdam). Les points clés de cette adaptation sont la capacité à extraire chimiquement la silice réactive du granulat et à mesurer ses propriétés physico-chimiques, ainsi que la possibilité d'observer des évolutions significatives des variables d'avancement de la réaction au fil de la dégradation. Ces deux points ont été traités dans un premier temps au travers d'une étude sur le granulat seul. Une telle étude permet de simplifier l'extraction chimique des parties siliceuses du granulat (absence de matrice cimentaire parmi les produits à dissoudre) et de réaliser des essais accélérés sur le potentiel de dégradation chimique du granulat (essais en milieu réactionnel modèle). Le transfert de la méthode sur le matériau béton est conditionné par les résultats de l'étude sur granulat : si la méthode n'est pas applicable au granulat seul, elle ne le sera pas sur du béton.

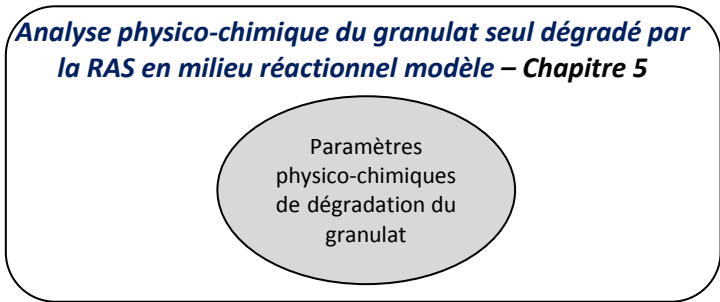
Les développements apportés au niveau de l'acoustique non linéaire (chapitre 6) portent sur une meilleure connaissance des techniques expérimentales et des indicateurs de non linéarité qui en sont extraits (sensibilité des différents indicateurs à la fissuration, influence du remplissage des fissures en eau ou en gel, incertitudes expérimentales). Les paramètres non destructifs « classiques » (vitesse des ondes ultrasonores et module d'élasticité dynamique) ont été utilisés comme références. Des échantillons de béton ont été fabriqués puis dégradés suivant différents processus : cycles de gel/dégel et endommagement thermique. Ils ont été testés pour différentes teneur en eau, à l'état sain comme à l'état dégradé. Trois techniques non linéaires ont été utilisées afin de caractériser la dégradation des bétons : la résonance en dynamique rapide, la résonance en dynamique lente et l'interaction d'ondes. Une analyse comparative de ces techniques est alors proposée. Ces essais ont également permis de créer une base de données pouvant être par la suite comparée à l'étude de bétons dégradés par la RAS afin de conclure sur la possibilité d'attribuer une signature à la RAS par des méthodes non destructives.

- **Suivi de bétons dégradés par la RAS (chapitres 7 et 8)**

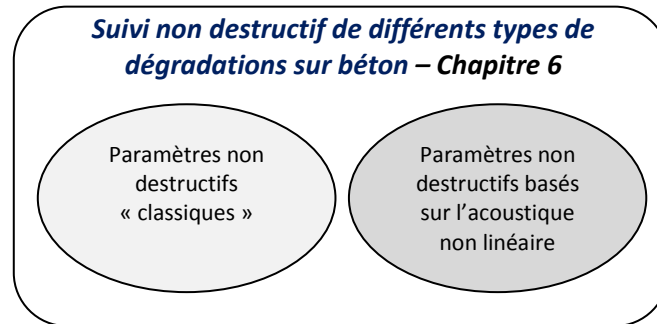
Dans la deuxième partie des travaux expérimentaux, des bétons réactifs ont été fabriqués et placés dans des conditions propices au développement de la RAS (38°C, 100% H.R.), puis caractérisés durant leur dégradation (chapitre 7). Deux mélanges ont été étudiés en utilisant respectivement du calcaire Spratt et du grès de Potsdam en tant que gravillons réactifs, tandis qu'un même sable non réactif a été utilisé dans les deux cas. Un suivi similaire a finalement été effectué sur des carottes d'ouvrage (chapitre 8) au cours d'un essai d'expansion résiduelle (immergées dans NaOH à 1M, 60°C). Le granulats contenu dans les carottes est de composition proche de celle du calcaire Spratt.

La figure 3.1 présente une synthèse de l'approche expérimentale mise en place.

Développement des outils de caractérisation

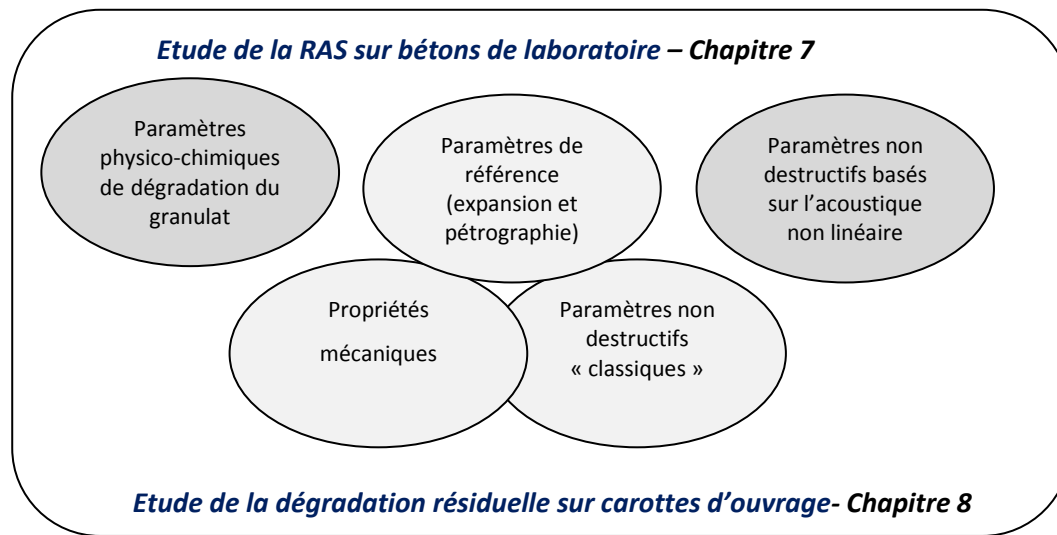


- Adaptabilité de la méthode physico-chimique
- Possibilité d'observer des évolutions significatives des variables d'avancement de la réaction au fil de la dégradation



- Sensibilité de l'acoustique non linéaire
- Influence de la teneur en eau du béton
- Possibilité d'identifier le type de dégradation par des méthodes non destructives

Application à des bétons dégradés par la RAS



- Suivi multi-échelle de la RAS
- Apports potentiels de l'approche physico-chimique
- Apports potentiels de l'acoustique non linéaire
- Recherche de corrélations et de complémentarités entre les indicateurs de suivi de la RAS
- Contribution à une meilleure compréhension du phénomène de dégradation du béton par la RAS
- Adaptabilité des nouveaux paramètres aux études sur bétons d'ouvrage

Figure 3.1 Réponse du programme expérimental aux objectifs de la thèse

3.2 Analyse physico-chimique de la dégradation des granulats (Chapitre 5)

3.2.1 Simulation de la RAS en milieu réactionnel modèle

L'utilisation d'un milieu réactionnel modèle permet de placer des granulats dans un environnement très propice au développement de la RAS afin d'observer les dégradations engendrées dans un délai court (de l'ordre de 2 semaines). On y retrouve les éléments indispensables à la réaction évoqués dans la revue de littérature :

- du **granulat contenant de la silice réactive** ; la quantité de silice libre réactive n'étant pas connue au début de l'étude, celle-ci est assimilée à la quantité de silice mesurée par fluorescence des rayons X. On utilise alors une quantité suffisante de granulat pour que le milieu réactionnel contienne 1g de silice;
- de la **chaux**, réservoir potentiel en Ca^{2+} et OH^- , qui simule l'apport dû au ciment hydraté. La chaux est introduite de manière à obtenir un rapport massique silice/chaux de 2 ;
- des **hydroxydes alcalins** (solution de soude) qui simulent la solution interstitielle. 10mL de solution à 0,79M sont introduits afin d'immerger le granulat.

Afin d'accélérer la réaction, deux éléments cinétiques sont ajoutés :

- La roche est réduite à un fuseau granulométrique compris entre 0,16 et 0,63 mm par concassage. Cela permet d'augmenter la surface d'échange entre la roche et la solution alcaline.
- La température est portée à 80°C

Le tableau 3.1 donne les quantités introduites systématiquement en autoclave pour conduire la réaction à une échéance donnée.

| | <i>Masse de granulat (g)</i> | <i>Masse de chaux vive (g)</i> | <i>Quantité de soude (mL)</i> |
|------------------------|------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|
| Calcaire Spratt | 10,145 | 0,378 | 10 |
| Grès de Potsdam | 1,030 | | |

Tableau 3.1 Quantités de réactants introduites en autoclave

Le granulats, la chaux et la soude sont placés en autoclave jusqu'à une des 3 échéances souhaitées, fixées à **48h**, **120h** et **168h**. Pour chaque échéance, 3 autoclavages ont été réalisés afin de vérifier la répétabilité des mesures.

3.2.2 Extraction de la silice réactive

L'extraction de la silice réactive consiste en une attaque à froid par de l'acide chlorhydrique à 1M (250mL pour le grès de Potsdam, 300mL pour le calcaire Spratt)

L'attaque permet :

- d'éliminer la chaux résiduelle;
- d'éliminer la base alcaline résiduelle et la silice passée en solution;
- de dissoudre les produits externes (C-S-H, C-N-S-H)
- de dissoudre la matrice carbonatée dans le cas du calcaire Spratt,
- de protoner les tétraèdres $\text{SiO}_{5/2}\text{Na}$ et $\text{Ca}(\text{SiO}_{5/2})_2$ en $\text{SiO}_{5/2}\text{H}$ (silanol aussi noté Q_3)

Suite à l'attaque, la partie analysée est constituée par :

- une fraction siliceuse altérée sous forme de tétraèdres Q_3 et une fraction siliceuse saine résiduelle Q_4
- des phases minérales non dissoutes tel que des minéraux argileux pour le calcaire Spratt

Le résidu insoluble est lavé et séché à l'acétone et à l'éther, puis placé au minimum 3 jours en dessiccateur avant d'être analysé.

3.2.3 Mesure des variables d'avancement physico-chimique

Les paramètres mesurés sur la silice issue de l'extraction chimique, après dégradation, sont :

- la variation molaire du taux de tétraèdres Q_3 : $\Delta n \text{ Q}_3$, estimé via la perte de masse Δm en analyse thermogravimétrique ;
- le volume absolu massique : V_{abs} ;
- le volume poreux massique : V_{por} .

La variation du taux de Q_3 dans la silice est déterminée par analyse thermogravimétrique. La montée en température entre 200°C et 1100°C de cette silice entraîne la deshydroxylation des silanols qu'elle contient suivant l'équation suivante :



Il en résulte que la perte d'une mole d'eau lors de l'analyse thermogravimétrique équivaut à celle de 2 moles de silanols :

$$\Delta n Q_3 = 2 * \Delta n_{\text{H}_2\text{O perdue}} \text{ avec } \Delta n_{\text{H}_2\text{O perdue}} = \Delta m_{\text{H}_2\text{O perdue}} / M_{\text{H}_2\text{O}} \quad (3.2)$$

$\Delta n Q_3$ représente le pourcentage molaire de Q_3 créé lors de la RAS

La présence de certains éléments minéralogiques tels que les feldspaths ou la pyrite peut également entraîner des pertes de masse lors du chauffage. Aussi la perte de masse due à la deshydroxylation des silanols n'est pas déterminée en valeur absolue mais par différence entre un échantillon sain et un échantillon dégradé par la RAS :

$$\Delta m_{\text{H}_2\text{O perdue}} \approx \Delta m_{\text{échantillon dégradé}} - \Delta m_{\text{échantillon sain}} \quad (3.3)$$

D'où la relation :

$$\Delta n Q_3 \approx 2 \times \frac{\Delta m_{\text{échantillon dégradé}} - \Delta m_{\text{échantillon sain}}}{M_{\text{H}_2\text{O}}} \quad (3.4)$$

Le volume absolu massique est calculé tel que $V_{\text{abs}} = 1 / m_{\text{abs}}$, m_{abs} étant la masse volumique absolue mesurée à l'aide d'un pycnomètre à hélium Micromeritics AccuPyc 1330 (fig. 3.2.a).

Le volume poreux massique V_{por} est calculé à partir de la courbe de désorption d'azote par la méthode B.J.H. (Barrett, Joyner, Halenda) [Barrett *et al.*, 1951a], réalisée sur un appareil Micromeritics ASAP 2010 (fig. 3.2.b).

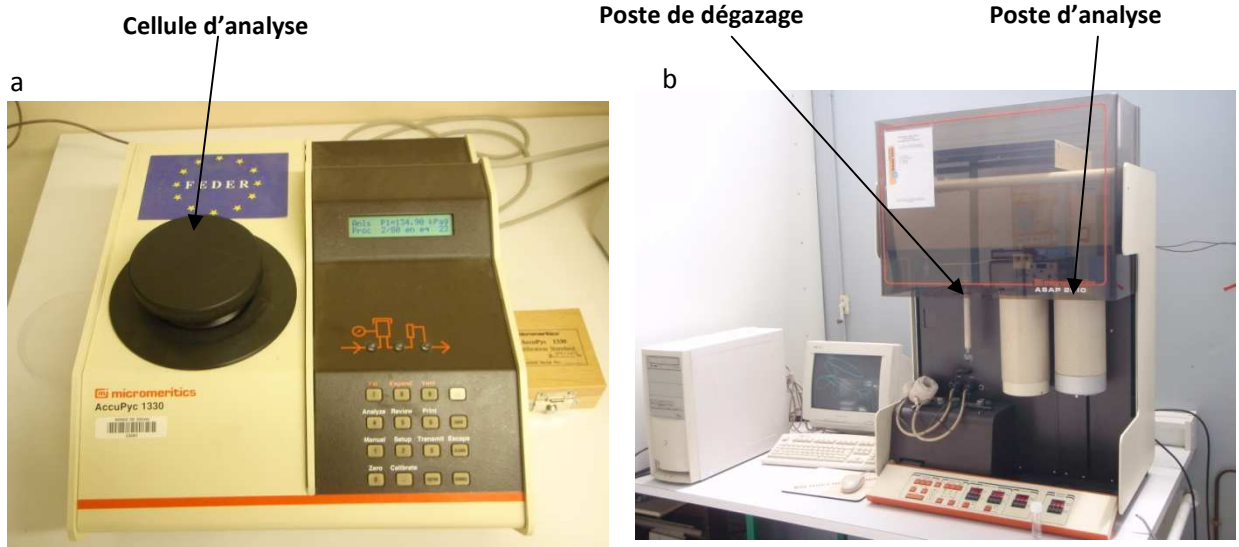


Figure 3.2 Pycnomètre à hélium (a), appareil à adsorption/désorption d'azote (b)

3.3 Suivi non destructif de bétons dégradés par cycles de gel/dégel et chocs thermiques (Chapitre 6)

3.3.1 Echantillonnage et programme d'essais

Un mélange de béton contenant du calcaire Spratt comme gravillon a été utilisé, avec une quantité de ciment de 450kg/m^3 , un rapport E/C de 0,5 et un rapport gravillon/sable de 1. 14 cylindres (100x200mm) ont été fabriqués :

- 6 ont été utilisés pour déterminer les propriétés mécaniques à 28 jours
- 4 ont été soumis à des cycles de gel/dégel
- 4 ont été soumis à des chocs thermiques.

Suite à une caractérisation initiale (contrôles non destructifs), les échantillons soumis aux cycles de gel/dégel ont été caractérisés après 35 et 200 cycles, les échantillons soumis à un endommagement thermique ont été caractérisés après chacun des deux chocs thermiques appliqués.

Les échantillons ont également été testés pour différents teneurs en eau. Des précisions sur la formulation du béton, les modes de dégradation et l'ajustement des teneurs en eau des échantillons sont fournies au chapitre 4. La figure 3.3 synthétise les essais réalisés.

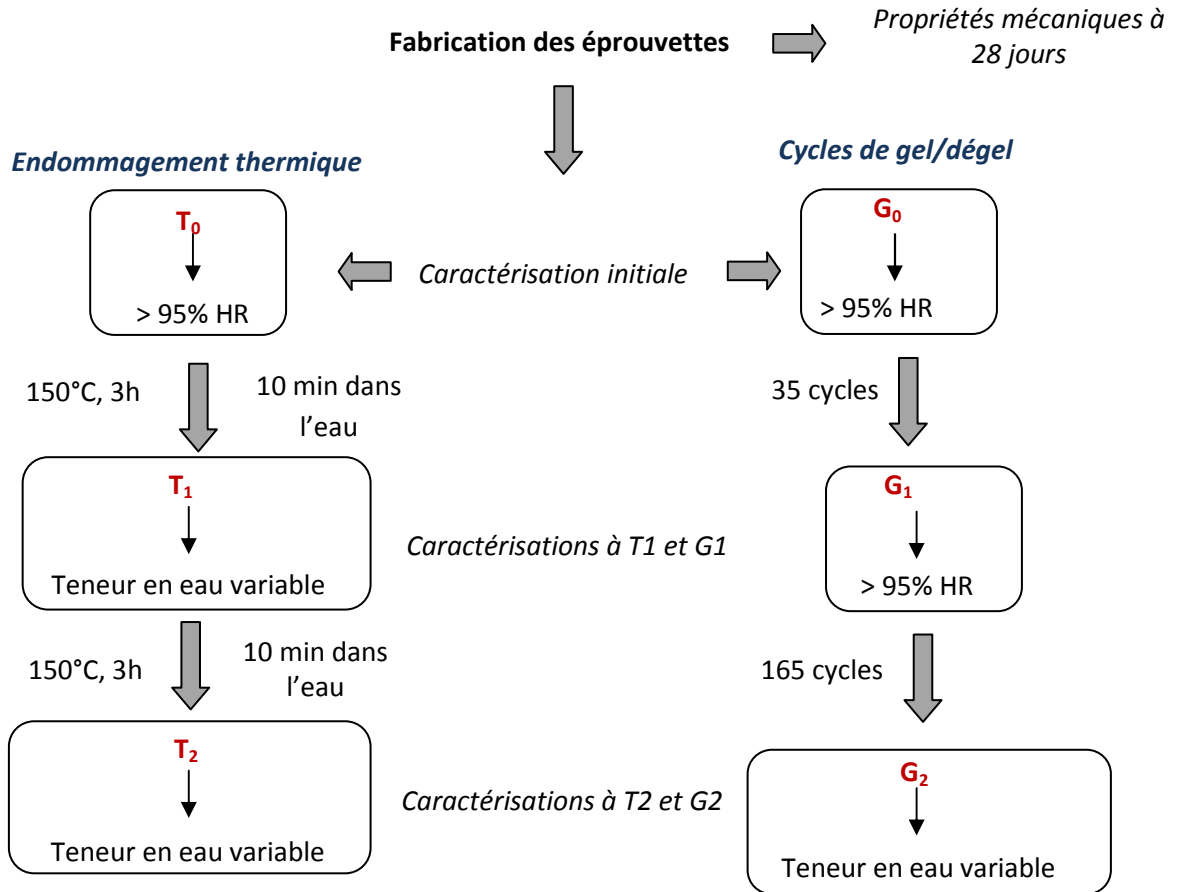


Figure 3.3 Synthèse des essais réalisés par méthodes acoustiques

3.3.2 Essais de résonance non linéaire – dynamique rapide

Le banc d'essais utilisé a été réalisé durant les travaux de thèse de Serge Kodjo à l'Université de Sherbrooke. Un descriptif détaillé sur la mise en place du dispositif expérimental est disponible dans le mémoire de thèse correspondant [Kodjo, 2008]. La figure 3.4 présente un schéma du dispositif employé.

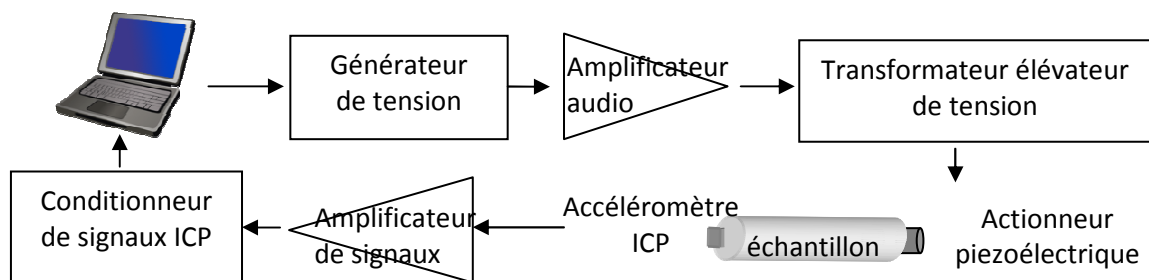


Figure 3.4 Montage expérimental pour les essais de résonance non linéaire

- Un générateur de tension d'impédance de sortie 50Ω relié à l'ordinateur fournit la tension souhaitée
- Le générateur est relié à un amplificateur audio permettant un gain de tension de 22dB
- Pour atteindre les hautes tensions, la tension fournie par l'amplificateur audio est élevée par un transformateur élévateur de tension de rapport de transformation $m = 0,03$. Cela permet d'atteindre une tension de 855 V pour un courant très faible (inférieur à 60 mA) lorsque le générateur délivre une tension de 2V.
- Un actionneur piézoélectrique reçoit la tension amplifiée par cette première partie de chaîne et transmet une énergie mécanique à l'échantillon testé
- L'échantillon est excité de manière sinusoïdale. Un accéléromètre est placé de l'autre côté de l'échantillon mesure alors l'accélération de vibration reçue
- Le signal détecté par l'accéléromètre est amplifié puis numérisé par une carte d'acquisition de National Instruments de fréquence d'échantillonnage 250 kHz.
- Un programme développé sous NI LabView permet de piloter l'acquisition, le traitement et l'extraction des données.

Un premier balayage fréquentiel est effectué à une amplitude de déplacement de $1,7 \cdot 10^{-5}$ mm afin de repérer la fréquence de résonance linéaire f_0 de l'échantillon testé. Une telle amplitude de sollicitation est trop faible pour affecter les propriétés de l'échantillon. Des séries de balayages fréquentiels de 1000Hz centrés sur la fréquence de résonance sont alors appliquées successivement avec une amplitude de sollicitation croissante, jusqu'à une amplitude de $40 \cdot 10^{-5}$ mm. Un exemple du protocole d'excitation est montré sur la figure 3.5. Les paramètres relatifs au décalage fréquentiel, à l'atténuation non linéaire et à la génération d'harmoniques ont été analysés.

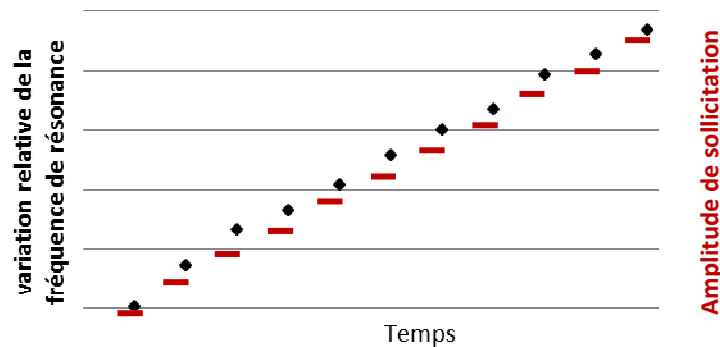


Figure 3.5 Protocole de sollicitation et réponse d'un échantillon de béton lors d'un essai en dynamique rapide

3.3.3 Essais de résonance non linéaire – dynamique lente

Les essais de dynamique lente ont uniquement été effectués sur la phase de conditionnement.

Le banc d'essai utilisé est le même que pour les essais de résonance en dynamique rapide. Seul le protocole de sollicitation change. La fréquence de résonance linéaire est déterminée, puis une série de balayages de forte amplitude ($40 \cdot 10^{-5}$ mm) est effectuée autour du premier mode de résonance, durant 5000 secondes. Il permet ainsi d'observer la baisse de la fréquence de résonance durant le conditionnement, comme indiqué sur la figure 3.6.

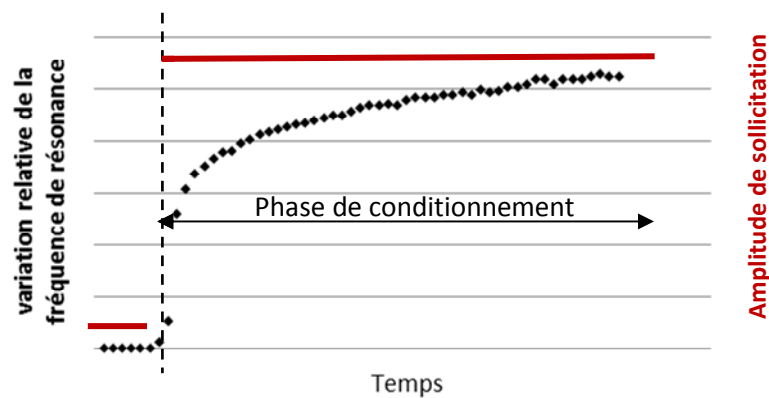


Figure 3.6 Protocole de sollicitation et réponse d'un échantillon de béton lors d'un essai en dynamique lente

3.3.4 Essais d'interactions d'ondes

Les ondes de sonde sont produites à l'aide d'un actionneur piézoélectrique relié à un générateur d'ultrasons. La fréquence des ondes ultrasonores est centrée sur 200 kHz. L'impact mécanique est généré par une bille d'acier. La figure 3.7 schématise le dispositif expérimental.

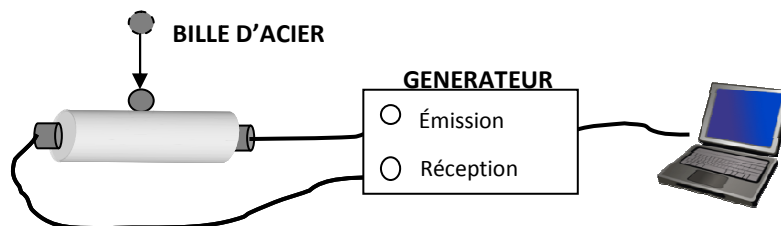


Figure 3.7. Montage expérimental pour les essais d'interaction de fréquences

Une rafale d'ondes est transmise à l'échantillon par le transducteur, durant laquelle l'impact mécanique est généré. Le système d'acquisition permet d'analyser le signal temporel transmis par chacune des ondes ultrasonores et par conséquent la perturbation engendrée par l'impact sur la propagation des ondes. La figure 3.8 montre le type de signaux enregistrés au cours de l'essai.

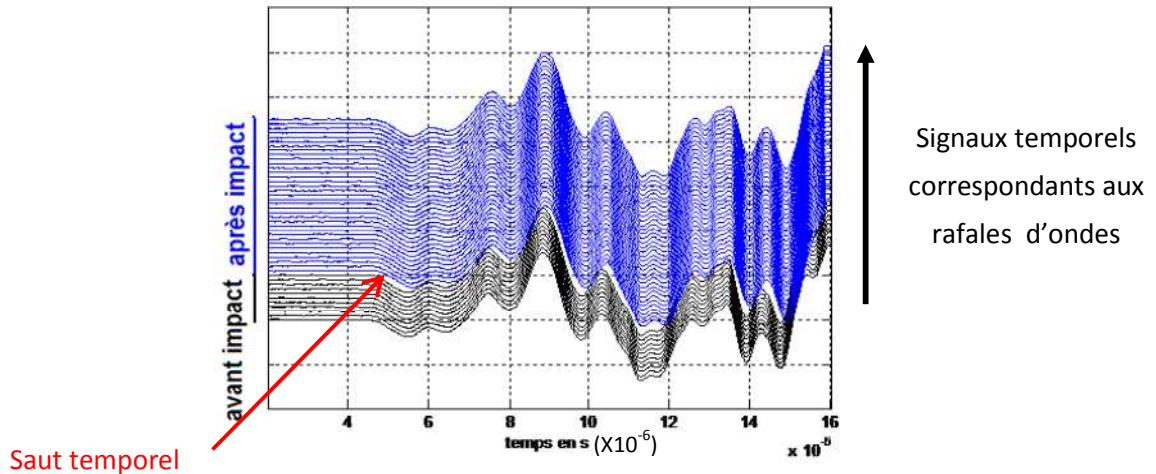


Figure 3.8 Paquet des signaux temporels de l'onde de sonde en réception avant et après impact [Kodjo, 2008]

3.4 Etude de bétons de laboratoire dégradés par la RAS (Chapitre 7)

3.4.1 Echantillonnage et programme d'essais

Deux gâchées de béton réactif ont été réalisées, l'une contenant du calcaire Spratt comme gravillon, la seconde contenant du grès de Potsdam. Pour chacune de gâchées, la quantité de ciment utilisée est de 450kg/m^3 , le rapport E/C de 0,5 et fraction gravillon/sable de 1.

Après 28 jours en chambre humide, les échantillons ont été placés dans des conditions favorables au développement de la RAS (100% HR, 38°C) et suivis durant 18 mois. Pour chaque gâchée, 32 échantillons ont été fabriqués :

- 3 prismes $75*75*300$ mm destinés à suivre l'expansion ;
- 3 cylindres $100*200$ mm destinés au suivi non destructif (acoustique linéaire et non linéaire);
- 24 cylindres $100*200$ mm destinés à 4 échéances destructives. A chaque échéance, 6 échantillons permettent d'estimer les propriétés mécaniques ; ils sont ensuite broyés et analysés par méthode physico-chimique.

- 2 cylindres 100*200mm destinés aux observations pétrographiques. A chaque échéance destructive, une rondelle de chaque cylindre est découpée et analysée.

La figure 3.9 synthétise le programme d'essais.

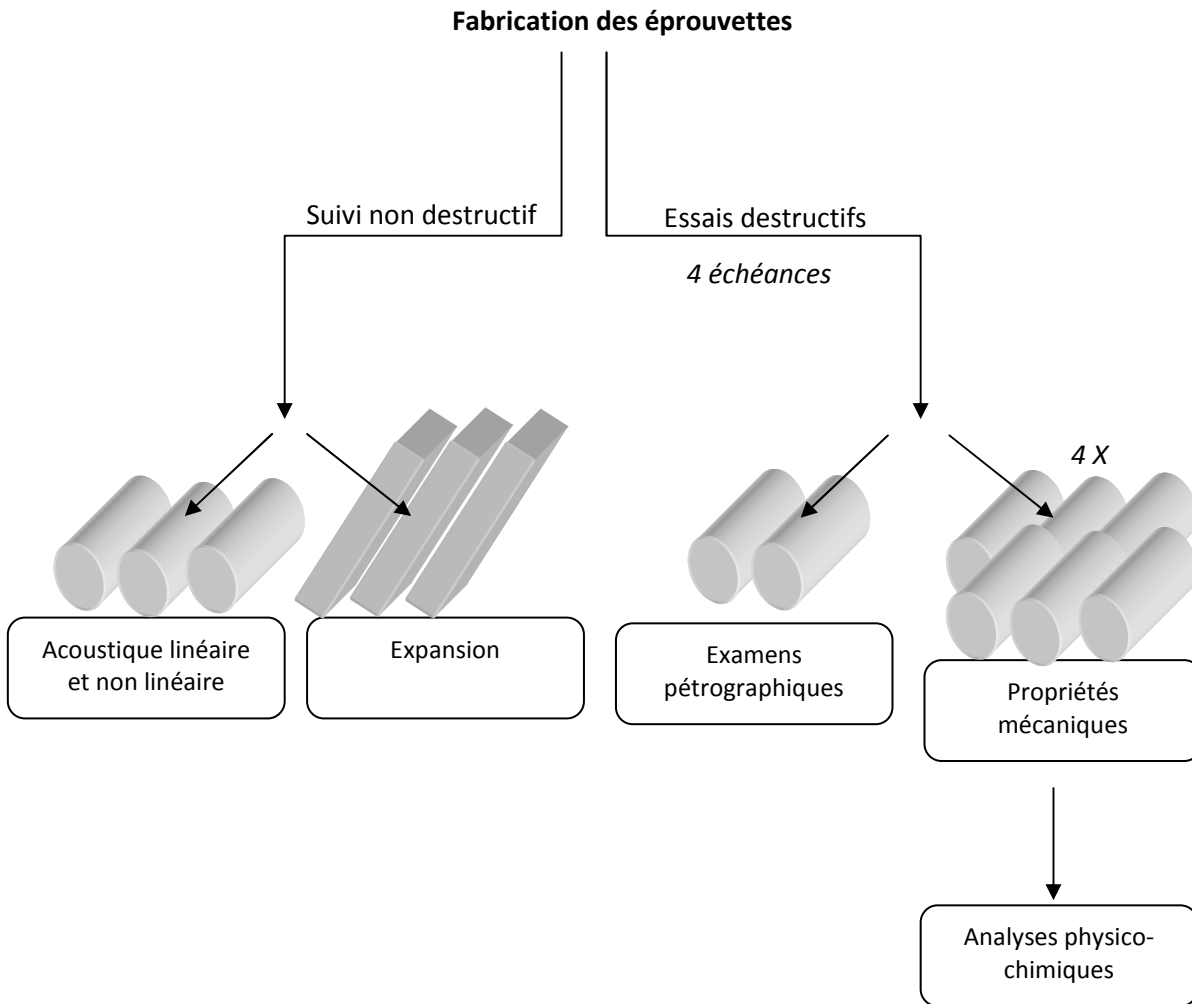


Figure 3.9 Programme d'essais pour chaque gâchée de béton dégradé par la RAS

3.4.2 Méthodes de caractérisation

- **Expansion et prise de masse**

Les échantillons sont gardés à une température de 21°C durant 24 heures avant chaque mesure. Leur longueur est mesurée à l'aide d'un extensomètre ayant une sensibilité de 0,001mm.

- **Acoustique linéaire et non linéaire**

Les mesures de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores « UPV » (fig 3.10a) et du module d'élasticité dynamique « E_{dyn} » (fig. 3.10b) sont respectivement mesurées suivant les standards américains ASTM C 597-97 et ASTM C 215-02.

La norme ASTM C 215-02 permet d'estimer le module dynamique à partir de la mesure des fréquences de résonances. L'équation (3.5) propose le calcul du module dynamique à partir de la fréquence de résonance longitudinale :

$$E_{dyn} = 5,093 * \frac{1}{d^2} * F_1^2 \quad (3.5)$$

E_{dyn} : Module d'Young dynamique (Pa)

l : longueur du cylindre (m)

d : diamètre du cylindre (m)

F_1 : fréquence de résonance longitudinale (Hz)

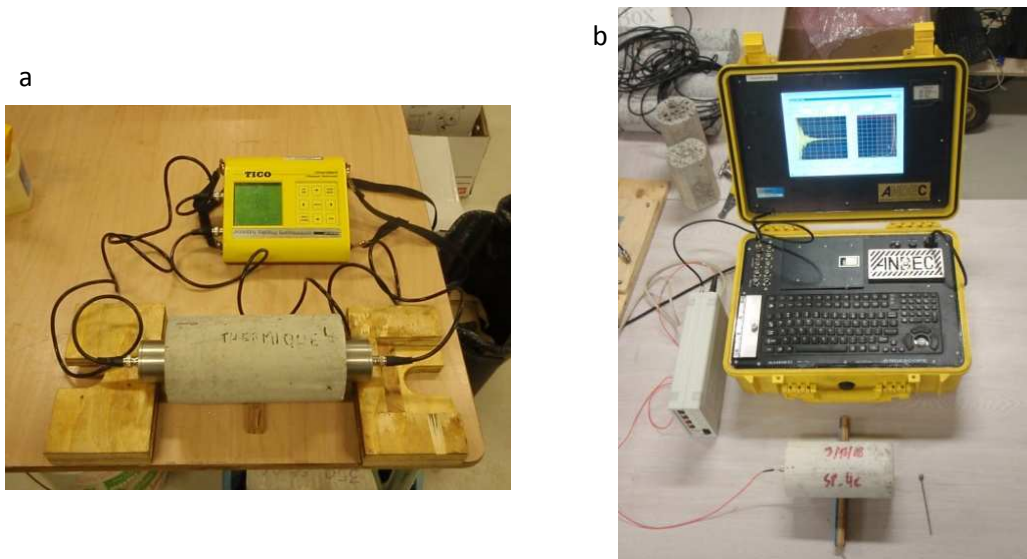


Figure 3.10 Systèmes de mesure de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores (a) et de la fréquence de résonance (b)

Les paramètres acoustiques non linéaires ont été calculés à l'aide des techniques décrites dans le paragraphe 3.3.

- **Examen pétrographique**

Le Damage Rating Index est une méthode pétrographique destinée à l'étude des bétons touchés par la réaction alcali-silice, une introduction en est faite dans la revue de littérature (§ 2.2.5).

Les échantillons de béton sont polis à l'aide d'une poudre abrasive. La taille minimum de grain utilisée est de 600µm. Les surfaces polies sont divisées en carrés de 1cm de côté puis observées à l'aide d'un stéréomicroscope d'amplification 16x.

La méthode consiste à compter les différents indices d'endommagement associés à la RAS et y associer une pondération représentant leur contribution à la dégradation. Le DRI est la somme pondérée de tous les indices observés, normalisée à une surface de 100cm².

Les indices pétrographiques ainsi que les pondérations attribuées sont des données discutables, encore étudiées et vouées à évoluer. Dans le cadre de cette étude, le barème utilisé est donné par le tableau 3.2.

| Indice pétrographique | Notation | Pondération |
|-----------------------------------|---------------|-------------|
| Fissure dans le granulat | (FG) | 0,25 |
| Fissure avec gel dans le granulat | (FG+G) | 2 |
| Décohésion du granulat | (D) | 3 |
| Auréole de réaction | (A) | 0,5 |
| Fissure dans la pâte de ciment | (FP) | 2 |
| Fissure dans le ciment avec gel | (FP+G) | 4 |
| Bulle d'air remplie de gel | (GB) | 0,5 |

Tableau 3.2 DRI : Indices pétrographiques et pondérations associées

- **Propriétés mécaniques**

Parmi les 6 cylindres utilisés à chaque échéance :

- 2 cylindres permettent de mesurer la résistance à la compression (R_c) suivant la norme ASTM C 39-02
- 2 cylindres permettent de mesurer la résistance à la traction (R_t) suivant la norme ASTM C 496
- 2 cylindres permettent de mesurer le module d'Young (E) suivant la norme ASTM C 469-02

- **Analyses physico-chimiques**

Des mesures physico-chimiques sont effectuées pour chaque cylindre ayant servi aux essais mécaniques. Les analyses réalisées sont celles décrites dans le paragraphe 3.2.3. En raison de la présence de ciment dans le matériau à analyser, le protocole d'extraction de la silice réactive est en revanche modifié.

- Préalablement aux traitements chimiques, le béton est concassé et réduit à une fraction granulométrique inférieure à 200 μ m afin d'optimiser l'extraction chimique en augmentant les surfaces d'échanges.

Le traitement chimique à froid (bain de glace) se déroule selon trois étapes :

- une première attaque de 2 heures (1h d'agitation + 1h de décantation) à l'acide chlorhydrique (300 mL à 1M) permet de solubiliser la pâte de ciment, les produits externes (gels) ainsi que la calcite et la dolomite ;
- un traitement de 1 heure (30 min d'agitation + 30 min de décantation) en milieu basique par une solution complexante permet alors d'éliminer certaines impuretés apportées par le ciment (MgO, Fe₂O₃, ...)
- une deuxième attaque de 1 heure (30 min d'agitation + 30 min de décantation) à l'acide chlorhydrique (100 mL à 1M) permet d'enlever les impuretés résiduelles (restes de calcite par exemple) et surtout de protoner les sites Q₃ formés par la RAS (appelés silanols).

Suite à chacune des attaques chimiques, le résidu insoluble est filtré puis introduit dans un flacon pour le traitement suivant. Le résidu final est séché à l'acétone et à l'éther puis placé en dessiccateur un minimum de 3 jours avant d'être analysé.

- **Synthèse des paramètres et méthodes utilisés pour l'étude de la RAS**

| | <i>Mode d'analyse</i> | <i>Paramètre observé (unité)</i> | <i>Notation</i> | <i>Protocole</i> |
|---|--|---|------------------|------------------------------|
| Paramètres classiques de suivi de la RAS | Mesure d'expansion | Expansion (%) | $\Delta L/L$ | CSA A23.2-14A |
| | Pesage | Variations de masse (%) | Δm | CSA A23.2-14A |
| | Essai de compression | Résistance à la compression (MPa) | R_c | ASTM C 39-02 |
| | Essai de traction indirecte | Résistance à la traction (MPa) | R_t | ASTM C 496 |
| | Essai de module | Module d'Young (GPa) | E | ASTM C 469- 02 |
| | Tests d'écho impact | Module d'Young dynamique (GPa) | E_{dyn} | ASTM C 215-02 |
| | Andoscopie | Vitesse des ondes ultrasonores (m/s) | UPV | ASTM C 597-97 |
| | Microscopie optique | Endommagement des granulats | DRI | Damage Rating Index (§3.4.4) |
| Nouveaux paramètres évalués | Thermogravimétrie | Variation molaire du taux de silanols Q_3 (%) | Δn_{Q_3} | §3.2 |
| | Pycnomètre à hélium | Masse volumique absolue (g/cm^3) | m_{abs} | |
| | Adsorption/Désorption d'azote | Volume poreux massique (mm^3/g) | V_{por} | |
| | Résonance non linéaire (dynamique rapide et lente) | Décalage fréquentiel | | §3.3.2 et 3.3.3 |
| | | Atténuation | | |
| | | Génération d'harmoniques | | |
| | Fluage | | | |
| Interaction d'ondes | Variation de phase | | §3..3.4 | |

Tableau 3.3 Synthèse des paramètres et méthodes utilisés pour le suivi de la RAS

3.5 Suivi de la dégradation résiduelle de carottes d'ouvrage (Chapitre 8)

3.5.1 Échantillonnage et programme d'essais

Des essais d'expansion résiduelle en solution alcaline (NaOH à 1M) à 60°C ont été réalisés sur des carottes issues de l'écluse Côte Sainte Catherine, située sur la voie maritime du Saint-Laurent.

10 carottes de 82mm de diamètre et de longueurs variables (165mm à 175mm) ont été analysées.

- 3 carottes ont servi à effectuer une caractérisation initiale par méthodes destructives (examen pétrographique et analyse physico-chimiques);
- Des plots en acier inoxydables ont été installés sur 3 carottes afin d'effectuer les mesures d'expansion résiduelle dans la soude;
- 4 carottes ont été dégradées dans la soude puis analysées à deux échéances distinctes par méthodes non destructives (acoustique linéaire et non linéaire) et destructives (examens pétrographiques et analyses physico-chimiques)

La figure 3.11 synthétise le programme d'essais.

3.5.2 Méthodes de caractérisation

À l'exception des essais mécaniques qui ne sont pas réalisés, les méthodes utilisées sont les mêmes que dans le cas des bétons de laboratoire dégradés par la RAS, à savoir :

- la mesure de l'expansion et de la prise de masse ;
- la mesure des paramètres d'acoustique linéaire et non linéaire ;
- l'examen pétrographique ;
- l'analyse physico-chimique de la dégradation du granulat

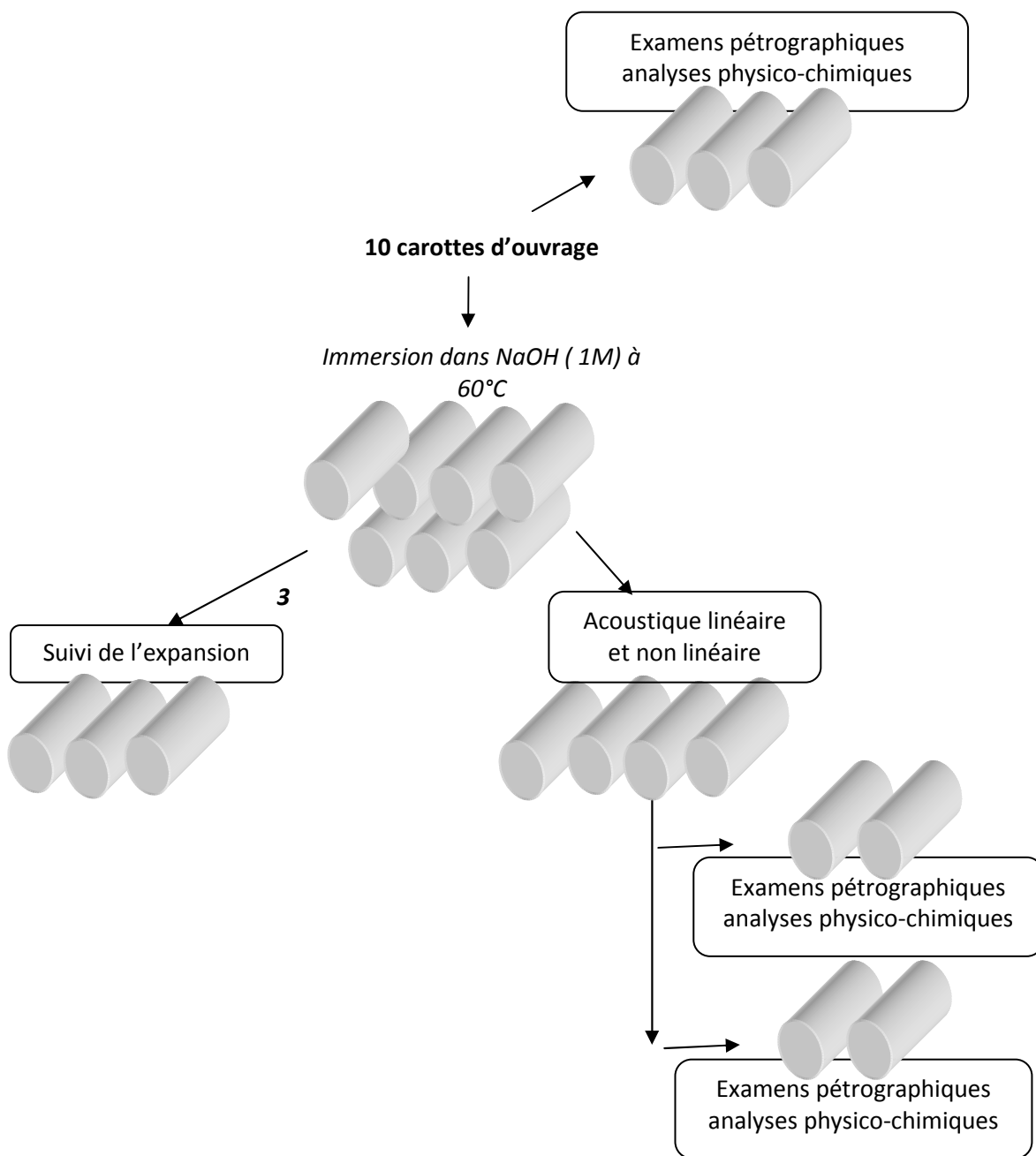


Figure 3.11 Programme des essais d'expansion résiduelle

CHAPITRE 4

MATÉRIAUX : COMPOSITION/FORMULATION ET CONDITIONS DE DEGRADATION

Ce chapitre donne des précisions sur les matériaux testés et sur les modes de dégradation utilisés. Les principales caractéristiques des granulats utilisés sont d'abord présentées : composition chimique, minéralogie et réactivité. Les paragraphes suivants présentent les bétons utilisés pour les différentes campagnes expérimentales (formulation, mode de dégradation, propriétés mécaniques initiales) :

- les bétons dégradés par chocs thermiques et cycles de gel/dégel, provenant d'une même gâchée (étudiés au chapitre 6);
- les bétons dégradés par la RAS (étudiés au chapitre 7), de formulation quasiment identique aux bétons précédents;
- les bétons provenant de l'écluse Côte sainte Catherine (Québec) et soumis à des essais de gonflement résiduel (chapitre 8).

4.1 Granulats

4.1.1 Présentation

Deux roches réactives concassées ont été utilisées comme gravillons : le calcaire Spratt et le grès de Potsdam. Le sable utilisé est de la criblure de pierre très riche en calcaire et pauvre en silice.

Le calcaire Spratt est un calcaire argileux provenant de la carrière « Spratt Sand and Gravel » située à Stittsville en Ontario (Canada). Sa phase réactive se compose de quartz cryptocristallins (calcédoine et nodules de silex noir) disséminés dans la matrice calcaire [Lu *et al.*, 2006b]. Sa réactivité est reconnue et plusieurs cas d'ouvrages, contenant ce type de granulat, dégradés par la RAS ont été répertoriés au Québec [Bérubé *et al.*, 2000a] ainsi qu'en Ontario [Rogers *et al.*, 2000].

Le grès étudié est une orthoquartzite provenant de la carrière Sud-ouest Inc. de Melocheville au Québec (Canada). La réactivité du grès de Potsdam serait due au ciment intergranulaire [Bérard & Lapierre, 1977] dont la partie siliceuse est mal cristallisée. Ce type de

roche est très répandu dans le nord de l'état de New-York, le sud-est de l'Ontario et le sud-ouest du Québec mais n'est que rarement utilisé comme granulat à cause de sa dureté et de son abrasivité [Bérard & Lapierre, 1977]. Elle fut cependant disponible en grande quantité comme résidu d'excavation - lors de l'aménagement de la voie maritime du saint Laurent par exemple - et utilisée comme granulat avec des ciments ordinaires riches en alcalins. Il en résulte qu'un grand nombre de structures en béton tels que des barrages, des piliers de ponts, des viaducs ou des murs de soutènement contient ce granulat et présente aujourd'hui des signes de RAS [Bérubé et al., 2000a].

La criblure de pierre utilisée provient de la carrière de Marbleton au Québec (Canada). Elle a été choisie pour sa très faible teneur en silice (<2%). Le choix de ne pas utiliser un sable ordinaire – habituellement riche en silice – permet, lors du processus d'extraction chimique la silice, de récupérer principalement la silice issue du gravillon réactif.

4.1.2 Composition chimique des granulats

Le tableau 4.1 présente la composition chimique des granulats utilisés, exprimée en pourcentage massique par oxyde, ainsi que la perte de masse en analyse thermogravimétrique (perte au feu). Les données de composition chimiques sont calculées à partir des données brutes obtenues par fluorescence des rayons X sur pastille.

| | Teneur (%) | | |
|------------------------------------|------------------------|------------------------|------------------------------|
| | <i>Calcaire Spratt</i> | <i>Grès de Potsdam</i> | <i>Criblure de Marbleton</i> |
| SiO₂ | 9,86 | 97,01 | 1,66 |
| CaO | 44,02 | < 0,1 | 52,25 |
| MgO | 1,51 | < 0,1 | 0,51 |
| Al₂O₃ | 0,97 | 0,41 | 0,75 |
| Fe₂O₃ | 0,44 | < 0,1 | 0,26 |
| K₂O | 0,16 | < 0,1 | < 0,1 |
| Na₂O | 0,08 | < 0,1 | < 0,1 |
| Perte au feu | 39,49 | 0,41 | 43,74 |

Tableau 4.1 Composition chimique des granulats utilisés

4.1.3 Principales phases minérales

Les principales phases cristallines identifiées dans le calcaire Spratt à partir de l'analyse par diffraction des rayons X (fig. 4.1) sont :

- la calcite de formule CaCO_3 avec des pics très marqués;
- le quartz de formule SiO_2 ;
- la dolomite de formule $\text{CaMg}[\text{CO}_3]_2$.

La présence de dolomite a été confirmée par des observations en microscopie optique (lumière polarisée analysée) et électronique à balayage (fig. 4.3), des inclusions de pyrite (FeS_2) ont également été observées. Les résultats de calcimétrie ont révélé que la matrice carbonatée est largement majoritaire au sein du granulat, à hauteur de 90%.

Une étude spécifique a été réalisée en partenariat avec l'Unité de Recherche Mixte de Recherche Géosystèmes de l'Université de Lille 1 afin d'identifier les phases argileuse du calcaire Spratt. Les spectres de la (fig. 4.2) montrent la présence :

- d'illite, de formule $\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$
- de kaolinite, de formule $\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$

Les minéraux argileux sont mal cristallisés. Une analyse semi-quantitative a montré que l'illite et la kaolinite sont présentes en quantité à peu près équivalente.

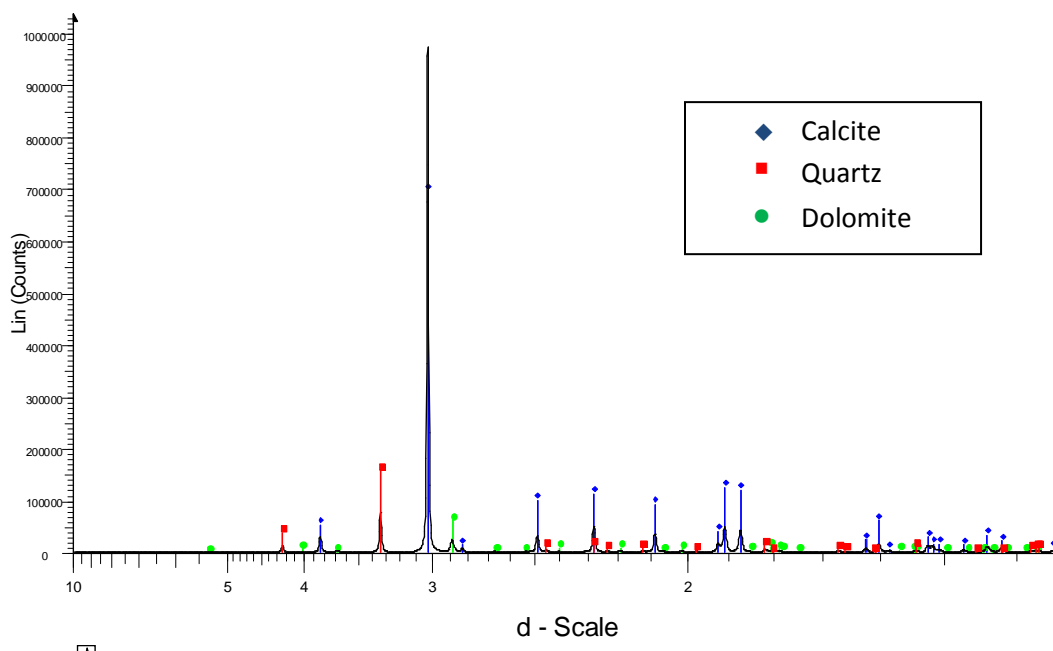


Figure 4.1 Spectre de diffraction des rayons X du calcaire Spratt

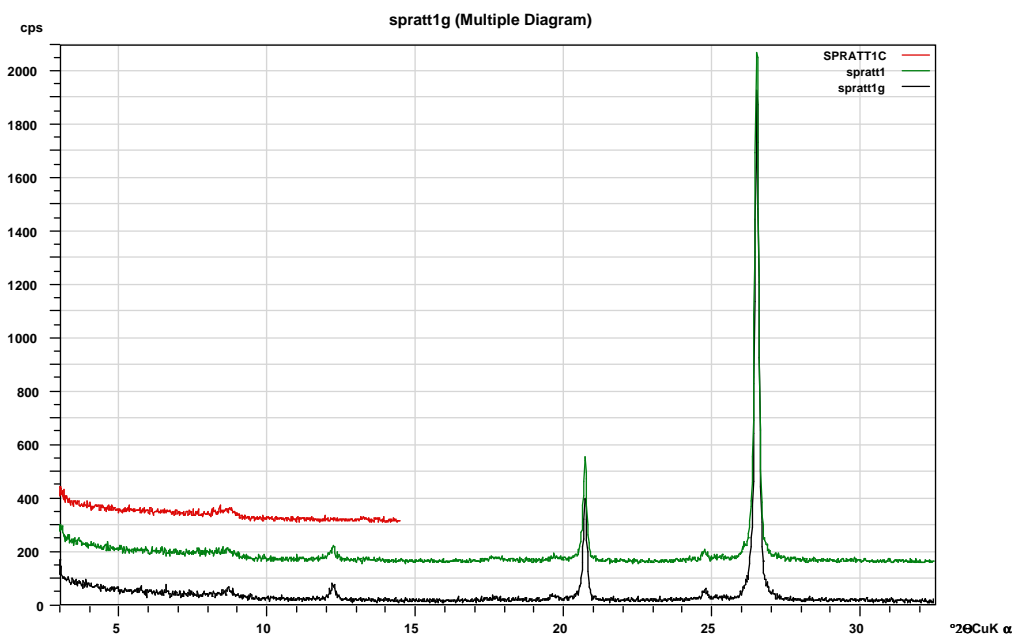


Figure 4.2 Spectres de diffraction des rayons X sur la fraction 0/2 μm du calcaire Spratt
 En rouge le matériau traité à 490° C. En vert le matériau brut. En noir le matériau traité aux vapeurs de glycol.

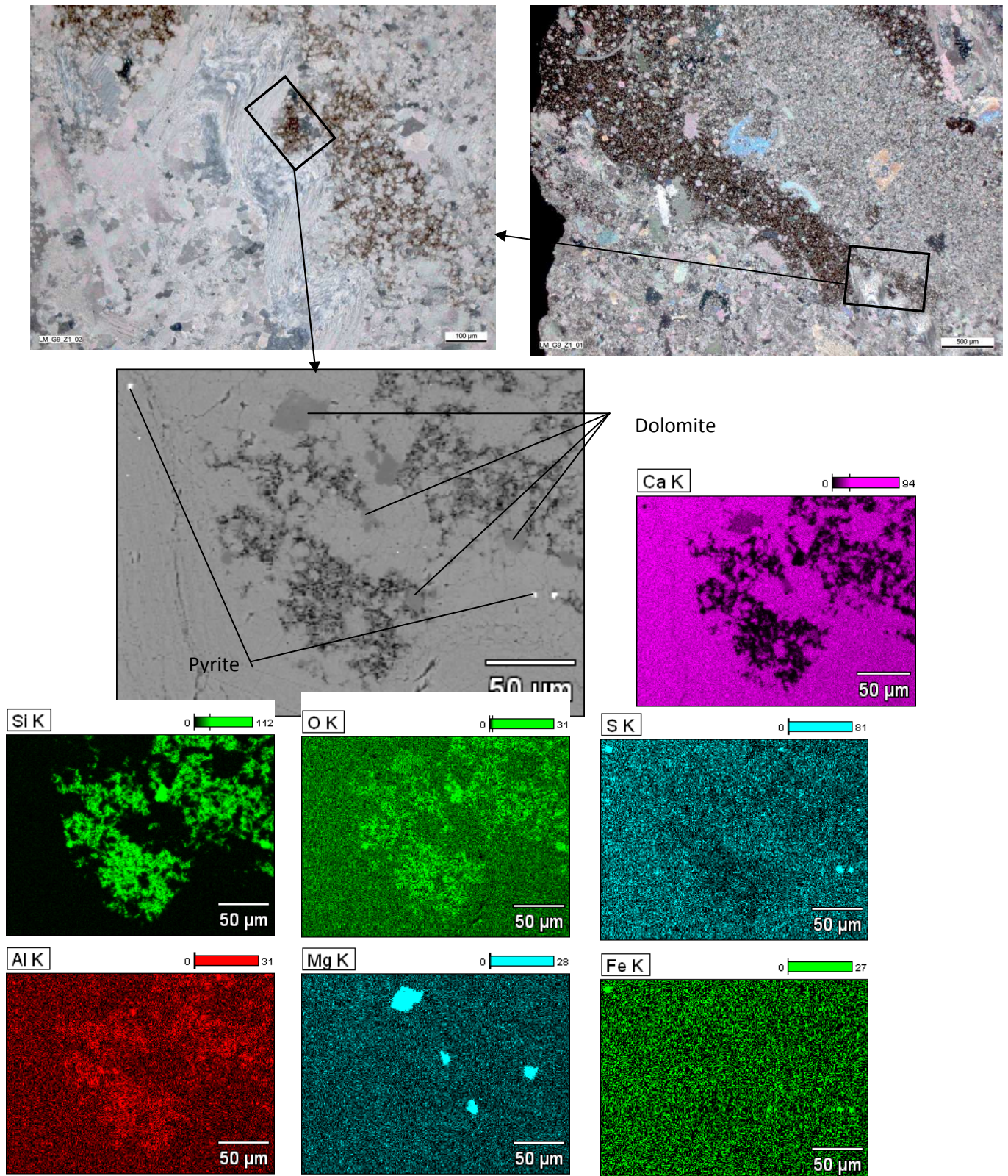


Figure 4.3 Identification de la présence de dolomite et de pyrite dans le calcaire Spratt en microscopie optique et électronique

Le grès de Potsdam est un grès orthoquartzique. Il s'agence sous forme de grains de quartz arrondis d'un diamètre compris entre 50 et 800 μm , liés par un ciment siliceux qui constitue la phase réactive de la roche (fig. 4.4).

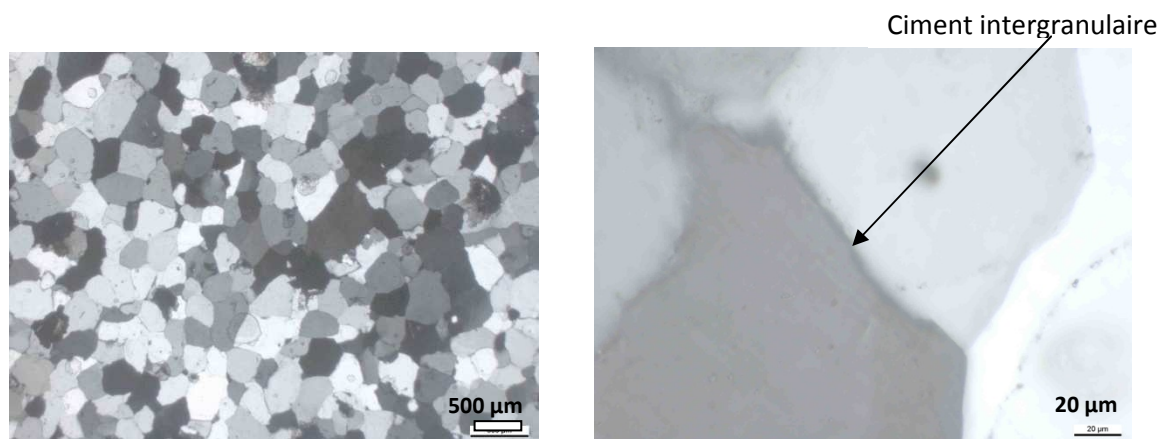


Figure 4.4 Grès de Potsdam observé sur lame mince en lumière transmise polarisée-analysée (LTPA)

La littérature indique que le grès de Potsdam peut contenir de la calcite, des feldspaths, de la dolomite, des minéraux micacés argileux, de la pyrite et des fragments de chert comme minéraux accessoires [Rivard, 2002]. Toutefois, l'analyse en diffraction des rayons X réalisées ne permet pas d'identifier ces minéraux (fig. 4.5). L'analyse de la composition chimique (tableau 4.1) laisse supposer que les éventuels minéraux accessoires sont présents en quantités négligeables.

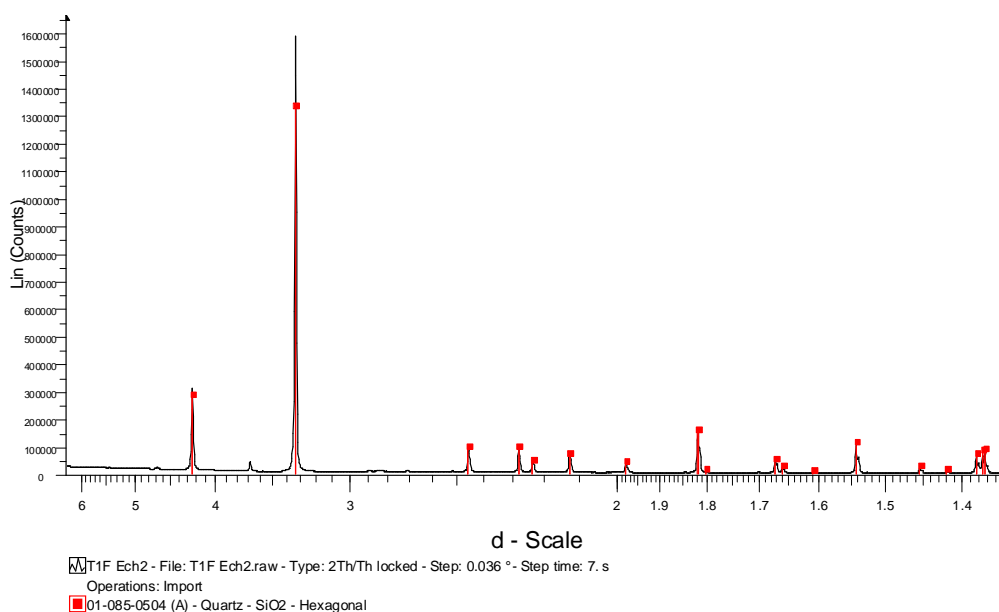


Figure 4.5 Spectre de diffraction des rayons X du grès de Potsdam

La criblure de Marbleton est constituée en grande majorité de calcite, elle contient également une faible quantité de quartz.

4.1.4 Réactivité des matériaux (essais d'expansion accéléré)

Les deux granulats ont été testés suivant l'essai « Microbar », conformément à la norme AFNOR XP 18-594. L'essai « Microbar » consiste à mesurer l'expansion linéique d'éprouvettes de mortier (1x1x4cm, coupe granulométrique 0,16/0,63mm) soumises à des cures successives dans la vapeur d'eau puis dans une solution de potasse portée à 150°C durant 24 heures. Les mortiers sont par ailleurs testés pour des rapports ciment sur granulat variables (2, 5 et 10).

Les tests ont été réalisés au Laboratoire des Matériaux du Groupe Holcim Suisse à Eclépens, les résultats sont donnés dans la figure 4.6.

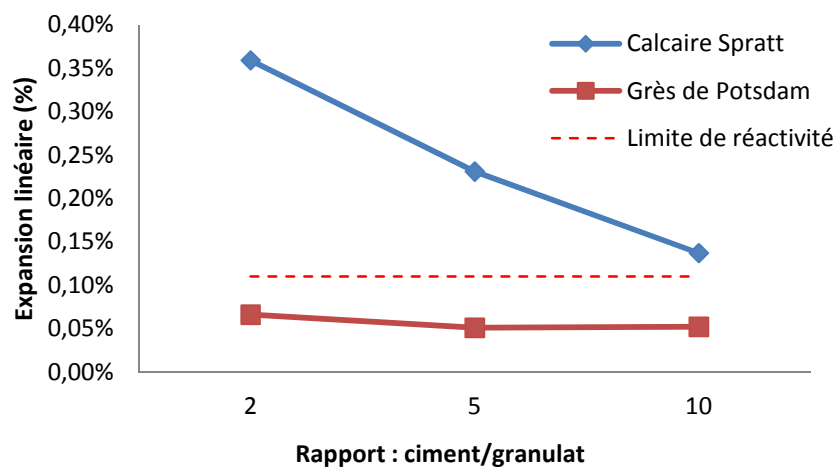


Figure 4.6 Résultats de l'essai « Microbar » sur le calcaire Spratt et le grès de Potsdam

Le test « Microbar » classe le calcaire Spratt comme « potentiellement réactif » (lorsqu'au moins une des valeurs d'expansion est à supérieure à 0,11%) tandis que le grès de Potsdam apparaît comme « non réactif » (aucune valeur d'expansion ne dépasse 0,11%). L'inefficacité des essais accélérés sur mortier à pointer la réactivité du grès de Potsdam a déjà été mise en avant [Lu et al., 2006a]. Elle proviendrait du processus de préparation du granulat pour le test (broyage, tamisage et lavage) qui élimine une grande partie de la silice réactive (ciment intergranulaire) et change la texture du granulat.

4.2 Ciment

Un ciment Portland classique de type GU a été utilisé, sa composition est donnée dans le tableau 4.2.

| Element | Teneur (%) |
|---------------------------------|------------|
| CaO | 63,7 |
| SiO ₂ | 20,9 |
| Al ₂ O ₃ | 5,1 |
| SO ₃ | 3,3 |
| Fe ₂ O ₃ | 2,1 |
| MgO | 2,1 |
| Na ₂ O _{eq} | 0,81 |

Tableau 4.2 Composition chimique du ciment

4.3 Bétons de laboratoire dégradés par cycles de gel/dégel et chocs thermiques

4.3.1 Formulation

Une seule gâchée a été réalisée pour les deux types de dégradation. Du calcaire Spratt a été utilisé comme gravillon, des masses égales des fractions granulométriques 20-14mm, 14-10mm et 10-5mm ont été incorporées au mélange. Les caractéristiques du mélange sont données dans le tableau 4.3. Aucun adjuvant n'a été utilisé dans la fabrication des mélanges.

| | |
|---|-----|
| Rapport granulats grossiers/sable (en volume) | 1/1 |
| E/C | 0,5 |
| Contenu en ciment (kg/m ³) | 450 |
| Gravillon (kg/m ³) | 850 |
| Sable (kg/m ³) | 621 |
| Eau (kg/m ³) | 225 |

Tableau 4.3 Caractéristiques de la formulation de béton utilisé pour les dégradations par cycles de gel/dégel et chocs thermiques

Quatorze éprouvettes cylindriques (100x200mm) ont été fabriquées. Aussitôt après leur confection, les éprouvettes ont été recouvertes d'un plastique et laissées dans leur moule durant 24 heures. Après le démoulage, les échantillons ont alors été placés en chambre humide à 21°C durant 28 jours. Une caractérisation des propriétés mécaniques initiales a alors été effectuée.

4.3.2 Propriétés mécaniques à 28 jours

Six cylindres ont été détruits après 28 jours afin de mesurer la résistance à la compression « R_c » (deux échantillons), la résistance à la traction « R_t » (deux échantillons) et le module d'élasticité statique « E » (deux échantillons). Le tableau 4.4 présente les valeurs moyennes obtenues.

| R_c (MPa) | R_t (MPa) | E (GPa) |
|-------------|-------------|-----------|
| 40,6 | 3,6 | 33 |

Tableau 4.4 Propriétés mécaniques des bétons (chocs thermiques et gel/dégel) à 28 jours

4.3.3 Modes de dégradation

- Dégradation par cycles de gel/dégel

Les échantillons (cylindres 100x200mm) ont été placés dans une enceinte simulant un cycle de gel/dégel (-18°C/+23°C) par 24h. Deux caractérisations (contrôles non destructifs : acoustique linéaire et non linéaire) ont été réalisées après 35 et 200 cycles.

- Dégradation par chocs thermiques

Les échantillons (cylindres 100x200mm) ont été placés dans une étuve chauffée à 150°C durant 3h puis trempés durant 10 minutes dans de l'eau à température ambiante. Deux chocs thermiques de ce type ont été réalisés.

4.3.4 Teneur en eau des bétons

Le paramètre utilisé afin d'étudier l'influence de l'eau sur les indicateurs de non-linéarité est la teneur en eau relative, définie à partir des variations de masse des échantillons (perte de masse par rapport à l'état saturé). La valeur de référence (0% de perte de masse) correspond à l'état saturé.

- **Lors de la caractérisation initiale (à 28 jours)**

Les bétons ont été conservés en chambre humide depuis le démoulage. Ils sont donc considérés comme saturés (0% de perte de masse) et n'ont pas été asséchés pour réaliser d'autres essais.

- **Pour les échantillons dégradés par chocs thermiques**

Après avoir été mis en étuve puis refroidis dans l'eau, les échantillons sont conservés durant 1h à l'air ambiant, la chaleur résiduelle qu'ils contiennent encore permet d'évaporer partiellement l'eau ayant pénétré en périphérie. Ils sont alors pesés et caractérisés par méthodes non destructives. Cet état correspond à l'état le plus sec pour lequel ils sont testés, l'indicateur de « perte de masse par rapport à l'état saturé » n'est pas encore connu. Les échantillons sont alors mis en saturation sous vide et caractérisés pour des masses variables. Finalement, une dernière caractérisation est effectuée une fois la masse stabilisée (délai d'environ deux semaines après le début de la mise en saturation). Cette dernière caractérisation permet de définir l'état saturé de l'échantillon (perte de masse 0%), les taux de perte de masse correspondant aux états plus sec testés auparavant peuvent alors être calculés.

- **Pour les échantillons dégradés par cycles de gel/dégel**

Les cycles de gel/dégel sont réalisés dans une enceinte humide. Les échantillons ont été testés une seule fois après 35 cycles. Ils sont alors encore saturés (perte de masse 0%). Après 200 cycles, les échantillons ont été laissés à l'air ambiant (40-60% HR) durant 1 mois afin de les sécher partiellement. Une première caractérisation non destructive a alors été réalisée. Ils ont alors été mis en saturation sous vide jusqu'à stabilisation de leur masse et caractérisés à l'état saturé

La démarche adoptée pour étudier l'influence de l'eau sur les paramètres non-linéaire du béton (essais d'abord réalisés pour l'état le plus sec, puis mise en saturation sous vide) permet de s'affranchir d'un risque de fissuration causée par le séchage des échantillons, qui viendrait biaiser les comparaisons effectuées.

4.4 Bétons de laboratoire dégradés par la RAS

4.4.1 Formulation

Deux gâchées ont été réalisées, l'une contenant du calcaire Spratt comme gravillon (noté mélange SP), l'autre contenant du grès de Potsdam (noté mélange PO). Les formulations employées sont similaires entre elles ainsi qu'à celles utilisés pour fabriquer les bétons soumis aux autres types de dégradation. La spécificité des bétons dégradés par la RAS est que des granules de soude (NaOH) ont été ajoutées à l'eau de gâchage afin de porter le pourcentage équivalent d'alcalins dans le béton à $5,63 \text{ kg/m}^3$. Les caractéristiques des formulations sont données dans le tableau 4.5.

| Gravillon utilisé | Mélange PO | Mélange SP |
|---|------------|------------|
| Rapport Gravillon/sable (en volume) | | 1/1 |
| E/C | | 0,5 |
| Contenu en ciment (kg/m^3) | | 450 |
| Gravillon (kg/m^3) | 812 | 850 |
| Sable (kg/m^3) | 621 | 621 |
| Eau (kg/m^3) | | 225 |
| $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ (kg/m^3) | | 5,63 |

Tableau 4.5 Caractéristiques des formulations de bétons dégradés par la RAS

Les éprouvettes ont été démoulées 24 heures après la gâchée, puis conservées dans une chambre humide (100%HR) à 21°C durant 28 jours.

Pour chaque mélange, des plots métalliques ont été fixés aux extrémités de 3 prismes ($75 \times 75 \times 300 \text{ mm}$) pour mesurer leur expansion. Les 29 autres échantillons fabriqués sont des cylindres ($100 \times 200 \text{ mm}$) destinés aux essais non destructifs, mécaniques, physico-chimiques, ainsi qu'aux examens pétrographiques (cf § 3.4.1)

4.4.2 Propriétés mécaniques à 28 jours

Le tableau 4.6 présente les propriétés mécaniques des mélanges SP et PO à 28 jours.

| | R _c (MPa) | R _t (MPa) | E (GPa) |
|------------|----------------------|----------------------|---------|
| Mélange SP | 38,5 | 3,4 | 30,5 |
| mélange PO | 34,2 | 3,6 | 22,5 |

Tableau 4.6 Propriétés mécaniques à 28 jours des bétons dégradés par la RAS

Etant donné que les mélanges SP et PO sont les mêmes au granulat près, les propriétés mécaniques du grès de Potsdam tendent à réduire assez nettement les propriétés du béton par rapport au calcaire Spratt. Par ailleurs, les propriétés du mélange SP sont inférieures à celle du mélange utilisé pour les bétons dégradés par chocs thermiques et cycles de gel/dégel (tableau 4.4). Cette différence est attribuée à l'ajout de soude dans l'eau de gâchage du mélange SP, pouvant rendre la pâte de ciment plus réticulaire et poreuse [Smaoui et al., 2005].

4.4.3 Entreposage des échantillons

Suite aux 28 jours de cure humide, les éprouvettes ont été entreposées dans des contenants hermétiques, placées verticalement sur une grille métallique au-dessus de quelques centimètres d'eau, le tout étant maintenu à 38°C. Afin de minimiser le lessivage des alcalins causé par les gouttes d'eau tombant du couvercle, les éprouvettes ont été recouvertes d'un sac plastique maintenu ouvert par le dessous (fig 4.7).



Figure 4.7 Entreposage des éprouvettes

4.5 Bétons de l'écluse Côte Sainte-Catherine

L'écluse Côte Sainte-Catherine (fig. 4.8), fait partie des 7 écluses de la Voie maritime du Saint-Laurent, située entre l'océan Atlantique et le lac Ontario (figure 4.9). Ses dimensions sont : 225,5 m de longueur (porte à porte), 24,4 m de largeur et 9,1 m de profondeur.



Figure 4.8 Vue aérienne de l'écluse Côte Sainte Catherine



Figure 4.9 Voie maritime du Saint Laurent

Une série d'études menée depuis 2002 a permis de mesurer les propriétés de carottes de forage extraites de l'écluse [Rivard, 2006]. Le tableau 4.5 donne les valeurs limites et les moyennes obtenues pour les propriétés mécaniques.

| | |
|-----------------------------------|-------------|
| Résistance à la compression (MPa) | 31,2 - 37,3 |
| <i>Moyenne</i> | <i>34,7</i> |
| Résistance à la traction (MPa) | 3,1 - 4,9 |
| <i>Moyenne</i> | <i>4</i> |
| Module d'Young (GPa) | 23,3 - 35,3 |
| <i>Moyenne</i> | <i>29,1</i> |

Tableau 4.7 Propriétés mécaniques de bétons issus de l'écluse Côte Sainte Catherine

La teneur en $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ du béton a été estimée à $4,49 \text{ kg/m}^3$ par lixiviation à l'eau chaude [Gaudreault, 2000]. Enfin, des essais d'expansion à 38°C en air humide (expansion résiduelle) et dans NaOH à 1M (expansion absolue) ont donné des vitesses d'expansion de $0,013\%/an$ en expansion résiduelle et $0,077\%/an$ en expansion absolue [Rivard, 2006].

CHAPITRE 5

DÉGRADATION PHYSICO-CHIMIQUE DES GRANULATS EN MILIEU RÉACTIONNEL MODÈLE

5.1 Introduction

Le chapitre 5 présente une approche physico-chimique, préliminaire aux travaux sur béton, des principaux granulats étudiés dans cette thèse : le calcaire Spratt (calcaire argileux contenant de la silice réactive) et le grès de Potsdam. La structure très différente de ces granulats a été présentée dans le chapitre précédent (Matériaux).

Cette approche préliminaire se déroule en deux temps pour l'étude d'un granulats donné :

- Dans un premier temps, valider si les caractéristiques physico-chimiques du granulats sont compatibles avec les techniques de caractérisation disponibles.
- Dans un deuxième temps, si la première étape est validée, analyser si la dégradation du granulats en milieu réactionnel modèle génère une altération significative de ses propriétés physico-chimiques.

Le milieu réactionnel modèle consiste à placer le granulats broyé (granulométrie : 0,16/0,63mm) en présence des autres réactifs nécessaires au développement de la RAS (hydroxydes alcalins et chaux) et à une température de 80°C. Le principe de l'analyse est détaillé au paragraphe 3.2. L'altération d'un granulats dans de telles conditions n'est pas représentative de l'altération pouvant être générée dans du béton, les taux de dégradation étant largement amplifiés et les cinétiques de réaction pouvant être changées [Bulteel, 2000 ; Moundougou, 2010b]. Cela montre plutôt le potentiel maximal de réactivité et d'altération du granulats. Cette approche permet néanmoins une première analyse sur la possibilité de mesurer l'altération physico-chimique du granulats : si les dégradations mesurées en milieu réactionnel modèle ne sont pas significatives (par rapport à la précision des différents appareils de mesure), la méthode d'analyse physico-chimique ne sera vraisemblablement pas exploitable dans le cas d'une étude sur du béton.

5.2 Cas du calcaire argileux Spratt

5.2.1 Validation de l'attaque chimique et mesure des caractéristiques physico-chimiques

Le tableau 5.1 montre la différence de composition entre le calcaire siliceux argileux Spratt à l'état brut et le résidu insoluble issu de l'attaque acide (300mL à 1M), exprimée en pourcentage massique par oxyde.

La très faible portion de calcium indique que l'attaque a bien dissout la matrice calcaire du granulat, le taux de calcite résiduelle est considéré comme négligeable. Le taux d'aluminium indique en revanche que les argiles (illite et/ou kaolinite) n'ont pas été entièrement éliminées.

| | SiO ₂ | CaO | MgO | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | K ₂ O | Na ₂ O | Perte au feu |
|--------------------------------|------------------|-------|------|--------------------------------|--------------------------------|------------------|-------------------|--------------|
| Avant attaque acide | 9,86 | 44,02 | 1,51 | 0,97 | 0,44 | 0,16 | 0,08 | 39,49 |
| Après attaque acide | 85,54 | 0,17 | 0,96 | 4,73 | 1,63 | 0,86 | Traces | 2,87 |

Tableau 5.1 Composition chimique du calcaire Spratt avant et après attaque acide

Dans la suite de l'étude, il sera considéré que la structure des minéraux argileux résiduels reste stable au cours de la RAS et n'intervient pas dans les changements physico-chimiques mesurés. Lors d'une étude précédente portant sur deux calcaires siliceux contenant des argiles, des mesures en résonance magnétique nucléaire de l'aluminium ont pu démontrer la stabilité de l'illite (figure 5.1) [Monnin, 2005].

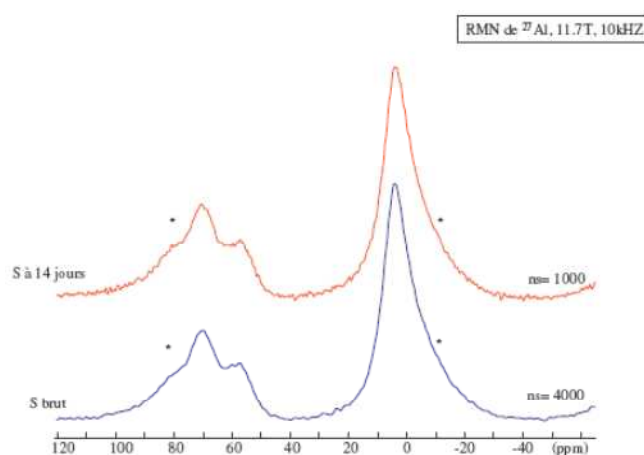


Figure 5.1 RMN de l'aluminium sur un calcaire siliceux contenant de l'illite à avant et après 14 jours en milieu réactionnel modèle, d'après [Monnin, 2005]

Le volume poreux du résidu insoluble (après attaque acide) est d'environ 23 cm³/g. La distribution de la porosité mesurée est présentée figure 5.2. Le volume absolu est de 390 mm³/g et la perte de masse entre 200°C et 1100°C est de 2,87%.

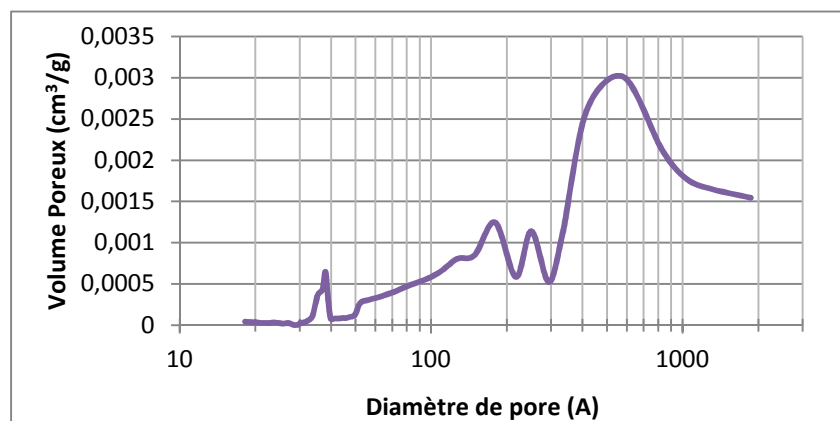


Figure 5.2 Distribution poreuse du résidu insoluble à l'acide chlorhydrique (calcaire Spratt)

Il est important de noter qu'au cours de cette étude ainsi que dans l'ensemble travaux présentés dans la thèse, **les variables d'avancement physico-chimiques (volume absolu, volume poreux, perte de masse ATG) sont toujours mesurées sur les phases siliceuses du granulat (résidu insoluble issu de l'attaque acide) et non sur l'ensemble du granulat (calcaire argileux).**

5.2.2 Suivi des propriétés physico-chimiques en milieu réactionnel modèle

La figure 5.3 donne l'évolution des volumes absolu et poreux massiques suivant le temps passé en milieu réactionnel. Le volume absolu subit une hausse régulière sur 168 heures, tandis que l'évolution de volume poreux présente une allure logarithmique. Le volume poreux est très clairement le paramètre le plus sensible à la dégradation subie puisqu'il présente une augmentation de 380% après 168 heures, tandis que le volume absolu augmente dans le même temps de 15%.

Les variations physiques observées sont considérées de manière globale à travers le changement de volume apparent du résidu insoluble (figure 5.4), qui subit une hausse de l'ordre de 40%, après 168h de dégradation. Cette hausse est considérable par rapport à celles mesurées précédemment sur deux autres calcaires siliceux, qui atteignaient respectivement 10% et 13% [Monnin *et al.*, 2006]; elle se rapproche en revanche de celle observée sur du silex (+47%) [Riche, 2003]. Du point de vue de l'analyse en milieu réactionnel modèle, les phases siliceuses contenues dans le calcaire Spratt se présentent donc comme très réactives. Compte tenu de l'expérience

accumulée par l'étude d'autres types de granulats [Riche, 2003 ; Monnin, 2005 ; Moundougou, 2010b], il apparait vraisemblable qu'une dégradation de ces phases pourra être observée lors de l'étude de la RAS dans le béton (chapitre 7).

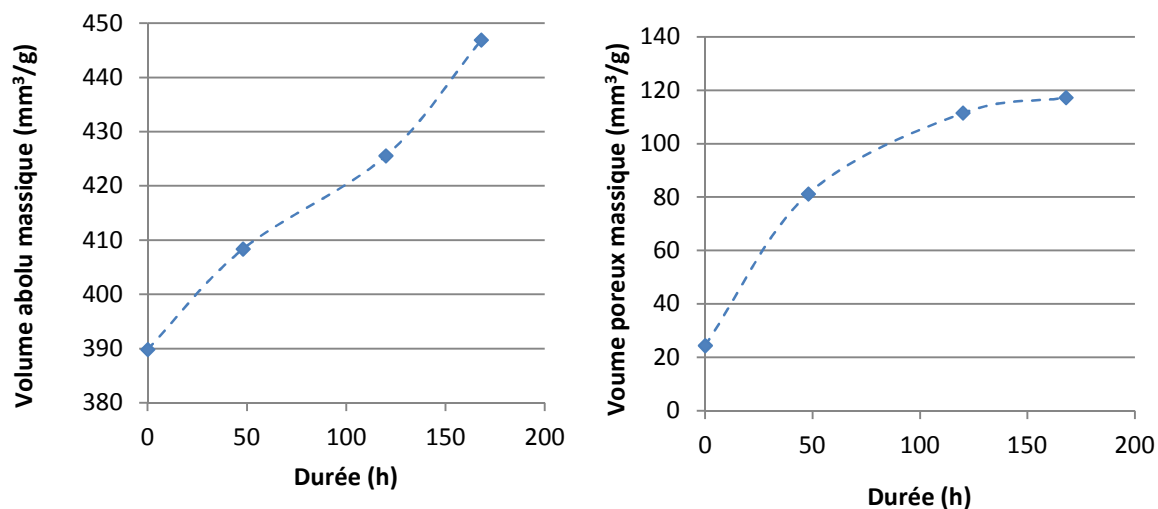


Figure 5.3 Variations des volumes absolu et poreux massiques en fonction du temps passé en milieu réactionnel

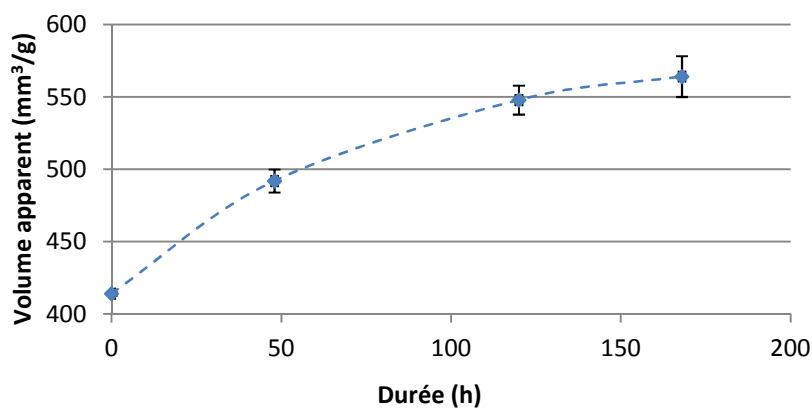
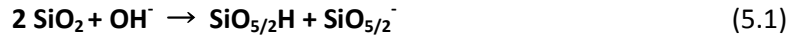


Figure 5.4 Variation du volume apparent massique en fonction du temps passé en milieu réactionnel

Les changements de volume absolu et poreux massiques sont attribués à la dégradation chimique des parties siliceuses réactives du résidu analysé (composé de silice et de restes d'argiles). La dégradation chimique de la silice réactive par la RAS consiste en deux étapes principales [Garcia-Diaz et al., 2006]:

- 1) l'amorphisation (attaque des siloxanes conduisant à une transition structurale de type $Q_4 \rightarrow Q_3$) :



- 2) la dissolution (transitions $Q_3 \rightarrow Q_0$) de la silice :



Le phénomène d'amorphisation est mesuré indirectement par analyse thermogravimétrique (voir §3.2) à partir de la perte de masse entre 200°C et 1100°C (figure 5.5). Étant donné que le résidu analysé n'est pas exclusivement constitué de silice, d'autres phases minérales peuvent contribuer à la perte de masse. Aussi, les pertes de masse mesurées ne permettent pas de quantifier directement la quantité de Q_3 présents dans le matériau. Il est en revanche possible d'évaluer l'augmentation ou la réduction du taux de Q_3 en suivant les variations de perte de masse par rapport à l'état brut (non dégradé). Cette évaluation indirecte est conditionnée par l'hypothèse que la quantité, la composition et la structure des minéraux accessoires (autres que la silice à savoir les argiles) restent relativement stables sur l'ensemble des mesures (indépendamment de l'échantillon analysé et de l'échéance), conformément aux résultats de RMN présentés sur la figure 5.1. Il est alors considéré que leur contribution aux pertes de masse mesurées ne varie pas significativement au fil des mesures.

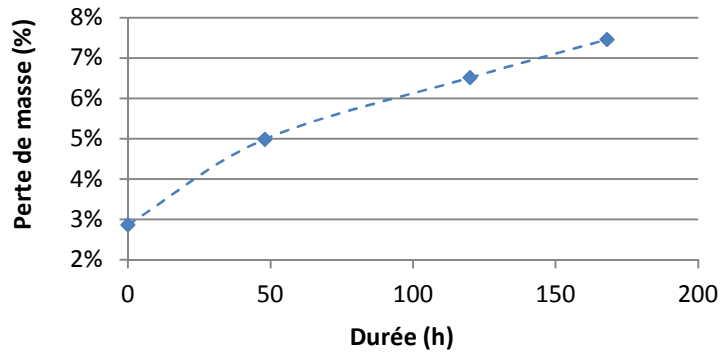


Figure 5.5 Perte de masse (par ATG) du résidu insoluble en fonction du temps passé en milieu réactionnel

La perte de masse présente une augmentation marquée au fil de la réaction, principalement attribuée à une augmentation du taux de Q_3 . Cette évolution peut être reliée avec celle du volume apparent (figure 5.6).

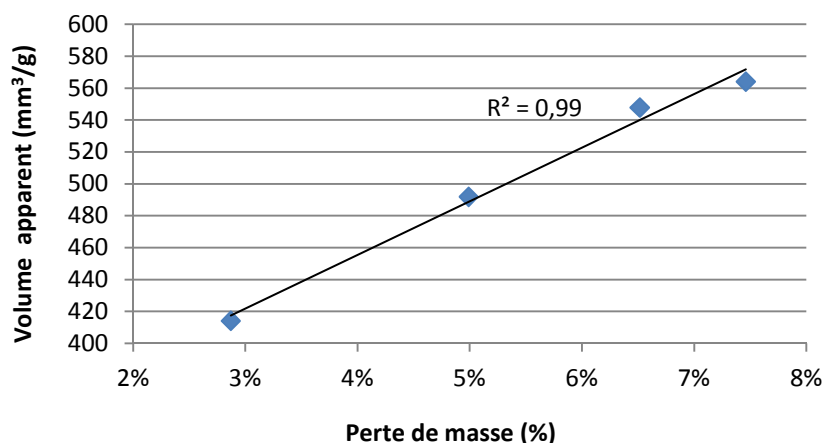


Figure 5.6 Relation entre perte de masse et volume apparent

La figure 5.6 suggère que, conformément à des observations déjà réalisées sur différents calcaires siliceux [Monnin, 2005] et du silex [Bulteel, 2000 ; Garcia-Diaz et al., 2006], l'amorphisation de la silice réactive causée par l'attaque des ions hydroxydes (équation 5.1) conduit à l'augmentation de son volume apparent. La dissolution de la silice joue également un rôle dans l'augmentation du volume apparent, celle-ci a principalement une influence sur l'augmentation du volume poreux. Néanmoins, la dissolution présente un lien direct avec l'amorphisation (équations 5.1 et 5.2) et semble ne pas biaiser la relation claire entre perte de masse et volume apparent visible sur la figure 5.6.

5.3 Cas du grès de Potsdam

5.3.1 Mesures des propriétés du granulat brut

Une attaque acide est réalisée (cf §3.2.2) afin de reproduire des conditions similaires à l'étude en milieu réactionnel modèle. Le volume absolu du résidu insoluble à l'acide est d'environ 380 mm³/g (masse volumique de 2,63 g/cm³).

La texture du matériau pose en revanche des difficultés à mesurer son volume poreux par la méthode de désorption d'azote (méthode B.J.H. [Barrett et al., 1951b]). La taille des pores du grès de Potsdam n'entre pas dans la gamme de mesure proposée (diamètre de 17Å à 3000Å), il en résulte une incapacité à estimer le volume poreux via cette technique.

Une alternative consiste à mesurer le volume poreux à l'aide d'un porosimètre à mercure, capable de mesurer des pores dont la taille est de l'ordre du micron, voire la centaine de microns. Cette solution a été rejetée dans le cadre de la présente étude car la mesure de porosité au

mercure est une méthode destructive. Or, le protocole d'analyse employé permet de mesurer le volume absolu, le volume poreux puis la perte de masse en ATG pour un même échantillon.

Aussi, il a été envisagé de ne suivre la dégradation du grès de Potsdam qu'en utilisant 2 des 3 variables physico-chimiques généralement utilisées : le volume absolu et la perte de masse entre 200°C et 1100°C. Des essais en milieu réactionnel modèle ont été réalisés afin de déterminer si cette approche est viable.

5.3.2 Dégradation du granulat en milieu réactionnel modèle

Etant donné les résultats de l'essai « Microbar » (utilisant une granulométrie 0,16/0,63mm) classant le grès de Potsdam comme non réactif (chapitre 4) et les conclusions de Lu et *al.* attribuant ce type de résultats à la granulométrie employée (le broyage, tamisage et lavage du granulat éliminerait une grande partie de la silice réactive) [Lu et *al.*, 2006a], il a été choisi de réaliser l'essai en milieu réactionnel en utilisant une granulométrie comprise entre 1 et 2,5mm. Les observations du grès en microscopie optique (chapitre 4) ont permis de constater que la taille des grains de quartz est comprise entre 50 µm et 800µm pour le grès étudié. Aussi, la nouvelle granulométrie utilisée doit permettre de conserver une plus grande partie de silice réactive présente dans les joints de grains par rapport à la granulométrie généralement utilisée pour cette étude (0,16-0,63mm).

L'étude de la dégradation du grès de Potsdam en milieu réactionnel modèle s'est cependant heurtée à nouveau à la structure spécifique du granulat (figure 4.4). En effet, la silice intergranulaire réactive se dissout progressivement au cours de l'essai jusqu'à ce que le matériau soit réduit à l'état de grains de quartz (figure 5.7). Ce type de dissolution a déjà pu être observé en plongeant du grès de Potsdam dans de la soude (1M) à 80°C [Rivard, 2002]. Des études en milieu réactionnel modèle sur du silex avaient néanmoins montré que l'ajout de chaux dans le milieu permettait de freiner le processus de dissolution au profit d'une amorphisation de la silice réactive [Riche, 2003]. Dans le cas du grès de Potsdam, la présence de chaux n'a manifestement pas influencé significativement la dissolution de la silice réactive. Aussi, la prédominance totale de la dissolution de la silice sur son amorphisation et la désagrégation du granulat qui s'ensuit rend un suivi physico-chimique peu pertinent car **les variables mesurées portent alors sur les grains de quartz restant et non sur la silice intergranulaire réactive**. La perte de masse du résidu insoluble, initialement très faible (environ 0,4%), tend à se réduire encore jusqu'à 0,2%, suggérant la baisse du taux de Q₃ dans le matériau (les Q₃ initialement présents dans la silice réactive ayant été dissouts). Le volume absolu reste par ailleurs stable à 380mm³/g.

Les pertes de masse dans le milieu réactionnel entre la quantité de granulat introduit en autoclave (1g) et la quantité récupérée sont de l'ordre de 6,8%. Ces pertes correspondent à la quantité de silice dissoute, considérée comme la silice réactive contenue dans le granulat.

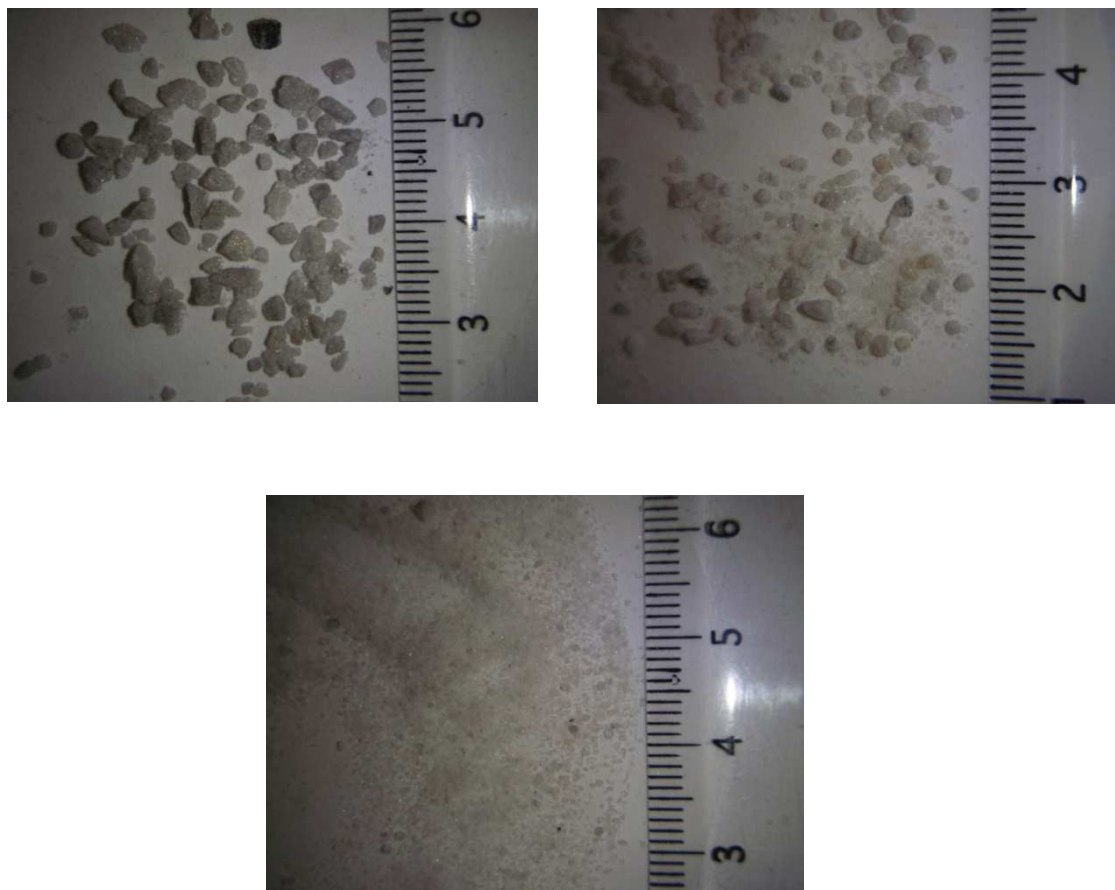


Figure 5.7 Observation du grès de Potsdam à l'état initial (a), après 72 heures (b) et 168 heures (c) de dégradation en milieu réactionnel modèle

Les difficultés rencontrées à caractériser la dégradation du grès de Potsdam lors d'essais en milieu réactionnel modèle viennent confirmer la spécificité du grès de Potsdam face aux essais accélérés en laboratoire. Il apparaît néanmoins que ce « problème » n'est pas uniquement dû à la granulométrie utilisée lors de ces tests [Lu et al., 2006a]. Les changements de mécanismes réactionnels induits par les fortes concentrations en alcalins et la température semblent également jouer un rôle prépondérant en favorisant une mise en solution trop rapide de la silice réactive par rapport aux cinétiques de dégradation réelles. La mise en solution rapide de la silice peut aussi être attribuée à une très grande réactivité de celle-ci : un réseau siliceux très riche en silanols facilite l'attaque des hydroxydes alcalins. Cette grande réactivité expliquerait les

gonflements importants observés sur des ouvrages en service, lorsque les conditions permettent une dégradation plus lente de la silice réactive.

Une étude pour adapter le milieu réactionnel modèle aux spécificités du grès de Potsdam faisant varier granulométrie, concentration en alcalins, quantité de chaux ajoutée et température pourrait permettre de mieux comprendre son processus de dégradation au cours de la RAS. Néanmoins, le temps nécessaire, les incertitudes sur l'issue de cette étude et les problèmes liés aux mesures de variables physico-chimiques dans le cas d'une étude ultérieure sur béton ont amené à ne pas inclure l'analyse physico-chimique du grès de Potsdam dans la suite de ces travaux.

5.4 Conclusion

L'analyse physico-chimique du calcaire Spratt et du grès de Potsdam ont révélé des comportements très différents face à la dégradation causée en milieu réactionnel modèle.

Dans le cas du calcaire Spratt, une dégradation significative des phases siliceuses du granulat a pu être observée (augmentation de 40% du volume apparent, augmentation de 4,6% de la perte de masse). La relation entre l'augmentation du taux de Q_3 (estimée indirectement) et celle du volume apparent présente des résultats cohérents avec le modèle de gonflement granulaire développé depuis plusieurs années à l'EMD et éprouvé sur 5 types de granulats différents [Bulteel, 2000 ; Monnin, 2005 ; Garcia-Diaz et al., 2006 ; Moundougou, 2010b]. Le calcaire Spratt semble donc en mesure d'être étudié avec succès lors d'essais de dégradation plus proches de conditions réelles de développement de la RAS (bétons de laboratoire étudiés au chapitre 7).

Le grès de Potsdam pose en revanche de nombreux obstacles à une analyse de sa dégradation par la méthode du milieu réactionnel modèle. La forte dissolution de la silice réactive causée par les changements de mécanisme réactionnel (température élevée, apport important d'hydroxydes alcalins) ne permet pas de suivre correctement sa dégradation au cours d'essais accélérés. Par ailleurs, la structure naturelle du granulat (taille des pores, faible proportion de silice réactive) le rend peu propice à une analyse par les méthodes de caractérisation employées. Il a par conséquent été choisi de ne pas poursuivre l'étude des variables d'avancement physico-chimiques du grès de Potsdam dans le cadre d'essais sur bétons de laboratoire.

Ce cas d'étude permet de démontrer une limitation de l'approche employée, à savoir que certaines formes de silice réactive présentent des évolutions n'entrant pas dans la gamme de mesure des variables physico-chimiques.

CHAPITRE 6

CARACTÉRISATION DE BÉTONS ENDOMMAGÉS PAR CHOCs THERMIQUES ET CYCLES DE GEL/DÉGEL À L'AIDE DE MÉTHODES ACOUSTIQUES NON LINÉAIRES

6.1 Introduction

Les résultats et analyses présentés dans ce chapitre correspondent à la partie du programme expérimental introduite dans le paragraphe 3.3.

Trois méthodes acoustiques non linéaires sont étudiées : la résonance en dynamique rapide, la résonance en dynamique lente et la méthode d'interaction d'ondes. Chacune a été utilisée pour caractériser la dégradation des bétons endommagés par chocs thermiques et/ou par des cycles de gel/dégel (§ 4.3).

La littérature montre qu'il existe de nombreux paramètres expérimentaux permettant de caractériser la non-linéarité du béton (§2.3). L'objectif général de ce chapitre est de comparer une série de paramètres non-linéaires, issus des 3 méthodes présentées, afin de déterminer s'ils montrent tous la même sensibilité à l'endommagement du béton. L'influence de l'eau dans le béton sur ces paramètres est également discutée.

Néanmoins, que ce soit dans la littérature ou au sein du GRAI, les connaissances et les développements apportés jusqu'à présent diffèrent suivant la méthode considérée. Aussi, chacune fait l'objet d'un paragraphe et de sous-objectifs spécifiques.

Notons enfin qu'un premier paragraphe permet de caractériser l'endommagement des bétons étudiés à l'aide de paramètres non destructifs linéaires (UPV et E_{dyn}). La mesure de ces paramètres étant maîtrisée et normalisée, leurs variations serviront de référence pour de suite de l'étude.

6.2 Caractérisation de l'endommagement des bétons par méthodes acoustiques linéaires

La figure 6.1 représente les variations moyennes (sur 4 échantillons différents) de la vitesse des ondes ultrasonores « UPV » et du module d'élasticité dynamique « E_{dyn} » entre la caractérisation initiale (état 0) et les différents états de dégradation provoqués (présentés au paragraphe 3.3.1). Pour rappel, la notation « T » fait référence à un endommagement par chocs thermiques, « G » fait référence aux cycles de gel/dégel

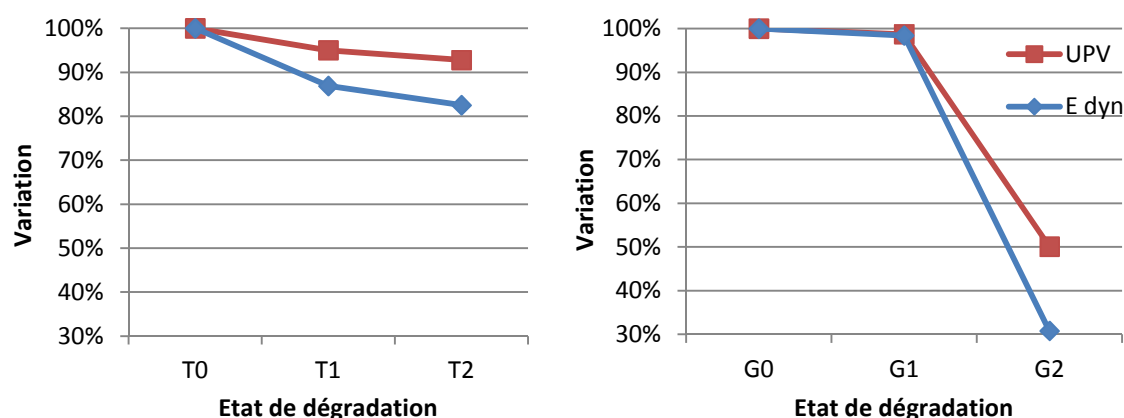


Figure 6.1 Variation des paramètres acoustiques linéaires suite aux chocs thermiques (a) et cycles de gel/dégel (b)

Les différents chocs thermiques ont provoqué des baisses progressives de UPV et E_{dyn} . L'ensemble des dégradations a provoqué des diminutions moyennes de 7% pour UPV et de 17% pour E_{dyn} (état T2).

Les cycles de gel/dégel ont provoqué une très faible altération des propriétés mesurées (1% de UPV et 2% de E_{dyn}) après 35 cycles (état G1), la dégradation est en revanche très importante après 200 cycles (état G2) avec des baisses respectives de 50% et 70% de UPV et E_{dyn} .

Les différents cas de dégradation pris en compte permettent de considérer, en plus d'une caractérisation initiale (G0 et T0), 4 états d'endommagement relativement distincts. Classés par ordre croissants d'endommagement, il s'agit de : G1, T1, T2, G2. Ces données serviront de référence non destructive à l'étude de la dégradation des bétons. Elles appuient par ailleurs des travaux récents montrant que E_{dyn} est plus sensible à la dégradation du béton que UPV et se présente comme un paramètre non destructif de référence à privilégier [Sargolzaoui *et al.*, 2010a].

Les figures 6.2 et 6.3 donnent un aperçu de l'apparence des bétons aux états T2 et G2 afin d'illustrer certaines différences entre les deux types de dégradation.

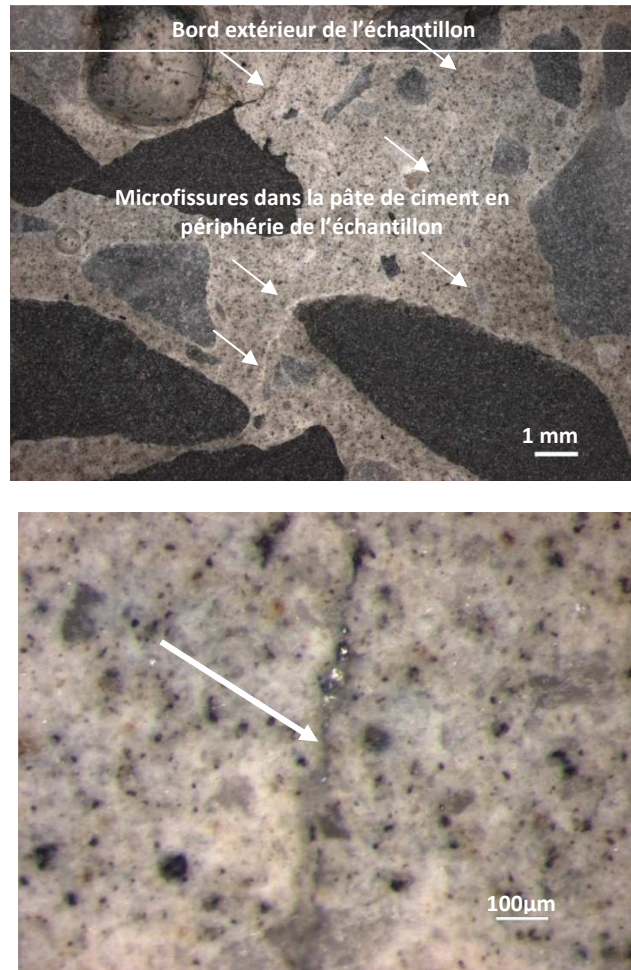


Figure 6.2 Fissures dans la pâte de ciment après deux chocs thermiques (état T2) - baisse de 7% de UPV



Figure 6.3 Coupe d'un échantillon après 200 cycles de gel/dégel (état G2) – baisse de 50% de UPV

Dans le premier cas (figure 6.2), des fissures de petite taille (ouverture de l'ordre du micron) sont orientées de manière aléatoire dans la pâte de ciment, principalement en périphérie de l'échantillon où le gradient thermique causé par un refroidissement rapide a été le plus intense. Dans le cas G2 (figure 6.3), l'écaillage sévère du béton (désagrégation de surface) ne

permet pas d'effectuer des observations pétrographiques en microscopie optique car les phases de découpe et de polissage amplifient largement la dégradation déjà présente. En effet, un large réseau de fissures est visible en surface de l'échantillon mais c'est l'étape de découpe qui conduit à la désagrégation de surface observée sur la figure 6.3. Aussi, il a clairement été observé que l'état de dégradation G2 est beaucoup plus avancé que les 3 cas précédents.

6.3 Méthode de résonance en dynamique rapide

Ce paragraphe traite de la technique de caractérisation introduite dans le paragraphe 2.3.2 (revue de littérature), le dispositif employé est présenté dans le paragraphe 3.3.2 (programme expérimental).

Les objectifs spécifiques de cette partie sont d'apporter des éléments de réponse à certaines questions peu traitées dans la littérature :

- La littérature relate l'utilisation possible d'au moins 6 paramètres non-linéaires (relatifs au décalage fréquentiel, à l'atténuation et à la génération d'harmoniques – voir § 2.3.2) pour analyser les résultats d'une expérience de résonance en dynamique rapide ; existe-t-il une différence de sensibilité à l'endommagement du béton entre ces différents paramètres, évoluent-ils de la même manière au cours de la dégradation du béton?
- Sur des lots d'échantillons supposés équivalents (mêmes propriétés linéaires), quel est l'impact de la dispersion des mesures non linéaire ?
- Parmi les différents paramètres non linéaires relatifs à la génération d'harmoniques répertoriés dans la littérature, y'a-t-il des distinctions entre ceux issus de la théorie non linéaire classique et ceux issus de la théorie non classique?
- Quel est l'influence de la teneur en eau du béton (très peu de données disponibles) sur ses propriétés non linéaires, cette influence est-elle la même indépendamment de l'état d'endommagement du béton ?

Pour rappel, les différents paramètres introduits dans la revue de littérature et comparés dans cette étude sont définis tels que :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \alpha_f \cdot \Delta \varepsilon \quad \longrightarrow \quad \text{Décalage fréquentiel}$$

$$\frac{1}{Q} - \frac{1}{Q_0} = \alpha_Q \cdot \Delta \varepsilon \quad \longrightarrow \quad \text{Atténuation non linéaire}$$

$$\alpha_{h3} = \frac{\Delta A_3}{\Delta A_1^2} \quad \alpha_{h5} = \frac{\Delta A_5}{\Delta A_1^2} \quad \longrightarrow \quad \begin{array}{l} \text{Génération d'harmoniques} \\ \text{Théorie non-linéaire non classique} \end{array}$$

$$\beta = \frac{\Delta A_2}{\Delta A_1^2} \quad \delta = \frac{\Delta A_3}{\Delta A_1^3} \quad \longrightarrow \quad \begin{array}{l} \text{Génération d'harmoniques} \\ \text{Théorie non-linéaire classique} \end{array}$$

6.3.1 Sensibilité à l'endommagement

Les valeurs présentées dans ce paragraphe ont été mesurées sur les échantillons à l'état saturé.

Les deux graphiques de la figure 6.4 comparent les variations moyennes (sur 4 échantillons par stade de dégradation) des différents paramètres acoustiques linéaires et non linéaires traités en fonction des 4 stades de dégradation définis dans le paragraphe 6.2.

L'apparition de fissures dans le béton entraîne une augmentation substantielle de la non-linéarité. Aussi, afin de faciliter la comparaison entre les données linéaires et non linéaires, les variations des paramètres linéaires, qui correspondent normalement à des diminutions, sont représentées comme des augmentations. De plus, étant donné les fortes variations observées pour les paramètres non-linéaires, l'ensemble des variations n'est pas représenté en pourcentage mais en ratio. Par exemple, les ratios initiaux, égaux à 1 ne sont pas représentés (états T0 et G0). A l'état T1, E_{dyn} diminue de 13%, cette variation est représentée dans la figure 6.4 par une valeur de 1,13.

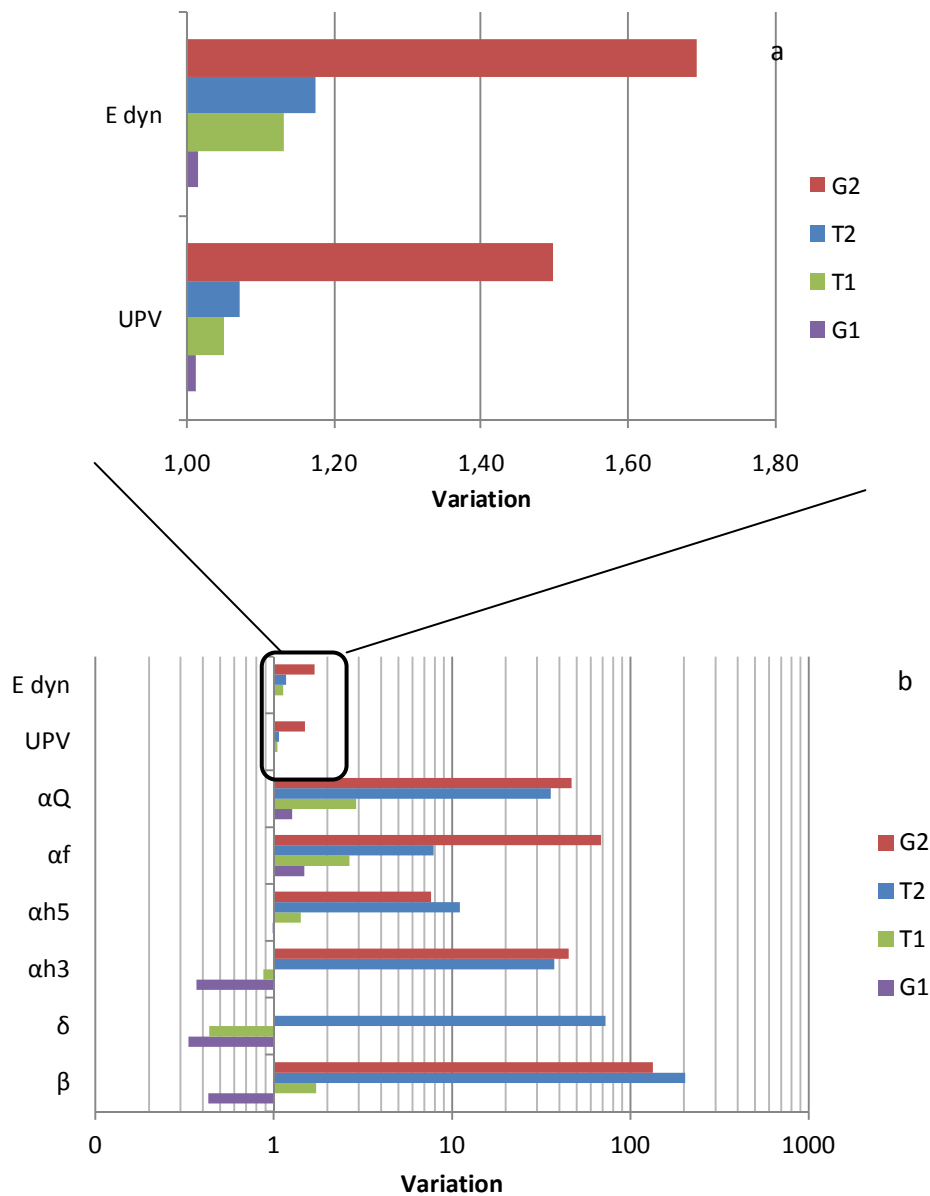


Figure 6.4 Variation des paramètres non destructifs suivant l'état de dégradation des bétons

La figure 6.4b montre la différence d'échelle existant entre les variations de paramètres linéaires et celles des paramètres non linéaires. Il apparaît que α_f est le paramètre non linéaire permettant de distinguer le mieux les 4 stades de dégradation des bétons. Sa grande sensibilité à la fissuration s'avère particulièrement utile pour les faibles dégradations. Par exemple, lorsque UPV est réduite de 1% (état G1), α_f augmente de 49%. De même, quand UPV baisse de 5% (état T1), sa valeur moyenne est encore de 4340 m/s, ce qui correspond à un béton considéré comme de bonne qualité (cf tableau 2.1). L'augmentation de α_f de 166% permet cependant d'affirmer indubitablement que de la microfissuration est apparue dans le matériau et a modifié son comportement élastique.

Le paramètre α_Q montre également de fortes variations pour les faibles endommagements (+27% pour G1 et +190% pour T1) mais semble atteindre un seuil puisqu'il n'y a pas de différence notable entre les états T2 et G2, alors que les figures 6.2 et 6.3 montrent qu'il existe une grande différence entre ces deux états de dégradation.

Les résultats sur les paramètres relatifs à la génération d'harmoniques sont mitigés. En effet, l'ensemble de ces paramètres subit une baisse pour l'état G1. A l'état T1, les paramètres δ et α_{h3} (tous deux relatifs à l'évolution de la 3^e harmonique) ne présentent toujours pas de hausse. En revanche, l'ensemble de paramètres présente des augmentations très importantes pour les états de dégradation plus avancés (T2 et G2), allant d'un facteur 10 à un facteur 200 par rapport à l'état initial. Cependant, il semble exister également un effet de seuil pour l'ensemble de ces 4 paramètres puisque qu'aucun écart significatif ne différencie les états T2 et G2.

D'après cette première série d'essais, il semblerait que les différentes manifestations de la non-linéarité du béton observables lors d'essais de résonance en dynamique rapide (décalage fréquentiel, atténuation, génération d'harmoniques) n'aient pas nécessairement les mêmes origines physiques. Le décalage fréquentiel - estimé par le paramètre α_f - et l'atténuation non-linéaire - estimée par le paramètre α_Q - permettent de suivre quantitativement la dégradation progressive du béton pour de faibles états d'endommagement. Ces paramètres paraissent représentatifs de la non-linéarité globale du matériau. La génération d'harmonique semble en revanche marquée par un phénomène de seuil. Ce seuil pourrait correspondre à une caractéristique de fissuration (quantité, longueur, largeur, rugosité?) à partir duquel la génération d'harmoniques est largement amplifiée.

6.3.2 Dispersion des mesures

La dispersion des résultats représente un aspect important mais pourtant peu évoqué dans l'étude des méthodes acoustiques non linéaires. Elle est principalement attribuable à l'incertitude des méthodes de mesure et à **l'hétérogénéité des différents échantillons testés**. Le tableau 6.1 présente les valeurs moyennes obtenues sur les mesures linéaires ainsi que les coefficients de variation (Cv) associés. Les valeurs correspondent à des mesures sur 4 échantillons différents pour chaque état de dégradation (8 échantillons pour l'état T0-G0). Il est ainsi permis **de fixer un ordre de grandeur à la dispersion des résultats dans le cas d'essais normalisés**.

| | | Etat d'endommagement | | | | |
|--------------------|-------------|----------------------|-------|-------|-------|-------|
| | | T0-G0 | G1 | T1 | T2 | G2 |
| UPV (m/s) | Moyenn e | 4 584 | 4 535 | 4 345 | 4 243 | 2 300 |
| | Cv | 0,7% | 1,0% | 0,6% | 2,0% | 47,6% |
| E_{dyn} (GPa) | Moyenn e | 37,3 | 36,8 | 32,4 | 30,7 | 11,5 |
| | Cv | 1,6% | 0,8% | 2,5% | 6,0% | 39,4% |

Tableau 6.1 Moyennes et coefficients de variation sur les mesures de UPV et E_{dyn}

À l'état T0-G0, l'état des différents échantillons est considéré comme équivalent car tous sont issus d'une même gâchée. Les coefficients de variations associés, représentant la dispersion des valeurs sur 8 échantillons différents, montrent effectivement une assez bonne homogénéité des bétons.

Au cours de la dégradation progressive des bétons, l'augmentation des coefficients de variation est attendue car l'endommagement crée une fissuration aléatoire qui augmente l'hétérogénéité entre les différents échantillons. La relation entre la dégradation moyenne des bétons et les coefficients de variation correspondant présente une allure linéaire (figure 6.5). Une nouvelle fois, les valeurs très élevées de Cv à l'état G2 suggèrent que la dégradation est beaucoup plus marquée que dans les autres cas.

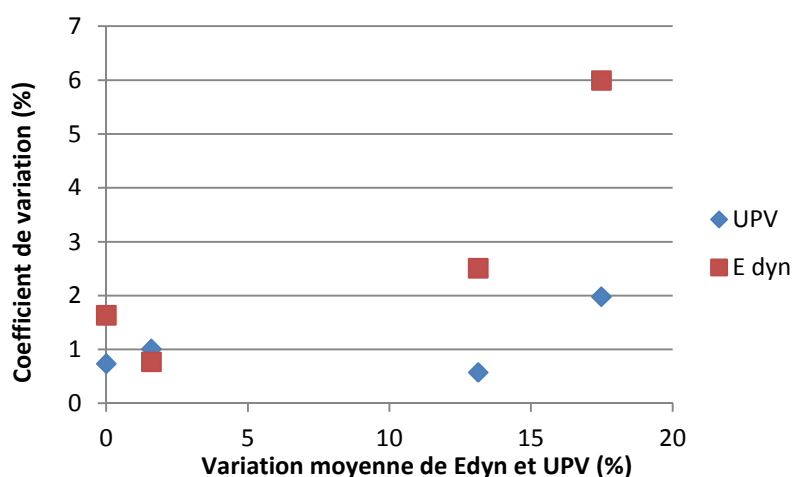


Figure 6.5 Relation entre dégradation des bétons et coefficients de variation

Les coefficients de variation des mesures non linéaires sont présentés dans le tableau 6.2.

| | | Etat d'endommagement | | | | |
|---------------|---------|----------------------|----------|----------|----------|----------|
| | | T0-G0 | G1 | T1 | T2 | G2 |
| α_f | Moyenne | 1 107 | 1 789 | 2 687 | 7 944 | 82 364 |
| | Cv | 13% | 18% | 20% | 25% | 88% |
| α_Q | Moyenne | 307 | 455 | 743 | 9 153 | 16 795 |
| | Cv | 60% | 44% | 25% | 60% | - |
| β | Moyenne | 4,99E+05 | 2,83E+05 | 5,87E+05 | 6,88E+07 | 8,82E+07 |
| | Cv | 40% | 32% | 35% | 22% | 135% |
| δ | Moyenne | 2,93E+11 | 7,52E+10 | 1,56E+11 | 2,60E+13 | 4,98E+14 |
| | Cv | 89% | 12% | 17% | 15% | 133% |
| α_{h3} | Moyenne | 1,27E+05 | 5,33E+04 | 9,54E+04 | 4,08E+06 | 6,50E+06 |
| | Cv | 61% | 9% | 6% | 61% | 85% |
| α_{h5} | Moyenne | 4,97E+04 | 4,53E+04 | 7,56E+04 | 5,89E+05 | 3,51E+05 |
| | Cv | 39% | 4% | 33% | 82% | 78% |

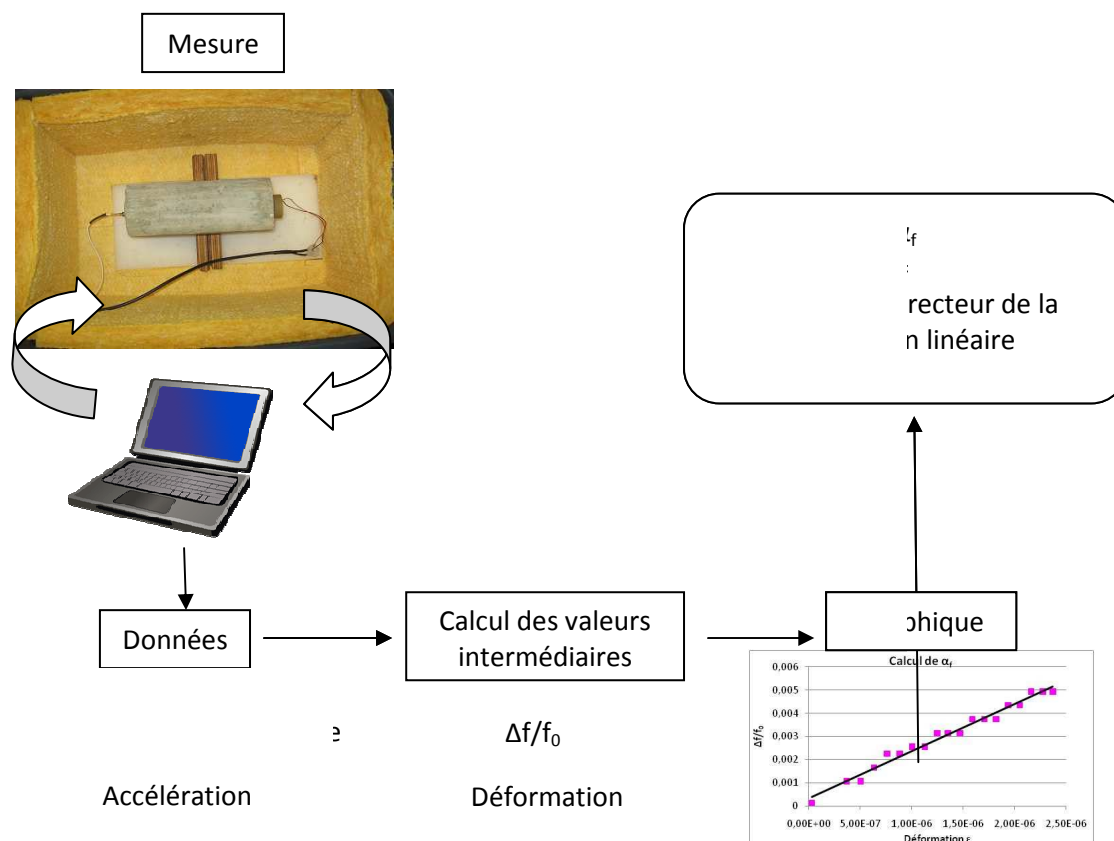
Tableau 6.2 Coefficients de variation sur les mesures non linéaires

Les coefficients de variation des mesures non linéaires sont globalement beaucoup plus élevés que ceux des mesures linéaires qui, en dehors de l'état G2, plafonnent à 6%. Cette différence est attribuable à chacun des deux principaux critères déjà évoqués :

- Une plus grande incertitude expérimentale et sur le calcul des valeurs

Les valeurs calculées sont en effet des mesures indirectes ayant subi plusieurs traitements numériques successifs, tel qu'illustré à la figure 6.6 pour le calcul du paramètre α_f . L'une des principales sources d'incertitudes provient du pas de fréquence choisi pour effectuer les balayages : plus ce pas est fin, plus la fréquence de résonance sera déterminée avec justesse. Il est toutefois nécessaire de faire un compromis entre précision de mesure et durée d'essai car la réduction du pas augmente la durée de balayage fréquentiel. Le pas employé dans cette étude est de 5Hz pour un balayage fréquentiel de 1000Hz. Cela a pour conséquence de rendre le calcul de α_f moins précis lorsque le décalage fréquentiel est faible (béton peu dégradé) car il existe alors un phénomène de paliers (voir graphique de la figure 6.6).

Le collage et le positionnement des capteurs (transducteur et accéléromètre) peuvent également affecter les mesures, notamment lorsque l'échantillon est dégradé et peut contenir des fissures importantes dans les zones proches des capteurs.

Figure 6.6 Étapes du calcul de α_f

- L'hétérogénéité entre les échantillons de béton :

L'hétérogénéité du béton induit naturellement de la non-linéarité [Guyer & Johnson, 1999]. La grande sensibilité des méthodes non linéaires conduit à pouvoir distinguer chaque échantillon de béton, même lorsqu'ils sont issus d'une même gâchée et conservés dans des conditions similaires. Il est néanmoins difficile d'expliquer pourquoi, mis à part pour α_f , les coefficients de variation sont plus importants à l'état T0-G0 qu'aux états G1, T1 voire T2. Seuls les coefficients de variation de α_f permettent de représenter l'augmentation progressive de l'hétérogénéité entre les différents échantillons en fonction du stade d'endommagement.

Les valeurs élevées de Cv observées pour les paramètres non-linéaire indiquent que, en plus d'être particulièrement sensibles à la fissuration globale du matériau par rapport aux paramètres linéaires, ils semblent également plus sensibles à la spécificité de la fissuration (quantité de fissures, orientation, etc.) et à certaines hétérogénéités locales (présence d'une fissure particulièrement large par exemple). Le fait que seul le paramètre α_f présente un Cv relativement bas (13%) pour les bétons non endommagés vient confirmer qu'il est le paramètre le plus représentatif du comportement non linéaire global du matériau.

La dispersion des mesures est à mettre en relation avec les variations moyennes observées suivant les états de dégradation. La figure 6.7 montre l'ensemble des valeurs moyennes et écart-types mesurés (représentation : moyenne \pm écart-type). L'état G2 n'est pas représenté en raison des différences d'échelles (valeurs trop élevées) qui peuvent gêner la lisibilité de certains graphiques. Il faut également noter que pour les paramètres non-linéaires, l'axe des abscisses est représenté à une échelle logarithmique.

Concernant les paramètres linéaires, la dispersion des mesures peut rendre difficile la distinction entre l'état initial du béton (G0-T0) et l'état G1.

A l'inverse, malgré la plus grande dispersion des valeurs de α_f , l'écart des valeurs moyennes entre G0-T0 et G1 est suffisant pour détecter des changements liés à l'apparition de microfissures dans le béton. La dispersion des valeurs de α_Q rend plus difficile la détection des faibles dégradations.

Les paramètres de génération d'harmoniques confirment, malgré les coefficients de variation élevés observés, l'existence très nette d'un « palier de non-linéarité » entre les états T1 et T2. Les examens pétrographiques nécessaires pour identifier l'origine d'un tel changement n'ont pas été réalisés dans le cadre de ces travaux, puisque tous les échantillons amenés à l'état T1 ont été ensuite portés à l'état T2. Par ailleurs la fissuration relativement fine visible à l'état T2 (figure 6.2) suppose que des examens pétrographiques particulièrement approfondis auraient été nécessaires pour pouvoir distinguer quantitativement les états de fissuration de T1 et T2.

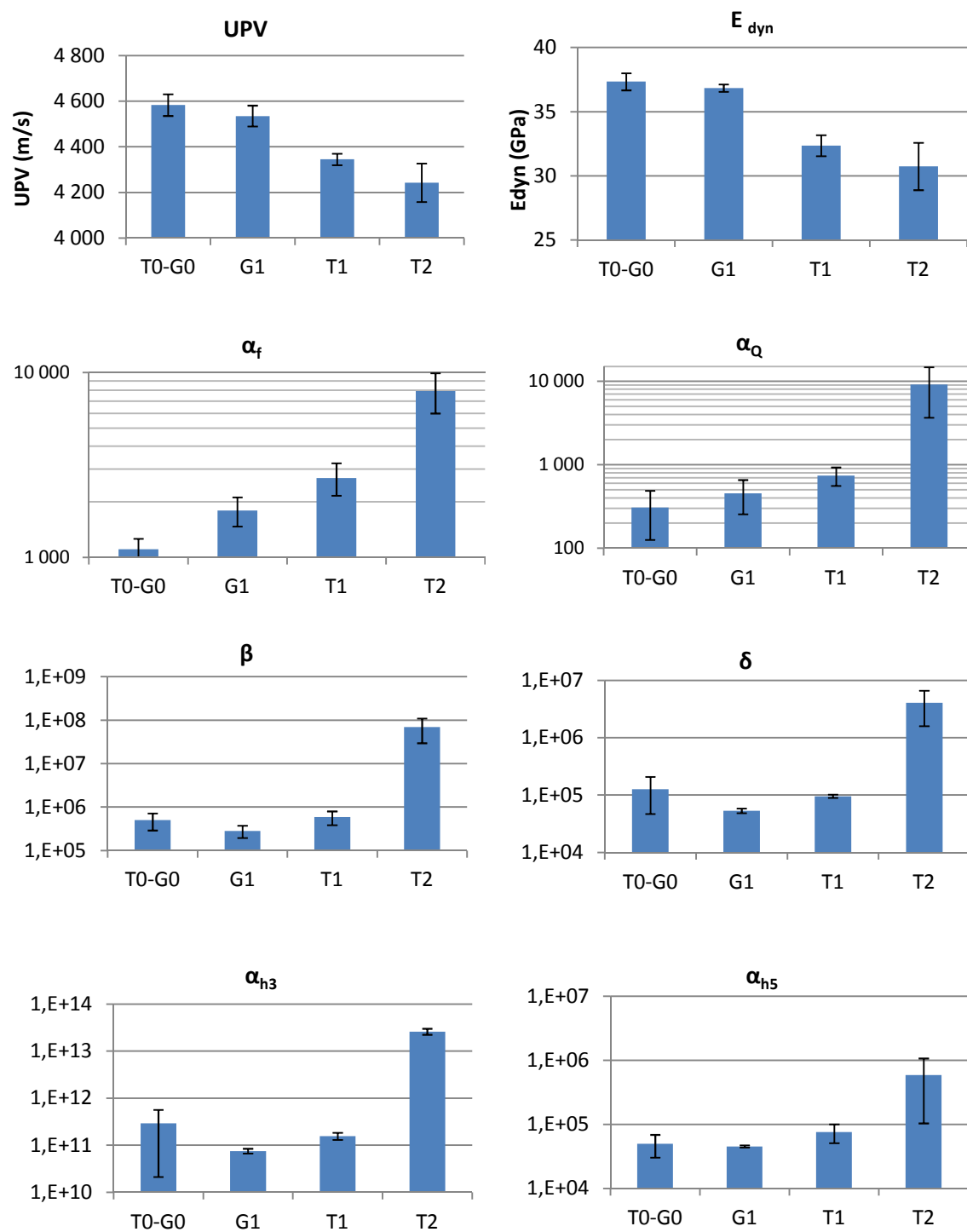


Figure 6.7 Valeurs moyennes et écart-types des paramètres non destructifs linéaires et non linéaires pour différents états de dégradation du béton

6.3.3 Validité des paramètres relatifs à la génération d'harmoniques

- **Analyse des coefficients de corrélation**

La revue de littérature a permis d'évoquer le manque de consensus sur la pertinence des paramètres relatifs à la génération d'harmoniques : plusieurs études proposent notamment un suivi de la dégradation du béton par les paramètres β [Stauffer et al., 2005 ; Kodjo, 2008 ; Shah & Ribakov, 2009 ; Sargolzahi et al., 2010a], δ [Stauffer et al., 2005 ; Shah & Ribakov, 2009] ou α_{h3} [Lacouture et al., 2003] (suivi de l'hydratation) sans qu'une conclusion puisse être portée sur le recours préférentiel à l'un de ces paramètres. Le paramètre α_{h5} est par ailleurs évoqué de manière théorique [Van Den Abeele & Windels, 2007] mais il n'existe pas à notre connaissance d'étude expérimentale relatant son utilisation sur le béton.

Dans le but d'identifier la prédominance éventuelle d'un modèle, l'ensemble des coefficients de corrélation relatifs au calcul des paramètres α_{hi} , β et δ ont été relevés. Le tableau 6.3 présente la moyenne (sur 4 échantillons testés) des coefficients de corrélation obtenus pour chaque état de dégradation. Pour rappel, les notations « β » et « δ » font référence aux paramètres issus de la théorie non linéaire classique tandis que « α_{hi} » fait référence à l'hystérésis, soit la théorie non classique.

| | β | δ | α_{h3} | α_{h5} |
|-----------|---------|----------|---------------|---------------|
| T0 | 0,966 | 0,956 | 0,985 | 0,997 |
| G1 | 0,956 | 0,960 | 0,943 | 0,971 |
| T1 | 0,998 | 0,972 | 0,970 | 0,991 |
| T2 | 0,993 | 0,926 | 0,958 | 0,978 |
| G2 | 0,955 | 0,951 | 0,974 | 0,991 |
| Moyenne | 0,973 | 0,953 | 0,966 | 0,985 |

Tableau 6.3 Coefficients de corrélation obtenus lors du calcul des paramètres α_{hi} et β_i

Les modèles répandus supposent que plus la non-linéarité est importante dans le béton, plus le caractère hystérétique aurait tendance à prédominer sur la non-linéarité classique. Cette approche semble partiellement confirmée par les données sur l'état G2 où les coefficients de corrélation des paramètres α_{hi} sont plus élevés que pour β et δ . Néanmoins, l'ensemble des valeurs est relativement élevé et les différences ne sont pas assez significatives pour permettre de conclure sur la pertinence des paramètres. Il apparait, compte tenu des résultats obtenus, que des manifestations de non-linéarité classique et non classique coexistent, les deux modèles

semblent pouvoir être employés indifféremment en vue d'une caractérisation expérimentale du phénomène de génération d'harmoniques.

- **Cas du paramètre α_{h5}**

Il est toutefois intéressant de noter que le paramètre α_{h5} n'a fait l'objet d'aucune étude expérimentale à notre connaissance, son emploi n'étant évoqué que dans des modèles théoriques [Van Den Abeele & Windels, 2007]. Notre étude indique pourtant que ce paramètre présente systématiquement de très bons coefficients de corrélation, qui valident la relation : $\Delta A_5 \propto \Delta A_1^2$ (où A_1 et A_5 sont les amplitudes respectives des harmoniques 1 et 5).

Le calcul de α_{h5} présente toutefois une différence importante par rapport aux autres paramètres: la relation entre A_5 et A_1^2 n'est pas linéaire tout au long de l'essai, seule une partie de la courbe est utilisée pour le calcul de α_{h5} . Les figures 6.8 et 6.9 illustrent la différence entre le calcul de α_{h5} et celui des autres paramètres.

La relation entre A_1^2 et A_5 présente deux intervalles. En début d'essai, A_1^2 augmente alors que A_5 reste stable (intervalle i1), puis, à partir d'un certain niveau d'excitation, A_5 augmente de manière linéaire par rapport à A_1^2 (i2). Le paramètre α_{h5} est calculé uniquement sur l'intervalle i2.

La présence de la zone i1 pourrait être associée au fait que la manifestation de non-linéarité liée à l'apparition de la 5^e harmonique apparaît de manière plus tardive que les autres manifestations de non-linéarité observées jusqu'alors. En effet, le comportement élastique non linéaire ne dépend pas que du matériau, il dépend également de l'intensité de l'excitation appliquée. Or, d'une manière générale, plus l'échantillon est dégradé, plus l'intervalle i1 a tendance à diminuer. Dans le cas des échantillons à l'état G2 (très dégradés), il n'y a plus de zone i1 et α_{h5} est calculé sur l'intégralité du graphique obtenu.

Cette constatation suppose que différents phénomènes non linéaires peuvent apparaître de manière différée suivant le rapport entre l'état du matériau et l'amplitude de l'excitation transmise. En l'occurrence, si l'excitation transmise est trop faible, le paramètre α_{h5} n'est pas mesurable alors que les 5 autres paramètres le sont. Au même titre que les phénomènes non linéaires non classiques en général, l'origine physique de ce cas de figure est difficile à expliquer à l'état actuel des connaissances.

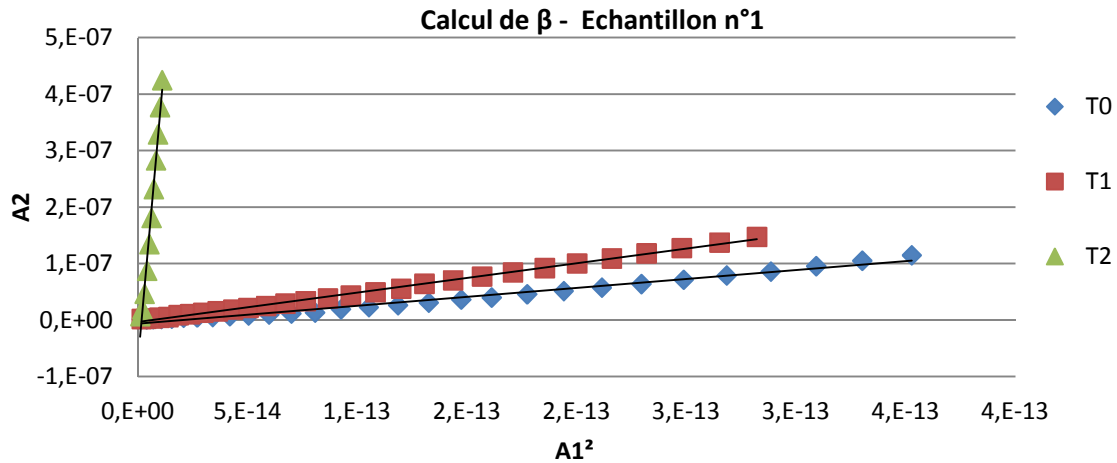


Figure 6.8 Exemple de calcul de β pour un même échantillon à 3 niveaux de dégradation

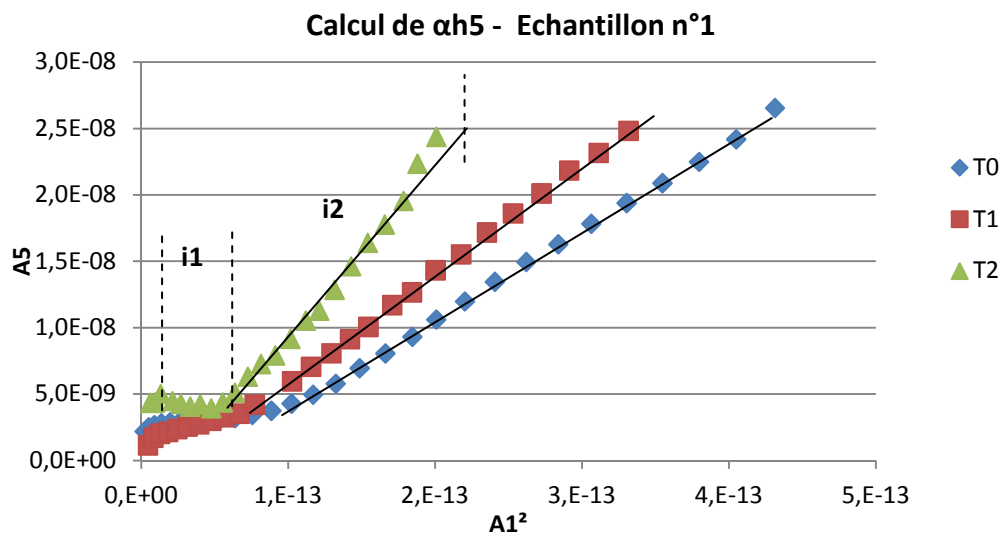


Figure 6.9 Exemple du calcul de α_{h5} pour un même échantillon à 3 niveaux de dégradation

6.3.4 Influence de l'eau

La démarche expérimentale entreprise pour étudier l'influence de l'eau sur les paramètres non-linéaires est détaillée au paragraphe 4.3.4. Il est rappelé que les valeurs de référence utilisées dans ce paragraphe (correspondant à une variation de masse de 0%) correspondent aux mesures effectuées lorsque les échantillons sont à l'état saturé. Il faut également préciser que les résultats ne sont pas exprimés en humidité relative car les temps de conditionnements des échantillons ne sont pas suffisants pour garantir une répartition homogène de l'eau dans le béton. La démarche proposée permet néanmoins d'obtenir une première

approche de l'influence de l'eau sur des mêmes échantillons - à différents niveaux de dégradation - sur une durée largement réduite par rapport à des essais en humidité relative.

- **Cas des paramètres linéaires**

Les figures 6.10 et 6.11 montrent l'influence de la présence d'eau dans le béton sur les paramètres linéaires.

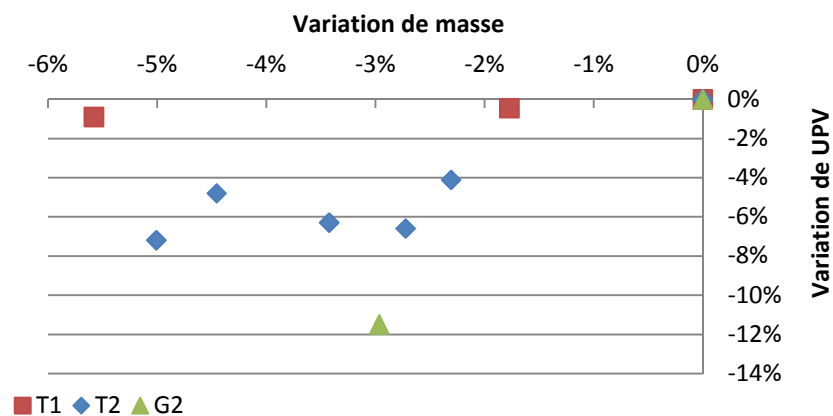


Figure 6.10 Influence de la perte en eau sur UPV

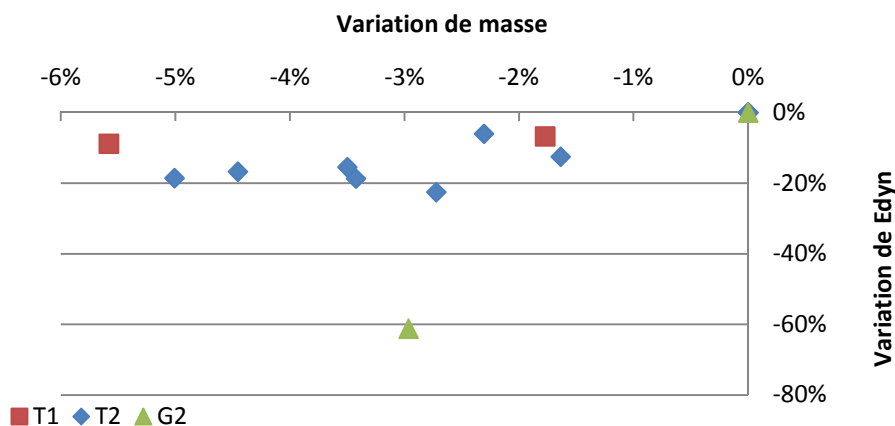


Figure 6.11 Influence de la perte en eau sur E_{dyn}

Les résultats coïncident avec des données déjà disponibles dans la littérature, à savoir qu'il existe une relation à peu près linéaire entre perte de masse et baisse de propriétés linéaires [Ohdaira & Masuzawa, 2000a ; Kodjo, 2008]. En effet, les ondes ultrasonores se propagent plus vite dans l'eau (environ 1480 m/s) que dans l'air (environ 340 m/s), ce qui explique au moins qualitativement les résultats. Il semble également que plus le béton est dégradé, plus la teneur en

eau a d'influence sur ses propriétés linéaires; ce résultat est surtout visible dans le cas de l'état G2 mais une plus grande quantité de données expérimentales est toutefois nécessaire pour confirmer cette tendance. La relation entre l'état d'endommagement du béton et l'influence de d'eau sur son comportement élastique est abordée dans la discussion de ce chapitre.

- **Cas des paramètres α_f et α_Q**

La figure 6.12 montre les variations de α_f en fonction de la variation de masse du béton. Compte tenu des très fortes variations de α_f observées, celle-ci sont **représentées en ratio** et non en pourcentage.

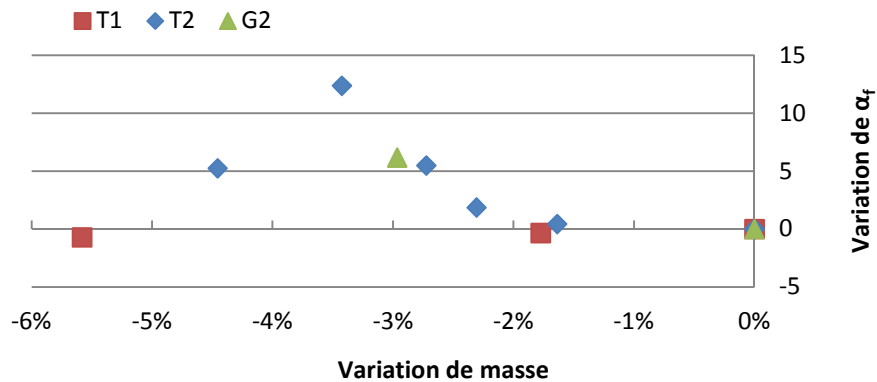


Figure 6.12 Influence de la perte en eau sur α_f

D'un point de vue qualitatif, α_f a tendance à augmenter avec la perte d'eau, ce qui corrobore plusieurs études sur le sujet [Kodjo, 2008 ; Payan et al., 2010]. Cette affirmation doit toutefois être nuancée/complétée par deux éléments importants :

- Pour un faible niveau de dégradation (état T1), la teneur en eau a relativement peu d'influence sur α_f , une diminution de 52% de α_f est même observée lorsque la teneur en eau diminue de 5,6%. La quantité de données collectées n'est toutefois pas suffisante pour faire ressortir une tendance claire, aussi il est choisi de retenir que pour cet état de dégradation, la variation entre un état non saturé et un état saturé peut être de l'ordre de 100%.
- Lorsque la dégradation - et donc la fissuration - augmente, α_f peut varier dans des proportions très importantes, soit d'un facteur supérieur à 5 dès que la perte de masse excède 2,5%.

Ces remarques alimentent l'hypothèse selon laquelle l'influence de l'eau sur α_f n'est pas généralisable, elle est conditionnée par le type fissuration présente dans le béton.

La figure 6.13 montre les variations α_Q en fonction de la variation de masse du béton.

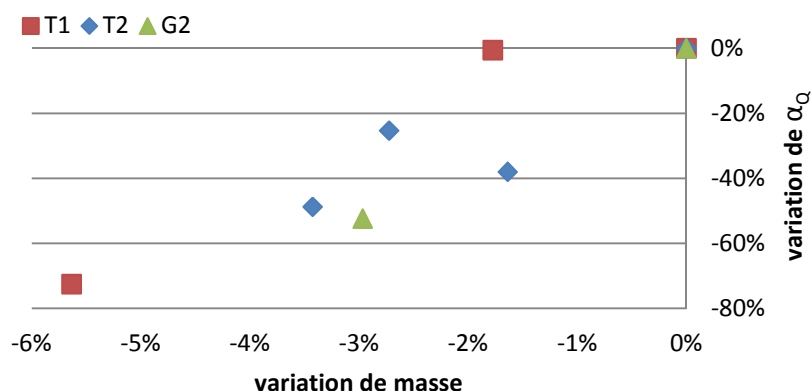


Figure 6.13 Influence de la perte en eau sur α_Q

Le premier élément marquant de ces résultats concerne les sens de variation, puisque, à l'inverse de α_f , α_Q a tendance à diminuer avec la baisse de teneur en eau du béton. L'atténuation linéaire est également fortement influencée dans ce sens, comme le montre la figure 6.14 où la courbe de résonance d'un échantillon saturé est nettement plus atténuée que celle du même échantillon à l'état sec.

Cette tendance peut être attribuée au fait que α_Q représente indirectement une mesure de la dissipation d'énergie dans le matériau [Johnson & Sutin, 2005]. L'énergie nécessaire au mouvement d'une fissure remplie d'eau est supérieure à celle d'une fissure remplie d'air. Ainsi, pour une sollicitation équivalente, la déformation résultante d'un béton sera inférieure si celui-ci est saturé plutôt que s'il est sec, ce qui a pour effet de faire augmenter α_Q .

Par ailleurs, α_Q est moins affecté par présence d'eau que α_f puisque la variation maximale observée est de 73% quand celle-ci peut atteindre un facteur 12 pour α_f .

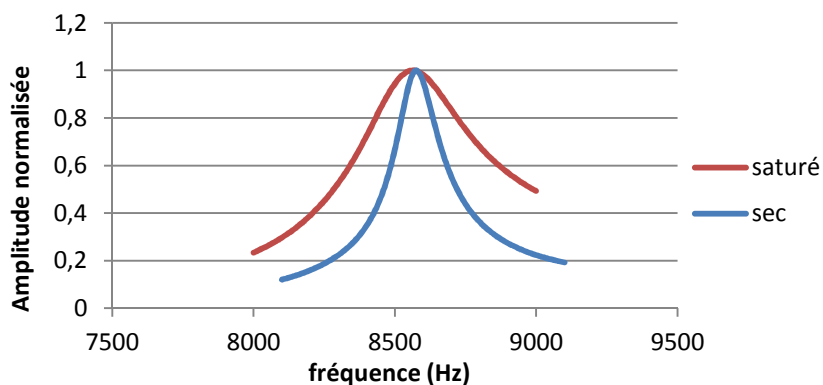


Figure 6.14 Courbes de résonance linéaire pour un même échantillon à l'état sec et saturé

Considérant que α_f et α_Q varient dans un sens similaire avec la fissuration mais dans un sens opposé avec la teneur en eau, il paraît alors intéressant d'étudier le paramètre γ défini tel que [Johnson & Sutin, 2005]:

$$\gamma = \alpha_f / \alpha_Q \quad (6.1)$$

La figure 6.15 montre les variations de γ en fonction de la teneur en eau.

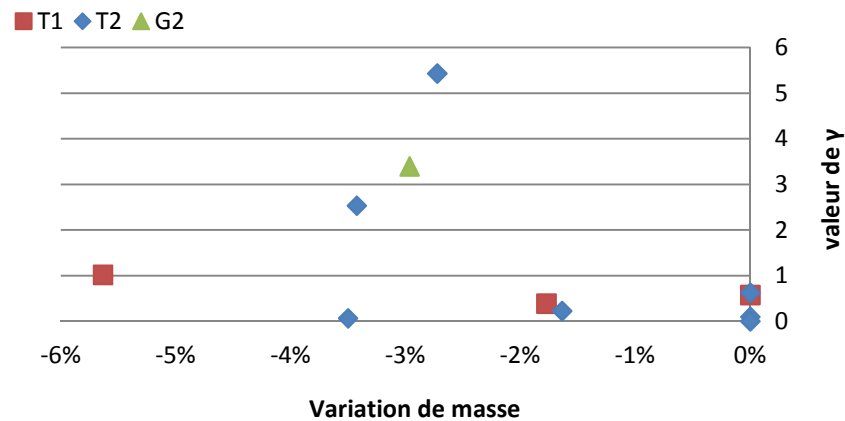


Figure 6.15 Influence de la perte en eau sur γ

Comme attendu, γ a tendance à augmenter avec la perte d'eau du béton. Le nombre de mesures disponibles est toutefois insuffisant pour conclure quantitativement sur les tendances de ce paramètre. La figure 6.15 indique néanmoins que, contrairement aux hypothèses émises par Johnson *et al.*, γ ne correspond pas à une propriété non linéaire intrinsèque des matériaux [Johnson & Sutin, 2005]. En particulier, il pourrait s'avérer particulièrement pertinent pour étudier l'influence de l'eau sur la non-linéarité du béton puisqu'il concilie deux paramètres non linéaires aux tendances opposées. Par exemple, sur les bétons testés, une valeur de α_f de 5000 indique que celui-ci contient de la microfissuration. L'analyse du paramètre γ peut alors donner une information supplémentaire sur sa teneur en eau : si γ est inférieur à 1 il est probable que le béton soit proche d'un état de saturation; une valeur de γ supérieure à 2 indiquerait en revanche que le béton est relativement sec. Le paramètre γ peut également permettre de tempérer une mesure de α_f particulièrement élevée. Par exemple, si α_f vaut 50 000, le béton est probablement très endommagé. Si, parallèlement γ est inférieur à 1, il peut être confirmé qu'une forte microfissuration est présente dans le béton (proche de l'état G2); tandis que si γ vaut plus de 2 il est possible que le béton soit moyennement fissuré (proche de l'état T2) mais partiellement sec (perte de masse supérieure à 2% par rapport à l'état saturé). Les valeurs « 1 » et « 2 » sont ici données à titre d'exemple, il faut en effet rappeler que la quantité de mesures disponibles ne permet pas encore de se prononcer quantitativement sur le paramètre γ .

• Cas des paramètres relatifs à la génération d’harmoniques

Les figures 6.16 montrent les variations des paramètres relatifs à la génération d’harmoniques en fonction de la perte d’eau du béton.

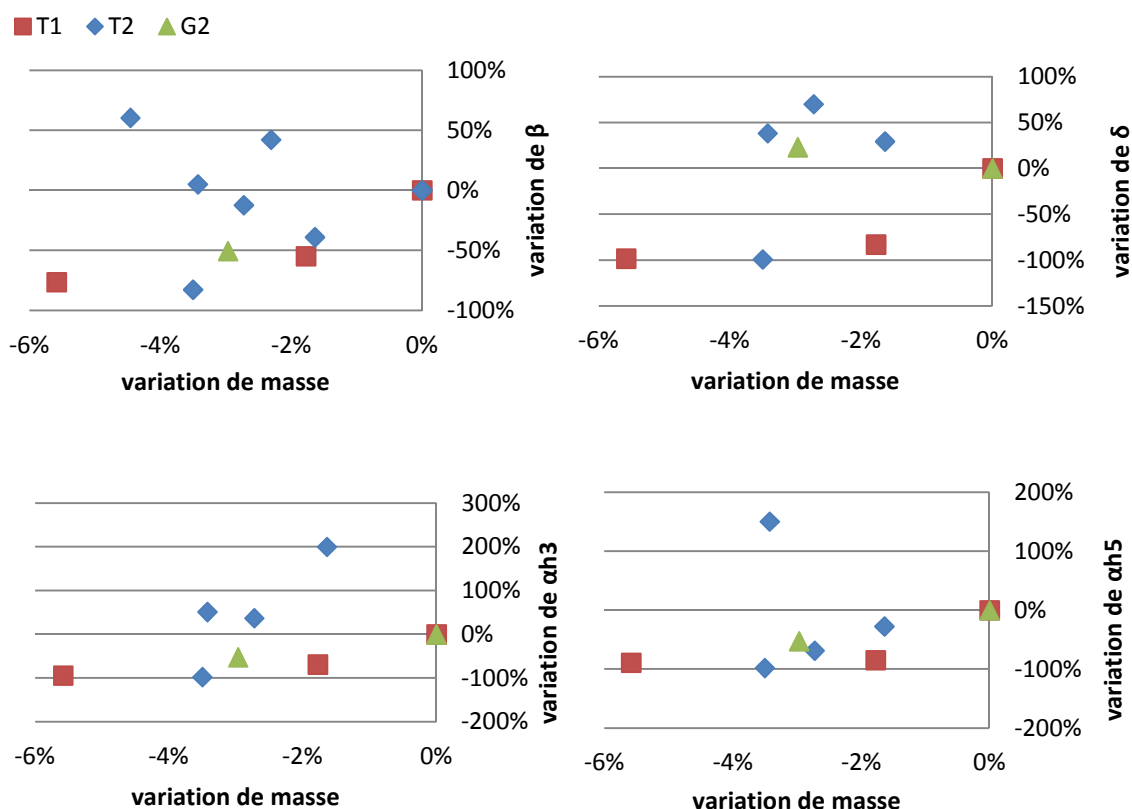


Figure 6.16 Influence de la teneur en eau sur les paramètres de génération d’harmoniques

Contrairement au cas des autres paramètres, aucune tendance générale ne semble se dégager. Les variations des différents paramètres semblent pouvoir évoluer indépendamment de la teneur en eau et de la dégradation. Il est néanmoins possible d’identifier des ordres de grandeur, la teneur en eau peut influencer les valeurs mesurées de $\pm 100\%$. En comparaison des variations mesurées, à l’état saturé, entre les états T1 et T2 (facteur 10 à 100), quantité d’eau dans le béton n’a pas d’influence notable sur les données qualitatives obtenues dans la partie 6.2.2.

6.3.5 Conclusion

Le paragraphe 6.3 a permis de donner des éléments de réponse aux questions posées dans son introduction.

- Il existe des différences de sensibilité entre les différents paramètres pouvant être calculés à partir d'un essai de résonance en dynamique rapide.

La grande sensibilité des paramètres non linéaires à la dégradation du béton a une nouvelle fois été démontrée. Il ressort que les paramètres α_f et α_Q présentent un meilleur potentiel à traduire quantitativement la dégradation du béton. Les paramètres α_{hi} , β et δ semblent en revanche présenter des phénomènes de seuils. Un premier seuil correspond à une limite de détection, en deçà duquel la dégradation est peu détectable et au-delà duquel la dégradation est très nettement détectable. Un deuxième seuil, évoqué dans la littérature [Van Den Abeele & De Visscher, 2000], correspond à une limite supérieure de dégradation au-delà de laquelle les paramètres linéaires sont plus sensibles.

- La dispersion des mesures, beaucoup plus grande pour les paramètres linéaires, n'altère pas nécessairement la capacité à distinguer les différents états de dégradation.

La dispersion est largement attribuable à l'hétérogénéité croissante des échantillons lorsqu'ils sont de plus en plus dégradés. Néanmoins, les écart-types restent suffisamment faibles pour distinguer les différents états de dégradation de manière claire pour α_f . Ces différences sont moins nettes pour α_Q , tandis que le seuil de détection évoqué pour β , δ et α_{hi} reste clairement identifiable.

Dans le cadre de futurs travaux visant à mieux comprendre les origines et les manifestations de la non-linéarité dans le béton, il serait cependant préférable de se consacrer au suivi individuel d'échantillons plutôt que de les regrouper par lots considérés comme similaires.

- L'emploi préférentiel de la théorie classique ou non classique dans le cadre de la génération d'harmoniques reste difficile à déterminer.

Les coefficients de variations relevés au cours de ces travaux ne permettent pas de trancher sur le sujet. Le paramètre α_{h5} , qui n'avait pas encore été étudié dans un cadre expérimental, présente par ailleurs des propriétés originales (manifestation plus tardive de la non linéarité). Les coefficients de corrélation élevés qu'il présente en font par ailleurs un indicateur pertinent du phénomène de génération d'harmoniques.

- La teneur en eau du béton peut influencer considérablement sur le paramètre α_f , en particulier lorsque le béton est dégradé

Les résultats obtenus montrent que deux échantillons testés à différentes teneurs en eau peuvent amener à formuler un diagnostic erroné sur leurs états de dégradation respectifs. Il est en effet possible qu'un échantillon peu dégradé et partiellement sec puisse présenter une plus grande non-linéarité (via le paramètre α_f) qu'un échantillon plus fissuré mais caractérisé à l'état saturé.

Il a également été montré que l'influence de la teneur en eau du béton est d'autant plus grande que le béton est dégradé. En effet, pour des teneurs en eau variables sur des bétons à l'état T1 (baisse de 5% de UPV), les variations α_f sont de l'ordre de 50%. Dans le cas des bétons à l'état T2 (baisse de 7% de UPV), les variations de α_f observées peuvent atteindre un facteur 12. Des mesures sur une plus grande quantité d'échantillons sont toutefois nécessaires pour valider et quantifier plus exactement cette tendance.

Enfin, l'emploi du paramètre $\gamma = \alpha_f / \alpha_Q$ pourrait s'avérer particulièrement indiqué pour l'étude de l'influence de la teneur en eau dans le béton et ses conséquences sur les mesures de α_f .

Ces conclusions ont par ailleurs montré que les multiples tendances observées suivant la fissuration ou la teneur en eau supposent que les origines physiques des différents paramètres observés peuvent être très différentes. Une fois de plus, il faut rappeler que la compréhension de ces phénomènes représente un aspect indispensable à l'essor des méthodes acoustiques non linéaires dans le béton. Cette compréhension doit passer par l'étude de matériaux cimentaires moins hétérogènes (mortier ou coulis de ciment par exemple). Dans le cas d'études expérimentales sur le béton, la capacité à contrôler (lors de la fabrication ou d'une dégradation générée volontairement) et identifier (lors d'examen pétrographiques approfondis) des caractéristiques de fissuration représente un élément fondamental à une meilleure compréhension des phénomènes non linéaires dans le béton.

6.4 Méthode de résonance en dynamique lente

La résonance non linéaire en dynamique lente est une technique moins utilisée que la dynamique rapide pour la caractérisation du béton. Cette approche permet d'étudier le comportement différé du béton. Les principales références disponibles se consacrent au phénomène de relaxation [Johnson & Sutin, 2005 ; Bentahar et al., 2006] et la seule étude comparative entre béton sain et béton dégradé utilise le temps de recouvrement de la fréquence de résonance comme élément de comparaison [Bentahar et al., 2006]. Il en ressort, comme attendu, qu'un béton endommagé met plus de temps à recouvrer ses propriétés initiales qu'un

béton sain. En revanche, la capacité à détecter l'endommagement est nettement moindre que dans le cas de la dynamique rapide (augmentation de 60% du temps de recouvrement contre une augmentation d'un facteur 400 de α_f). Or, que ce soit en phase de conditionnement ou de relaxation, les expériences de dynamique lente présentent le désavantage majeur d'être très coûteuses en temps (de l'ordre de 2 heures pour un essai) par rapport aux autres méthodes non linéaires fréquemment employées (environ 15 minutes pour un essai de résonance en dynamique rapide, quelques secondes pour un essai d'interaction d'ondes). Dans le cadre d'une approche pratique, il est donc nécessaire de déterminer s'il est possible d'en retirer des informations supplémentaires à celles recueillies par les autres méthodes.

Les travaux de S. Kodjo sur le phénomène de conditionnement [*Kodjo et al., 2011*], présentés brièvement au paragraphe 2.3.3, tentent de recueillir de nouvelles informations en attribuant une signature à la RAS - en particulier à la présence de gel de réaction dans les fissures. Grâce à un paramètre τ extrait des courbes de conditionnement (voir équation 2.22), il a été possible de distinguer un échantillon endommagé mécaniquement d'un échantillon endommagé par la RAS. Plusieurs séries d'expériences doivent encore être réalisées pour valider ces résultats, parmi lesquelles :

- étudier l'influence de l'eau sur le conditionnement afin de vérifier qu'il est possible de faire une différence entre un échantillon saturé en eau et un échantillon contenant du gel de RAS ;
- Faciliter la comparaison entre un béton dégradé par la RAS et un béton dégradé par un autre type d'endommagement, en testant des bétons ayant des compositions et des propriétés mécaniques similaires (les bétons comparés dans l'étude précédente ayant une formulation et des propriétés mécaniques très différentes).

Ce paragraphe aborde les deux points précités par des essais réalisés sur des échantillons à l'état T1 et T2 à l'état saturé et dans un état partiellement sec (perte de masse d'environ 2,5%). Ces bétons ont par ailleurs la même formulation que ceux dégradés par la RAS et étudiés au chapitre 7.

6.4.1 Influence de la teneur en eau : approche qualitative

Les essais de résonance en dynamique lente permettent de suivre l'évolution de la fréquence de résonance du béton au cours du temps. Il est possible d'en déduire les variations du module d'élasticité dynamique en utilisant la relation :

$$c = 2lf = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (6.2)$$

Avec :

c : la vitesse des ondes dans le matériau

l : la longueur de l'échantillon

f : la fréquence de résonance

E : le module d'élasticité dynamique

ρ : la masse volumique du matériau (kg/m^3)

L'équation 6.2 montre que la variation relative du module est équivalente à celle de la fréquence de résonance au carré :

$$\frac{\Delta E}{E_0} = \frac{\Delta f^2}{f_0^2} \quad (6.3)$$

Les figures 6.17 et 6.18 montrent les variations relatives du module d'élasticité dynamique durant le conditionnement pour des bétons à l'état T2 et T1. Chaque graphique présente une mesure à l'état saturé et une mesure pour une perte en eau d'approximativement 2,5%.

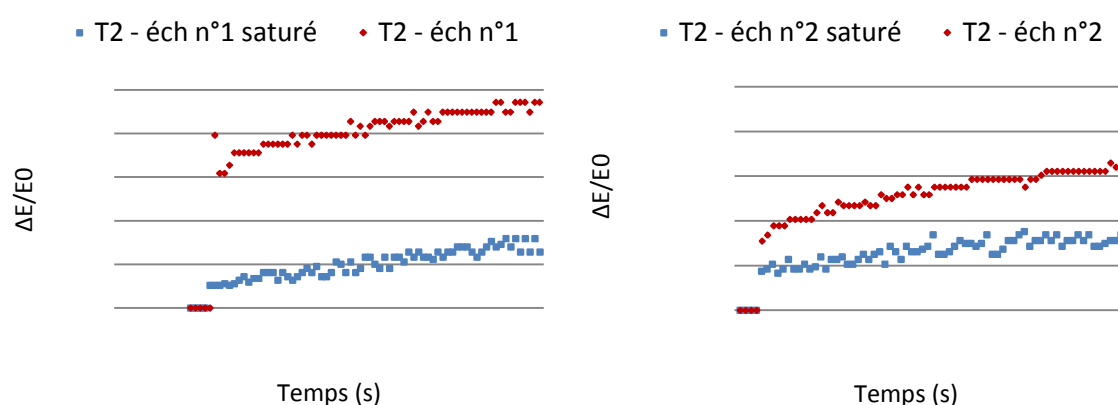


Figure 6.17 Variation relative du module d'élasticité dynamique durant le conditionnement de bétons à l'état T2

Les courbes de la figure 6.17 confirment la tendance vue dans le paragraphe 6.3 selon laquelle la saturation en eau réduit significativement la réponse fréquentielle instantanée des bétons à l'état T2 : au premier point de conditionnement, $\Delta E/E_0$ (équivalent $\Delta f^2/f_0^2$) augmente d'un facteur 2 à 6 entre les bétons saturés et les bétons partiellement secs. Les courbes montrent également que la réponse différée des échantillons présente une allure logarithmique lors d'un essai de fluage (dynamique lente).

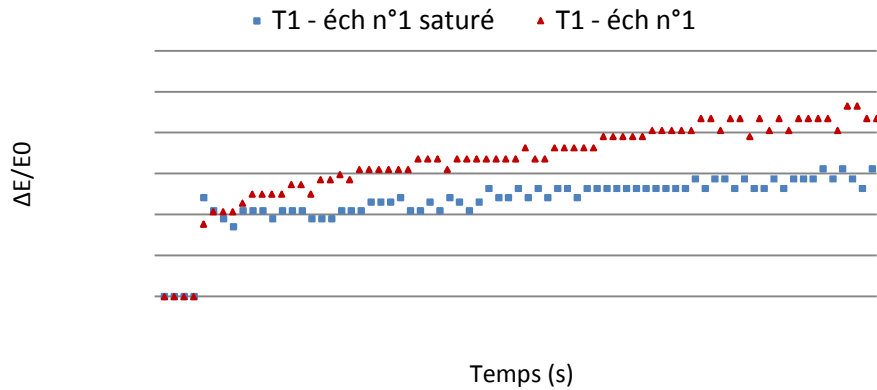


Figure 6.18 Variation relative du module d'élasticité dynamique durant le conditionnement d'un béton à l'état T1

La figure 6.18 confirme également une tendance évoquée au paragraphe 6.3 selon laquelle le teneur en eau a une influence moindre sur la réponse fréquentielle instantanée du béton lorsque celui-ci est peu endommagé.

Par ailleurs, les variations de $\Delta E/E_0$ lors du premier point de conditionnement ne retranscrivent pas la nette différence entre les états T1 et T2 visible en dynamique rapide. Dans les deux états (T1 et T2), à l'état saturé, la variation relative du module d'élasticité est du même ordre de grandeur (environ 0,002%, voire 0,001% pour l'échantillon T2 n°1) tandis que le paramètre α_f est presque triplé entre les états T1 et T2 saturés.

Il est en revanche visible sur la figure 6.18 que la réponse différée est influencée par la teneur en eau. Une approche quantitative de cette influence est présentée dans le paragraphe suivant.

6.4.2 Influence de la teneur en eau : approche quantitative

Les modèles les plus représentatifs des comportements observés en dynamique lente sont les modèles de comportement viscoélastiques tels que le modèle de Maxwell généralisé ou le modèle de Burger. Ceux-ci reposent sur des systèmes ressort-amortisseur en série et/ou en parallèle, ce qui facilite une interprétation physique des courbes obtenues, les ressorts symbolisant l'élasticité du matériau et les amortisseurs sa viscosité. Ces modèles ne permettent cependant pas de représenter avec précision les courbes expérimentales dans le cas du béton [Kodjo et al., 2011].

Aussi, afin de pouvoir comparer analytiquement les courbes de conditionnement obtenues, l'approche proposée repose sur l'utilisation de la fonction exponentielle étirée, présentée dans le paragraphe 2.3.3.

L'équation 6.4 rappelle le principe du modèle utilisé [Fancey, 2005b ; Husain & Anderssen, 2005 ; Kodjo et al., 2011].

$$\Delta E = E_1 + E_2 \cdot e^{-\left(\frac{t-t_0}{\tau}\right)^\gamma} \quad (6.4)$$

Les paramètres E_1 et E_2 sont extraits des courbes expérimentales tel qu'indiqué sur la figure 6.19.

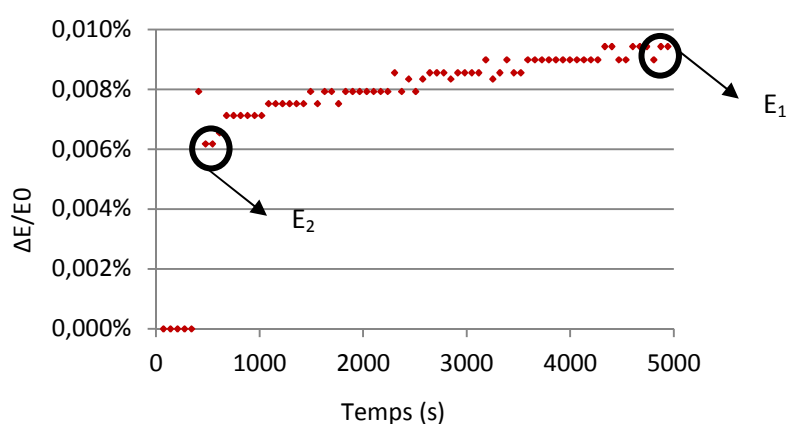


Figure 6.19 Extraction des paramètres E_1 et E_2

Le temps de conditionnement $t=5000$ secondes étant considéré comme infini, les courbes sont alors normalisées à $\Delta E/E_0=1$ lorsque $t \rightarrow \infty$. Le paramètre γ est un paramètre d'ajustement, il permet d'ajuster la courbe du modèle sur les courbes expérimentales et est ici déterminé pour l'ensemble des courbes tel que $\gamma=0,6$.

Finalement, le paramètre τ permet d'ajuster le modèle sur la courbe expérimentale. Bien qu'il ne représente pas une propriété physique du matériau, il caractérise indirectement la composante visqueuse de son comportement élastique. Les figures 6.20 et 6.21 illustrent l'utilisation du modèle proposé pour les états T1 et T2.

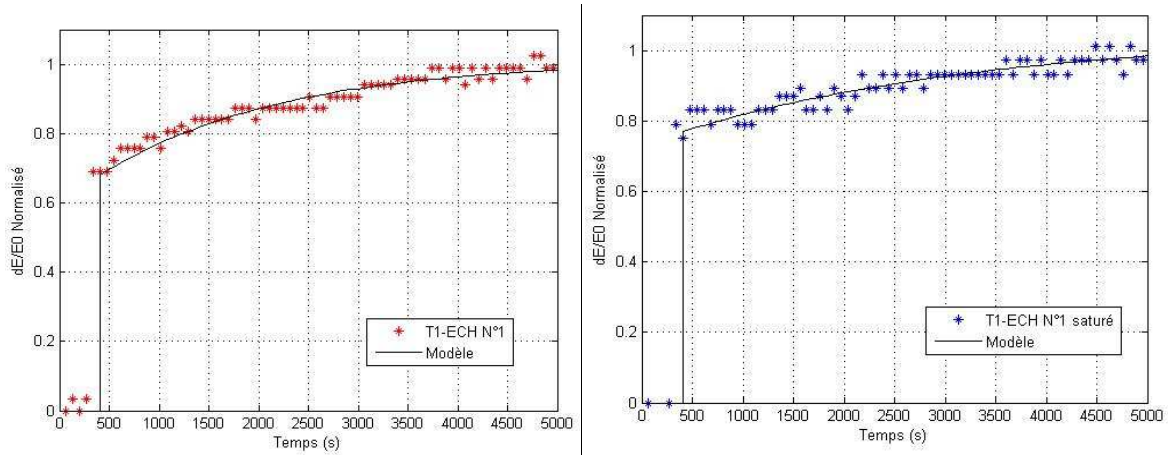


Figure 6.20 Variation relative du module dynamique d'élasticité durant le conditionnement d'un béton à l'état T1

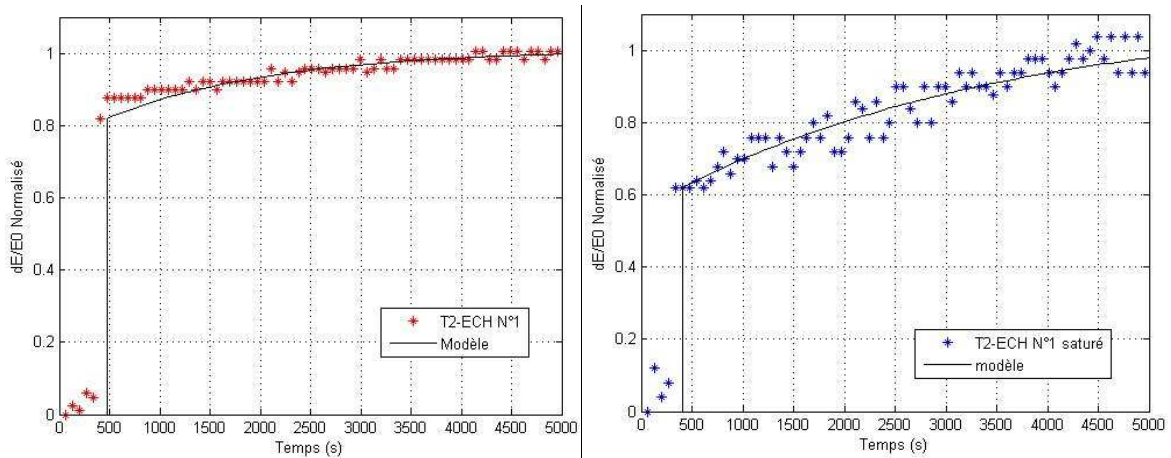


Figure 6.21 Variation relative du module dynamique d'élasticité durant le conditionnement d'un béton à l'état T2

Le tableau 6.4 donne les valeurs de τ obtenues aux états T1 et T2. Elles sont moyennées sur 3 échantillons différents pour chaque état.

| Etat du béton | Valeur de τ | |
|---------------|------------------|---------------------|
| | Saturé | 2,5% perte de masse |
| T1 | 1900 | 1100 |
| T2 | 2200 | 980 |

Tableau 6.4 Valeurs obtenues pour le paramètre τ

Les valeurs relevées montrent une différence nette à l'état T2 entre les échantillons saturés et ceux ayant subi une perte de masse de 2,5%. Cette différence peut être principalement

attribuée à la présence d'eau dans les fissures qui, en limitant leurs mouvements, joue un rôle d'amortisseur et augmente ainsi le comportement visqueux du matériau.

La distinction entre un état saturé ou non est moins visible dans le cas des échantillons moins endommagés (état T1). Cette moindre influence de la teneur en eau pour des échantillons peu endommagés avait déjà pu être constatée dans le chapitre précédant sur le comportement non linéaire instantané du béton. Elle est due à la plus faible quantité de fissures et donc la réduction du « nombre d'amortisseurs potentiels » dans l'échantillon.

Le tableau 6.4 relève également qu'il n'y a pas de distinction claire entre les états d'endommagement T1 et T2 alors que la dynamique rapide avait révélé une différence marquée. Il est ainsi confirmé que la dynamique lente ne constitue pas un outil privilégié pour caractériser l'endommagement du béton, par rapport à la dynamique rapide. Le chevauchement des valeurs de τ entre les états T1 et T2 constitue cependant un résultat inattendu. Il suppose que le « remplissage » des fissures est un élément déterminant de la viscosité du béton, plutôt que leur quantité. En effet les résultats de dynamique rapide ont montré que les bétons à l'état T2 sont plus fissurés qu'à l'état T1 (augmentation de α_f d'un facteur 2 pour des états saturés). En dynamique lente, il apparaît en revanche plus évident de distinguer un échantillon saturé d'un échantillon non saturé, plutôt que deux états de fissuration (T1 et T2)

6.4.3 Conclusion

L'étude du comportement non-linéaire différé du béton (dynamique lente) est actuellement beaucoup moins développée que celle de son comportement instantané (dynamique rapide). Aussi, l'étude présentée ici propose une approche nouvelle du phénomène et les données disponibles sont encore limitées. En conséquence, les résultats proposés ont encore une portée plutôt qualitative que quantitative.

Les résultats obtenus (tableau 6.4) ont montré que la teneur en eau du béton avait une influence significative sur son comportement différé, le temps de fluage dynamique d'un échantillon saturé étant supérieur à celui d'un échantillon non saturé. Cette observation est très importante dans l'optique d'une caractérisation non destructive de la RAS, puisque les travaux préliminaires sur le sujet ont montré que la présence de gel dans les fissures augmente également le temps de fluage par rapport à des fissures vides [Kodjo *et al.*, 2011].

Les essais réalisés ont également montré que le paramètre τ caractéristique du temps de fluage dynamique est beaucoup moins sensible à l'endommagement du béton que le paramètre

α_f issus de la résonance en dynamique rapide. Les origines physiques de cette différence n'ont cependant pas pu être expliquées.

6.5 Méthode d'interaction d'ondes

La méthode d'interaction d'ondes (ou « saut temporel ») étudiée dans ce paragraphe est présentée dans le paragraphe 3.3.4, une introduction théorique figure dans le paragraphe 2.3.4. Elle est la plus récente et la moins maîtrisée (au sein du GRAI et d'après la littérature) des différentes approches non linéaires présentées dans cette thèse. Plusieurs projets en cours y sont exclusivement consacrés au sein du GRAI. Si l'approfondissement de cette technique ne constitue pas un objectif prioritaire des présents travaux, deux thèmes ont toutefois été abordés afin d'y contribuer :

- Les problématiques liées aux mesures expérimentales et au traitement des données
- La sensibilité à l'endommagement de bétons de laboratoire afin de pouvoir la comparer à celle des autres techniques non linéaires

6.5.1 Problématiques expérimentales

Comme cela a été évoqué dans le paragraphe 6.2.3 sur la dispersion des mesures en dynamique rapide, l'incertitude expérimentale est actuellement plus importante dans le cas des méthodes non linéaires que pour les méthodes linéaires. Leur réduction constitue un enjeu majeur pour une plus grande implantation de ces nouvelles méthodes.

Si les essais d'interaction de fréquence présentent l'avantage majeur d'être rapides à réaliser par rapport aux autres méthodes non linéaires, leur inconvénient principal touche justement à l'incertitude expérimentale.

Ce paragraphe retrace les principales étapes du processus expérimental afin de mettre en lumière les différentes sources d'erreurs, les améliorations possibles et les diverses possibilités de traitement et d'interprétation des résultats.

- **Méthode de mesure**

Les transducteurs utilisés sont reliés à un système d'acquisition développé spécifiquement pour cette application par le professeur F. Cohen Tenoudji et son équipe à l'Université Paris 7 (figure 6.22).

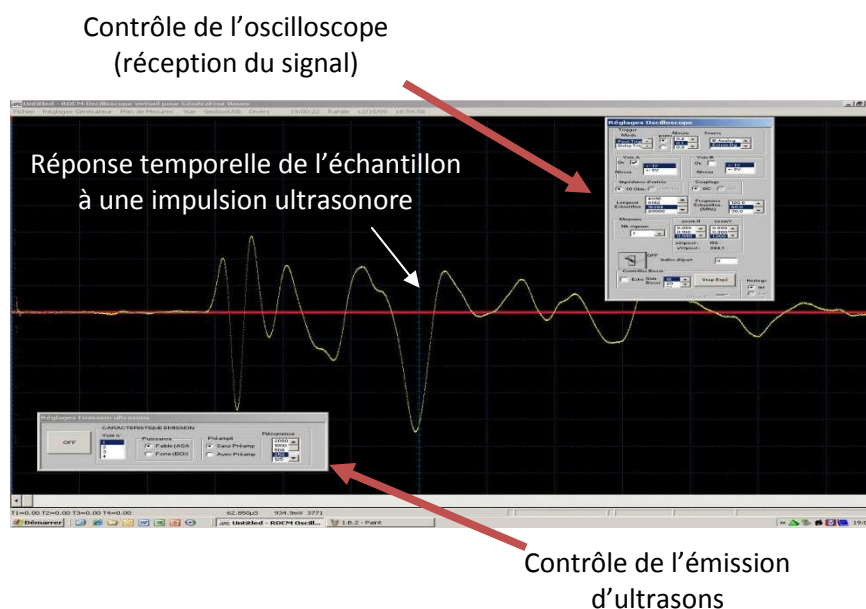


Figure 6.22 Pilotage et acquisition des signaux sous le logiciel interBoxer

L'élément déterminant de cette étape est l'interface échantillon/capteur. Elle est assurée par une gelée de pétrole (*Vaseline*), les capteurs étant maintenus en contact avec l'échantillon par un système d'étau (figure 6.23a). Bien que le bâti utilisé ait été modifié pour renforcer cette interface (figure 6.23b), celle-ci reste limitée par l'état de surface de l'échantillon testé. Lorsque la surface est trop altérée ou fissurée, l'atténuation et la déformation du signal sonde rend son analyse très difficile, voire impossible. Ce cas de figure s'est présenté pour les échantillons à l'état G2 (200 cycles de gel/dégel).

Le dispositif présenté sur la figure 6.23b reste très artisanal, il réduit les risques de mouvement relatif entre l'échantillon et les transducteurs lors de l'impact mécanique mais ne les supprime pas systématiquement. La fabrication d'un caisson de mesure spécifique, bloquant les mouvements potentiels de l'échantillon dans toutes les directions doit permettre de réduire encore l'incertitude sur les mesures.

Il est au final important de rappeler que, dans l'optique de mesures *in situ*, l'état de surface du béton doit être pris en compte dans le choix des sites de mesure afin d'améliorer les chances de pouvoir exploiter les résultats.

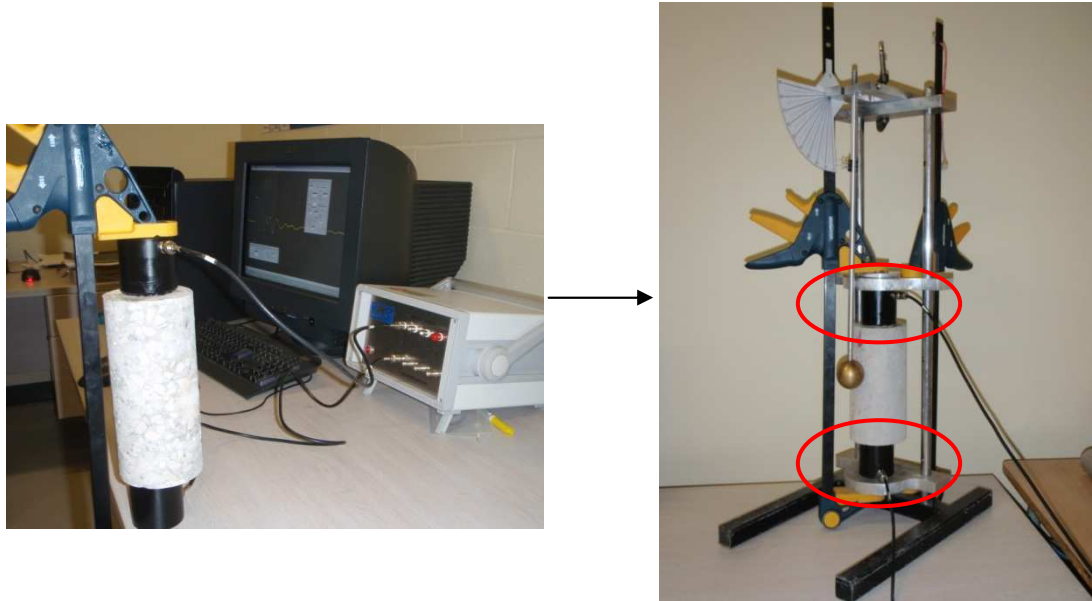


Figure 6.23 Renforcement des interfaces échantillon-transducteur

- **Exploitation des signaux temporels**

L'étape de traitement des données est particulièrement riche en possibilités. Les données disponibles sont une série de signaux temporels, 1000 dans notre cas d'étude, correspondant aux signaux successifs ayant traversé l'échantillon avant, pendant et après l'impact mécanique. Ces données sont traitées sous le logiciel Labview (figure 6.24).

Etant donné la quantité de données disponibles pour un seul essai, un premier choix doit s'effectuer sur les paramètres à retirer des signaux temporels successifs ainsi que sur la fenêtre d'analyse. Un compromis doit alors être trouvé entre une exploitation optimale des résultats et le coût des analyses en temps et en capacité matérielle. Il a été choisi de se focaliser sur le début du signal temporel, correspondant à l'arrivée de l'onde longitudinale car cette zone est la plus simple à identifier (figure 6.24).

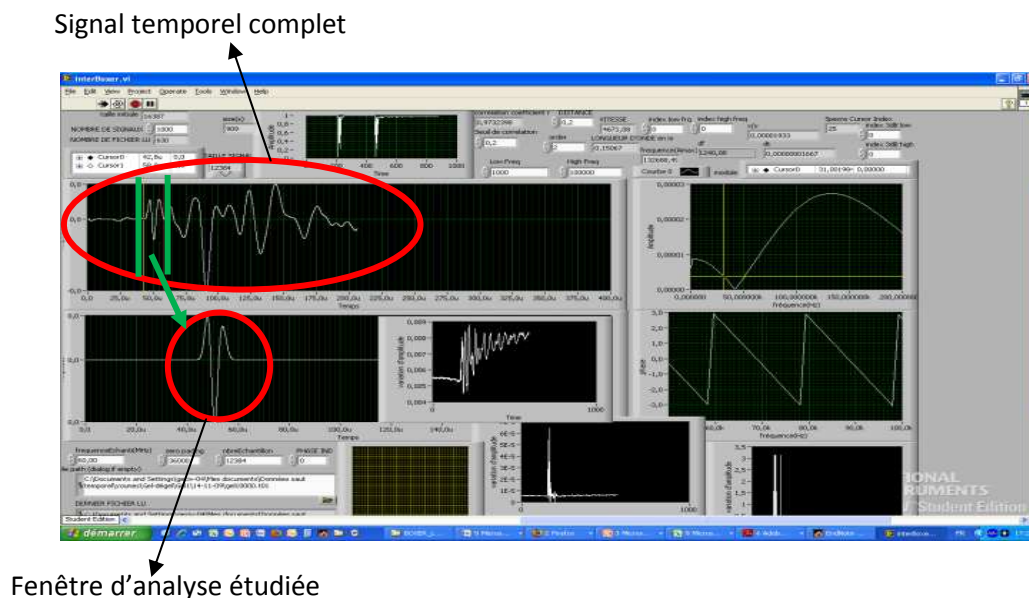


Figure 6.24 Traitement des données sous LabView

Il est cependant possible de faire varier la fenêtre d'analyse afin d'étudier l'arrivée de fronts d'ondes différents (les ondes transversales par exemple). Cette étude fait l'objet de travaux spécifiques au GRAI car plusieurs fronts d'ondes peuvent se superposer dans la suite du signal (par exemple des ondes transversales et des ondes longitudinales réfléchies), ce type d'analyse requiert donc une certaine expertise en traitement du signal et l'étude préliminaire de matériaux moins hétérogènes que le béton (coulis, mortiers, etc.).

Pour chacun des signaux, la transformée rapide de Fourier (FFT) permet d'extraire la phase et l'amplitude du signal sur la fenêtre sélectionnée. Compte tenu des très faibles variations du temps d'arrivée du signal (quelques centièmes de microsecondes), un traitement dans le domaine temporel n'est pas envisageable. Les données de FFT sont alors recueillies en tableaux pour être analysées.

- **Choix d'un indicateur de non linéarité**

Comme dans le cas de l'étape précédente, cette étape offre plusieurs possibilités de traitement.

Les courbes obtenues, correspondant à la variation de phase et d'amplitude du signal au cours du temps (figure 6.25), s'apparentent à celles issues de la dynamique lente. Dans le cas présent, il s'agit du phénomène de relaxation consécutif à un conditionnement très rapide (impact mécanique). Une approche similaire à celle utilisée en dynamique lente est donc envisageable sur l'ensemble des signaux consécutifs à l'impact.

Toutefois, compte tenu de la faible durée de mesure et des travaux préliminaires réalisés sur le sujet [Kodjo, 2008 ; Kodjo et al., 2009], l'exploitation de cette expérience se focalise pour le moment sur le comportement non linéaire instantané des matériaux testés. Cette exploitation nécessite l'introduction du paramètre α_c . Cette notation a été choisie par analogie à l'obtention du paramètre α_f .

On considère dans un premier temps l'une des relations empiriques caractéristiques de l'élasticité non linéaire non classique :

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \alpha_f \cdot \Delta \varepsilon \quad (6.5)$$

Considérant la relation liant vitesse des ondes et fréquence de résonance (équation 6.2), il est possible de déduire l'existence d'une relation non linéaire similaire à l'équation 6.5 telle que :

$$\frac{\Delta c}{c_0} = \alpha_c \cdot \Delta \varepsilon \quad (6.6)$$

Où C correspond à la vitesse des ondes dans le matériau.

L'expérience proposée, en travaillant sur les variations de phase, permet de calculer le paramètre α_c grâce à la série de relations ci-dessous.

- a) Soit « t » le temps d'arrivée de l'onde sonde et « C » la vitesse des ondes dans le matériau, la variation de « Δt » est reliée à celle de « ΔC » par la série de relations :

$$t = \frac{e}{c} \quad \rightarrow \quad \frac{\partial t}{\partial c} = -\frac{e}{c^2} \quad \rightarrow \quad \Delta t = \frac{e \Delta c}{c_0^2} \quad (6.7)$$

e étant la longueur de l'échantillon.

- b) La variation « Δt » est, par définition, liée à la variation de phase « $\Delta \phi$ » par la relation :

$$\Delta t = \frac{\Delta \phi}{2\pi f} \quad (6.8)$$

Où f est la fréquence centrale de l'onde ultrasonore (fréquence de travail).

- c) D'où, en regroupant, les relations 6.7 et 6.8 :

$$\frac{\Delta c}{c_0} = \frac{\Delta \phi c_0}{2\pi f e} \quad (6.9)$$

- d) α_c peut finalement être déduit en combinant les équations 6.6 et 6.9 :

$$\alpha_c = \frac{\Delta\phi c_0}{2\pi f e} \cdot \frac{1}{\Delta\varepsilon} \tag{6.10}$$

La déformation est déduite de l'amplitude pic à pic A_{pp} par la relation :

$$\varepsilon = k \cdot A_{pp} \text{ avec } k = 10^{-8} \tag{6.11}$$

Il existe, une fois de plus, plusieurs possibilités sur le calcul de α_c . Celles-ci dépendent l'intervalle $\Delta\phi$ pris en compte. Les travaux déjà réalisés portent sur la variation de phase sur un intervalle $\Delta\phi_1$ consécutif à l'impact mécanique (voir figure 6.25)[Kodjo et al., 2009].

Dans le cadre de cette étude, un intervalle $\Delta\phi_2$ sera également considéré (figure 6.25). La variation $\Delta\phi_2$ permet de prendre en compte de manière plus exacte l'influence instantanée de la perturbation mécanique sur la variation de phase. Son utilisation est rendue plus fiable par le renforcement des interfaces échantillons/transducteurs (figure 6.23), réduisant les possibilités de mouvement relatif échantillon-transducteurs induit par l'impact mécanique.

L'étude expérimentale considérée porte sur les deux paramètres α_{c1} et α_{c2} définis tels que :

$$\alpha_{ci} = \frac{\Delta\phi_i c_0}{2\pi f e} \cdot \frac{1}{k \cdot \Delta A_i} \tag{6.12}$$

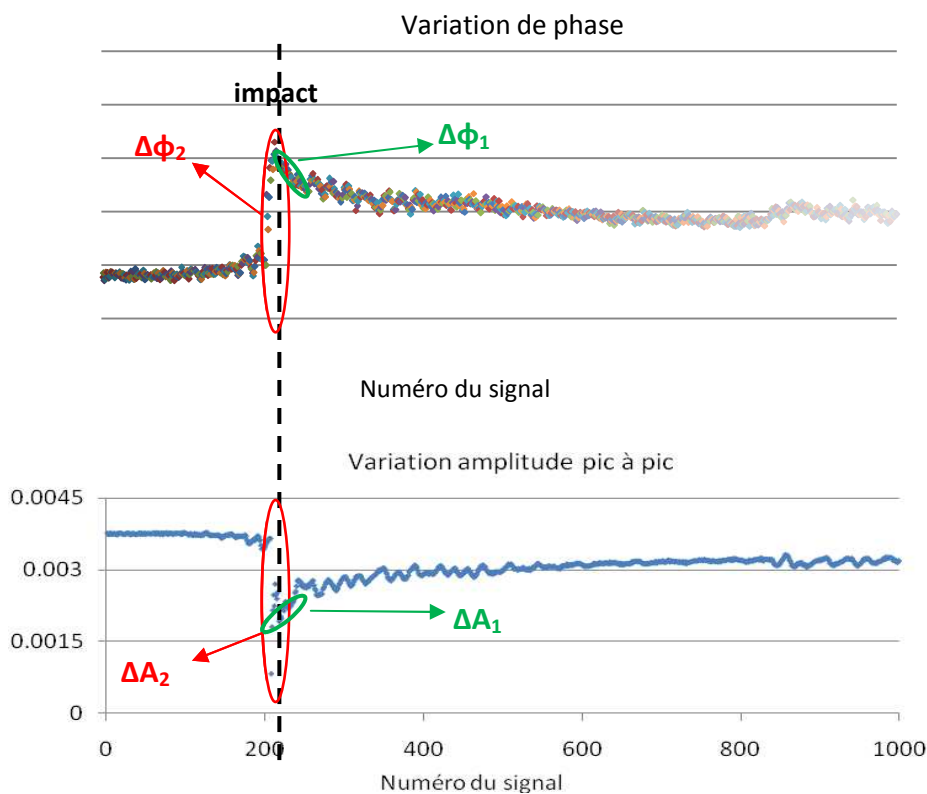


Figure 6.25 Sélection des intervalles de calcul du paramètre α_{ci}

6.5.2 Sensibilité à l'endommagement du béton

Les résultats présentés portent sur les échantillons ayant subi des chocs thermiques (T0, T1 et T2) à l'état saturé.

- **Paramètre α_{c1}**

Le tableau 6.5 donne les valeurs trouvées pour le paramètre α_{c1} . Les notations « ech1 » à « éch4 » correspondent aux 4 différents échantillons étudiés, ayant subi les mêmes traitements. La notation « n.d » signifie « non déterminé », la cause de ces valeurs non déterminées est expliquée dans la suite du paragraphe.

| | α_{c1} ($\times 10^7$) | | | | Moyenne | Ecart-type |
|----|---------------------------------|------|-------------|------|------------|------------|
| | éch1 | éch2 | éch3 | éch4 | | |
| T0 | <i>n.d.</i> | 5 | 16 | 7 | 9 | 6 |
| T1 | 25 | 49 | <i>n.d.</i> | 22 | 32 | 15 |
| T2 | <i>n.d.</i> | 143 | 173 | 293 | 203 | 79 |

Tableau 6.5 Evaluation du paramètre α_{c1} pour différents niveaux de dégradation
n.d = non déterminé

Les résultats obtenus montrent des similitudes avec les résultats de dynamique rapide. Les variations observées sont beaucoup plus importantes que celles des paramètres linéaires. Une nouvelle fois, la distinction entre les états T0 et T1, bien que très nette (+240%), est nettement moins marquée que celle entre T1 et T2 (+530%).

Notons également que pour les échantillons n°2 et 4, pour lesquels toutes les mesures ont été exploitables, le paramètre α_{c1} révèle une distinction très claire entre chaque état de dégradation.

Certaines mesures se sont avérées inexploitables. La figure 6.26 illustre le type de résultats consécutifs aux problèmes d'interface échantillon/transducteur pouvant encore intervenir. Le signal transmis semble correct, mais des mouvements relatifs entre échantillon et transducteurs identifiables lors du traitement des données (figure 6.26) rendent inexploitables ces dernières. Les expériences n'ont pas toujours pu être renouvelées suite au traitement des données.

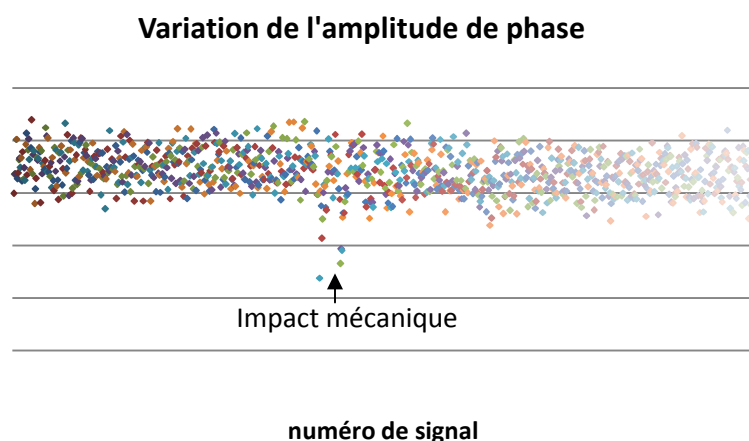


Figure 6.26 Exemple de données résultantes d'une interface transducteur/échantillons défectueuse

- Paramètre α_{c2}

Le tableau 6.6 présente les résultats obtenus pour le paramètre α_{c2} .

| | $\alpha_{c2} (x 10^7)$ | | | | Moyenne | Ecart-type |
|----|------------------------|------|-------------|------|------------|------------|
| | éch1 | éch2 | éch3 | éch4 | | |
| T0 | <i>n.d.</i> | 20 | 63 | 20 | 34 | 25 |
| T1 | 31 | 51 | <i>n.d.</i> | 65 | 49 | 17 |
| T2 | <i>n.d.</i> | 188 | 376 | 217 | 260 | 101 |

Tableau 6.6 Evaluation du paramètre α_{c2} pour différents niveaux de dégradation
n.d = non déterminé

Les tendances générales observées sont les mêmes pour α_{c2} que pour α_{c1} , à savoir une augmentation beaucoup plus marquée entre les états T1 et T2 (+430% en moyenne) qu'entre T0 et T1 (+42% en moyenne). Bien que l'augmentation moyenne de α_{c2} ne soit que de 42% entre T0 et T1, il faut à nouveau noter que dans le cas des échantillons pour lesquels toutes les données sont disponibles (échantillons 2 et 4) cette augmentation est au moins de 150%.

6.5.3 Conclusion

Le paragraphe 6.5 a permis de se focaliser sur les problématiques expérimentales notamment certaines étapes essentielles dans ce type d'expérience (interaction d'ondes):

- La mise en place de l'échantillon a un aspect plus critique que dans le cas des expériences de résonance. Le fait de travailler sur les conséquences d'un impact unique et donc sur un intervalle de temps très court oblige à une plus grande précision sur les mesures.
- Le traitement et l'analyse des données offre de nombreuses possibilités. Le choix fait pour cette étude ne représente qu'une exploitation partielle de l'expérience. Des travaux sont en cours afin d'explorer d'autres approches (notamment l'analyse d'autres fenêtres du signal temporel).

Il a également été montré que les paramètres α_{C1} et α_{C2} utilisés présentent une grande sensibilité à l'endommagement, une nouvelle fois très supérieure à celle des paramètres linéaires, puisqu'ils sont respectivement multipliés par 20 et par 8 entre les états T0 et T2 alors que UPV et E_{dyn} varient respectivement de 7% et 17%.

Aussi, bien que la sensibilité de α_{C2} soit moins grande de celle de α_{C1} , ce paramètre a pu être utilisé avec succès et présente malgré tout une bonne sensibilité à l'endommagement du béton. Il sera dans la suite de cette étude considéré comme le paramètre de référence pour d'exploiter les essais d'interaction d'ondes car il apparaît comme plus représentatif que α_{C1} du comportement élastique non linéaire instantané du béton (cf §6.5.1)

6.6 Discussion

6.6.1 Différents paramètres pour différentes informations

Il n'existe pas, à ce jour, d'uniformité sur les méthodes, les protocoles, l'instrumentation ou les paramètres utilisés afin de caractériser l'élasticité non linéaire du béton. D'une manière générale, l'ensemble des travaux développés dans la littérature et dans cette étude ne peuvent pourtant viser qu'à étudier deux catégories de paramètres :

- Les paramètres relatifs au comportement instantané du matériau, définis à partir d'une sollicitation d'amplitude graduelle (résonance en dynamique rapide et interaction d'ondes);
- Les paramètres relatifs au comportement différé du matériau, définis à partir d'une sollicitation d'amplitude constante, pendant ou après une sollicitation d'amplitude élevée (dynamique lente).

Ces deux aspects sont pris en compte dans la loi de comportement la plus communément admise, déjà présentée dans la revue de littérature :

$$\sigma = E(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) \cdot \varepsilon \quad (6.13)$$

$$\text{Avec } E(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = E_0 \{ 1 - \underbrace{\beta\varepsilon - \delta\varepsilon^2 - \alpha[\Delta\varepsilon]}_{\text{Comportement instantané}} + \underbrace{\varepsilon(t)\text{sign}(\dot{\varepsilon})}_{\text{Comportement différé}} + \dots \} \quad (6.14)$$

Comportement instantané

Comportement différé

L'étude comparative proposée a cependant indiqué que les principales manifestations du comportement hystérétique instantané (décalage fréquentiel, atténuation, génération d'harmoniques) n'ont pas nécessairement les mêmes origines physiques. Il semble en conséquence réducteur d'utiliser un seul indicateur « α » pour le définir, puisqu'il a été montré que ses variations peuvent être très différentes suivant le phénomène non linéaire exploité pour le définir. De plus, bien que dynamique rapide et dynamique lente apparaissent simultanément dans le matériau [Johnson & Sutin, 2005], elles ne semblent pas non plus pouvoir être liés par un même paramètre α .

La figure 6.27 illustre la variabilité des paramètres non linéaires étudiés dans le paragraphe 6.3 suivant l'état du béton.

- Par exemple, à l'état T1, les paramètres δ et α_{h3} relatifs à la 3^e harmonique n'ont pas présenté d'augmentation par rapport à l'état initial, contrairement à l'ensemble des autres paramètres étudiés.
- Lorsque les bétons ont été portés à l'état T2, les paramètres α_f et α_Q ont continué à montrer une augmentation relativement régulière tandis que les paramètres relatifs à la génération d'harmonique ont tous subi une hausse extrêmement marquée (jusqu'à un facteur 200 par rapport à l'état initial).
- Enfin, entre les états T2 saturés et non saturés, il a pu être observé que la présence d'eau dans le béton avait tendance à faire diminuer α_f mais augmenter α_Q .

Ces constatations, développées dans les paragraphes suivants, soulignent l'écart persistant entre les modèles utilisés et la réalité physique des phénomènes non linéaires hystérétiques.

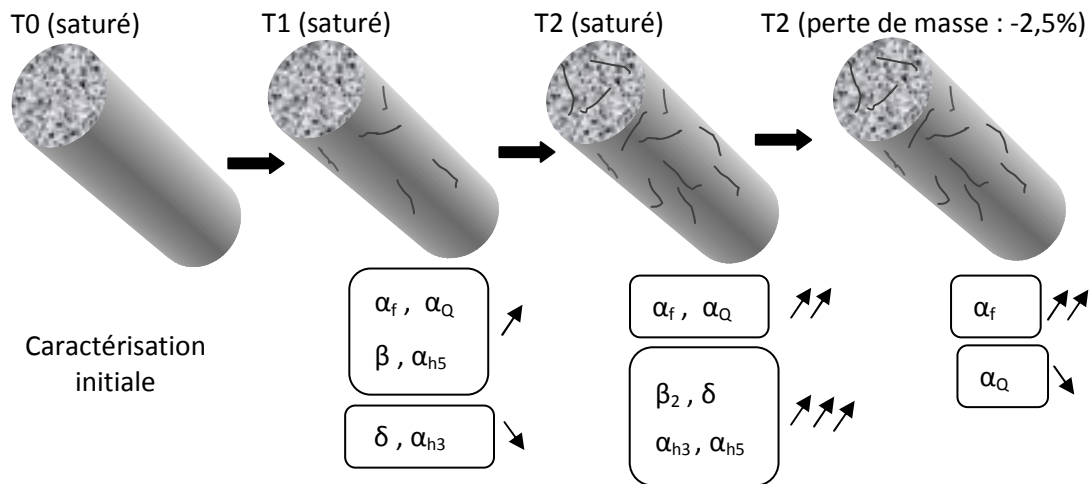


Figure 6.27 Exemple de la variabilité des paramètres non linéaires suivant l'état du béton

6.6.2 Sensibilité des différents paramètres étudiés à l'endommagement du béton

Les méthodes étudiant le comportement non linéaire instantané du béton (résonance en dynamique rapide et interaction d'ondes) se sont avérées être les plus sensibles à l'endommagement progressif du béton.

Le paragraphe 6.3 a pu montrer que, parmi les paramètres proposés dans la littérature afin de caractériser la non linéarité hystérétique du béton par méthode de résonance en dynamique rapide, le paramètre α_f (décalage fréquentiel) semble être le plus représentatif de l'endommagement global du matériau. Il s'est avéré être le plus efficace à distinguer différents états de dégradation du béton. Le paramètre α_Q (atténuation) est également apparu sensible à la détection de fissures dans le béton mais la dispersion des mesures le rendent moins précis que α_f pour distinguer différents états d'endommagement étudiés.

Le paragraphe 6.5 aborde une caractérisation de la non-linéarité par une méthode et un dispositif expérimental totalement différents, sans faire intervenir le phénomène de résonance. La figure 6.28 montre cependant que les paramètres α_f - issu de la méthode de résonance en dynamique rapide - et le paramètre α_{C2} - issu de la méthode d'interaction d'ondes - présentent des variations similaires sur les bétons endommagés par chocs thermiques (saturés).

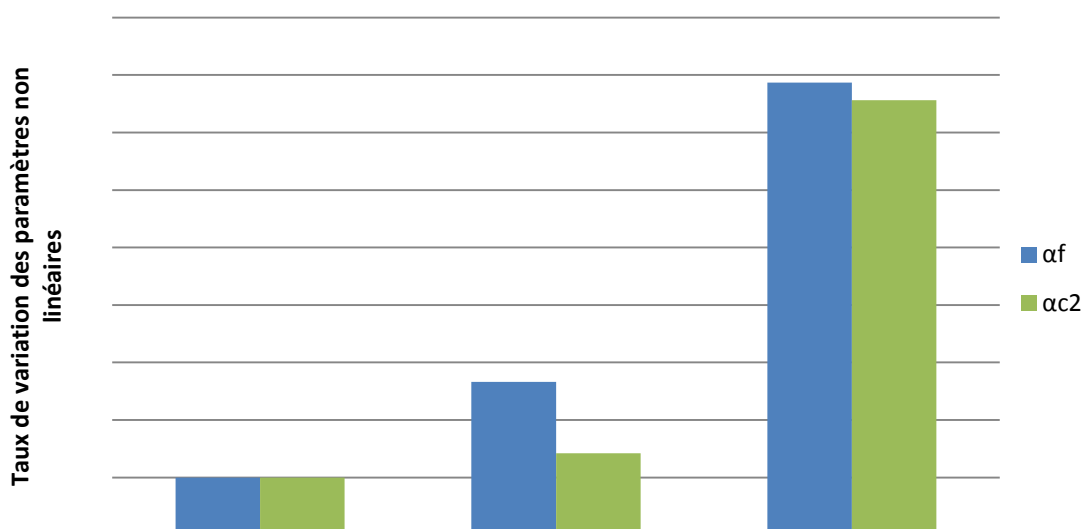


Figure 6.28 Taux de variation des paramètres α_f et α_{c2} sur les bétons endommagés par chocs thermiques

Ces résultats confortent la méthode d'analyse actuellement utilisée pour définir le paramètre α_{c2} . Vitesse des ondes et fréquence de résonance du matériau sont en effet supposées être directement liés, il est ainsi montré qu'en employant indifféremment un de ces deux paramètres comme référence lors de l'estimation de paramètres non-linéaires (utilisation du décalage fréquentiel pour α_f et du changement de phase du signal pour α_{c2}), il est possible de retrouver une sensibilité presque identique à l'endommagement du béton.

Le tableau 6.7 donne les coefficients de variation obtenus sur le calcul des valeurs moyennes de α_f et α_{c2} pour les bétons endommagés par chocs thermiques.

| | α_f | α_{c2} |
|-----------|------------|---------------|
| T0 | 5% | 73% |
| T1 | 20% | 35% |
| T2 | 25% | 39% |

Tableau 6.7 Coefficient de variation pour les paramètres α_f et α_{c2}

Ces données révèlent une plus grande incertitude expérimentale de la méthode d'interaction d'ondes par rapport à celle de résonance en dynamique rapide, puisque les coefficients de variation de α_{c2} sont systématiquement plus élevés que ceux de α_f . Il est ainsi montré que dans le cadre d'essais en laboratoire (éprouvettes de petite taille), la méthode de résonance en dynamique rapide paraît plus fiable que la méthode d'interaction d'ondes

Les paramètres relatifs à la génération d'harmoniques présentent également un intérêt manifeste vis-à-vis de la caractérisation de l'endommagement du béton. Tous augmentent d'un

facteur 10 à 100 entre les états T1 et T2, alors que la vitesse moyenne des ondes ultrasonores passe de 4340 m/s à 4240 m/s. Pourtant, leurs variations ne sont pas significatives quand UPV passe de 4580m/s à 4340m/s (entre T0 et T1). Ces vitesses ultrasonores sont néanmoins toutes considérées comme indicatives d'un béton de bonne qualité. Les harmoniques générées dans le béton sont donc très sensibles à une caractéristique de la fissuration (la quantité, la taille moyenne d'ouverture ou la localisation de certaines fissures par exemple) qui n'a pas pu être déterminée dans cette étude. Cependant, étant donné la fissuration encore relativement peu marquée observée à l'état T2 (en microscopie optique à grossissement 16x), cette caractéristique de fissuration paraît difficile à identifier dans le béton. Bien que des examens pétrographiques à fort grossissement ou des analyses par tomographie des rayons X puissent contribuer à cette identification, il serait plutôt recommandé de passer par l'étude de matériaux cimentaire plus homogènes que le béton (coulis, mortiers).

Finalement, la résonance en dynamique lente s'est avérée être la méthode non linéaire la moins sensible à l'endommagement du béton. Que ce soit en observant les variations relatives du module d'élasticité ($\Delta E/E_0$) au début de conditionnement ou le temps de fluage dynamique τ , il n'a pas été possible de distinguer clairement les états d'endommagement T1 et T2. Bien qu'il ne soit toujours pas évident d'expliquer la physique des phénomènes en jeu, ces infirmations indiquent que la composante « instantanée » du module d'élasticité hystérétique (équation 6.14) est plus influencée par l'endommagement du béton que sa composante « différée ».

6.6.3 Influence de l'eau

Les paragraphes 6.3.4 et 6.4 (résonance en dynamique rapide et lente) ont permis d'étudier l'influence de la teneur en eau sur la non-linéarité du béton.

Les expériences menées en dynamique rapide ont montré que l'influence de l'eau sur le comportement non linéaire instantané du béton ne peut être caractérisée indépendamment de l'état d'endommagement de celui-ci : plus la fissuration est importante, plus la présence ou l'absence d'eau dans les fissures a un impact sur le comportement non linéaire. En particulier, il a été montré qu'à l'état T1, α_f pouvait avoir une variation l'ordre de 100% entre un échantillon saturé et un échantillon non saturé ; cette variation pouvant atteindre un facteur 12 à l'état T2. Ces résultats peuvent être mis en relation avec les travaux de Johnson et *al.* réalisés sur des roches à différents états de saturation [Johnson et *al.*, 2004]. Des comportements très différents ont pu être observés suivant le type de roche observée (figure 6.29). Les auteurs proposent une interprétation physique des variations observées sur le grès, mais ne parviennent pas à interpréter le comportement de la craie.

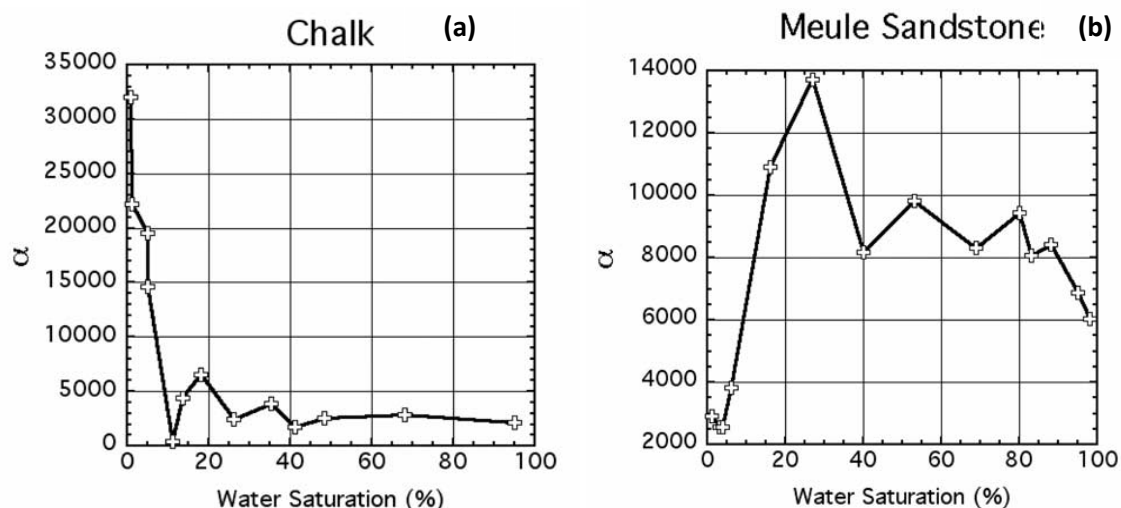


Figure 6.29 Influence de la saturation en eau sur le paramètre α_f pour de la craie (a) et du grès (b), d'après [Johnson et al., 2004]

Ce type d'observations semble confirmer que l'influence de l'eau dans les géomatériaux tels que les roches ou le béton est conditionnée par leur structure. Dans le cas du béton, l'apparition de fissures peut être identifiée comme un changement de structure mésoscopique. La taille des fissures peut alors influencer les processus d'adsorption et de condensation capillaire (figure 6.30).

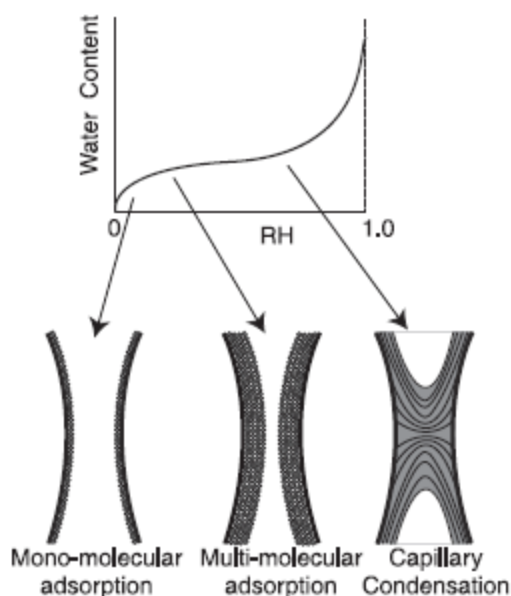


Figure 6.30 Processus de sorption : adsorption et condensation capillaire [Van Den Abeele et al., 2002]

Lorsque les fissures sont pratiquement fermées (hypothèse de l'état T1), l'adsorption d'eau sur leur surface conduit rapidement à un phénomène de condensation capillaire (figure

6.30), de sorte qu'un assèchement du béton supérieur à ceux étudiés dans cette étude est probablement nécessaire pour créer un vide d'air entre les deux faces d'une fissure. Il en ressort que pour les mesures effectuées, les interfaces des fissures sont probablement restées relativement similaires (liées par une pellicule d'eau) entre les différents états de saturation.

Lorsque les fissures se sont légèrement élargies (état T2), la perte d'eau dans le béton peut avoir tendance à générer plus rapidement un vide d'air au niveau des fissures les plus larges et modifier ainsi considérablement leurs mouvements lors d'une sollicitation dynamique. Ces mouvements peuvent en effet être plus « amples » en raison de la résistance limitée opposée par l'eau par rapport à un état saturé, ce qui conduit à une augmentation de la non-linéarité du matériau.

Le comportement différé du béton (paragraphe 6.4) diffère quelque peu de son comportement instantané vis-à-vis de l'influence de l'eau. S'il apparaît possible de caractériser l'augmentation de la teneur en eau dans le béton par l'augmentation du temps de fluage dynamique τ , cette augmentation semble être peu dépendante de l'état d'endommagement du béton. Le tableau 6.4 indique bien que la variation de τ est supérieure entre un béton saturé et un béton non saturé pour l'état T2 ($\Delta\tau=1300$) plutôt que pour T1 ($\Delta\tau=800$), cette différence est toutefois nettement moins marquée que celles observées pour α_r .

6.6.4 Potentiel des méthodes non linéaires vis-à-vis du diagnostic de la RAS

L'étude menée dans le paragraphe 6.4 est à mettre en relation avec les travaux récents menés au GRAI [Kodjo et al., 2011] où il a été montré que la présence de produits de réaction dans les fissures du béton semble augmenter significativement la durée de la réponse du béton en dynamique lente (paramètre τ). Les travaux menés dans le cadre de cette thèse ayant montré que la présence d'eau dans les fissures tend également faire augmenter τ , une attention particulière sera portée sur la différence entre les échantillons saturés en eau étudiés dans ce chapitre et les échantillons dégradés par la RAS présentés dans le chapitre 7.

La dynamique rapide est en revanche plus apte à suivre la fissuration progressive induite par la RAS dans le béton. Le suivi de la fissuration sera privilégié par le fait que les échantillons dégradés par la RAS sont conservés dans des conditions d'humidité relative supérieures à 95%, ils peuvent donc être considérés comme maintenus à l'état proche de la saturation. Les variations des paramètres non linéaires pourront donc être principalement attribuées au développement de la fissuration induite par la RAS et non à leur éventuel séchage.

6.6.5 Bilan comparatif des méthodes utilisées

Les trois méthodes utilisées dans ce chapitre présentent toutes des avantages et des inconvénients notables dans l'optique d'une auscultation optimale du béton. Le tableau 6.8 présente un résumé des points forts et faibles de chaque technique. Les points de comparaison pris en compte sont relatifs aux informations qu'elles peuvent apporter sur l'état du béton, mais aussi à leur facilité d'utilisation. La classification proposée correspond aux capacités des différentes techniques telles qu'employées dans cette étude.

| | | Méthode expérimentale | | |
|---------------------------|--------------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|------------------------|
| | | résonance dynamique rapide | résonance dynamique lente | interaction d'ondes |
| Information recueillie | Sensibilité à l'endommagement | ++ | - | + |
| | Dispersion des mesures | + | n.d. | - |
| | Teneur en eau | + | ++ | n.d. |
| Technique | Durée de l'essai | - | -- | ++ |
| | Traitement et analyse des données | - | -- | -- |
| | Potentiel d'application in situ | - | - | ++ |

Tableau 6.8 Avantages et inconvénients des méthodes non linéaires testées

Les thèmes de la sensibilité à l'endommagement et de l'influence de l'eau ont déjà été discutés dans les paragraphes précédents. Plusieurs commentaires peuvent toutefois être ajoutés par rapport au tableau 6.8 :

- Malgré des sensibilités à l'endommagement comparables, la méthode de résonance en dynamique rapide est considérée comme plus fiable pour cette étude compte tenu des dispersions des mesures (§ 6.6.2).
- La dispersion des mesures n'est pas déterminée pour la méthode de résonance en dynamique lente en raison du nombre limité de mesure effectuée.
- La question de l'influence de l'eau n'a pas été traitée dans cette étude pour la méthode d'interaction d'ondes car la quantité de mesures disponibles est encore insuffisante ; les lignes relatives au potentiel de cette technique pour recueillir des informations sur la présence d'eau dans le béton n'ont donc pas été complétées.

- La résonance en dynamique lente est présentée comme plus pertinente que la dynamique rapide pour caractériser la présence d'eau dans le béton car elle est moins sensible à l'état d'endommagement du béton.

Concernant l'exploitation des résultats, le traitement et l'analyse des données constituent actuellement un point négatif pour l'ensemble des méthodes, en comparaison aux méthodes linéaires. Le traitement visant à exploiter les essais d'interactions d'ondes est actuellement le plus long à mettre en œuvre. Cependant, le traitement des données et la démarche de « fitting » employée pour déterminer le paramètre τ (dynamique lente) sont aussi relativement coûteux en temps.

Le potentiel d'application *in situ* est un point discuté dans la revue de littérature qui n'a pas été approfondi dans cette étude, il est présenté dans le tableau 6.8 à titre indicatif.

CHAPITRE 7

ANALYSE MULTI-ECHELLE DE BETONS ENDOMMAGES PAR LA RAS

7.1 Introduction

Ce chapitre propose de caractériser l'évolution de la RAS dans des bétons de laboratoire à l'aide de plusieurs techniques présentées jusqu'alors séparément.

Dans un premiers temps, les résultats d'une caractérisation par des essais « classiques » sont présentés : expansion des éprouvettes, propriétés mécaniques, examens pétrographiques et acoustique linéaire. Les paragraphes suivants traitent de la caractérisation par l'acoustique non linéaire puis par les analyses physico-chimiques du granulat.

Chaque paragraphe synthétise les informations apportées par chacune des techniques investiguées. La dernière partie propose une discussion sur deux des objectifs centraux de la thèse :

- l'apport des approches physico-chimiques et non linéaires sur la détection de la RAS et la quantification des dégradations engendrée ;
- une interprétation des mécanismes multi-échelles de dégradation du béton par la RAS

Deux mélanges de béton ont été étudiés, un mélange contenant du calcaire Spratt comme gravillon réactif, noté mélange SP, et un mélange contenant du grès de Potsdam, noté mélange PO. Le chapitre 5 a cependant noté que l'analyse physico-chimique n'était pas adaptée à l'étude du grès de Potsdam ; le paragraphe 7.2 ci-dessous confirme par ailleurs la singularité de ce granulat vis-à-vis des essais de laboratoire car le gonflement des bétons observé durant les essais est très limité. Il a en conséquence été choisi de focaliser résultats et discussion finale sur le mélange SP, d'autant plus que le calcaire Spratt est représentatif d'une plus grande « famille » de granulats réactifs (calcaires argileux contenant de la silice) que le grès de Potsdam. Les résultats relatifs au mélange PO sont principalement donnés à titre indicatif, ils permettront de discuter des limites de certaines techniques de caractérisation et paramètres expérimentaux, ainsi que du rôle prépondérant du granulat réactif dans l'étude de la RAS.

7.2 Expansion des éprouvettes

7.2.1 Expansion

Les figures 7.1 et 7.2 donnent les courbes d'expansion des mélanges SP et PO en fonction du temps.

- **Mélange contenant du calcaire Spratt (SP)**

Les éprouvettes ne subissent pas de gonflement durant les premières semaines, un léger retrait est même observé. Cette période de latence à l'initiation de la réaction a déjà pu être observée lors d'une étude précédente employant le même granulat [Sargolzahi, 2009]. Le gonflement intervient au bout de 12 semaines à un taux de 0,002% /semaine.

La faible vitesse de gonflement observée à 28 semaines et le retrait intervenu en début de réaction peuvent être dus à un séchage partiel des échantillons durant les premières semaines (mauvaise mise en place des sacs plastiques destinés à limiter le lessivage des alcalins) comme le montre les pertes de masse observées dans les premières semaines (figure 7.3). Ce séchage partiel peut entraîner une fixation définitive d'une partie des alcalins dans les C-S-H du ciment [Rivard, 2002]. Le manque d'eau peut également limiter le transfert des alcalins vers les sites réactifs. Afin de pallier ce problème et redonner « un élan » au mécanisme expansif, il a été choisi d'immerger les échantillons durant une semaine dans de la soude à 1M avant de les remettre dans des conditions de conservation à 100 % H.R. et 38°C.

Consécutivement à cette étape, la vitesse de gonflement passe à 0,003%/semaine puis ralentit graduellement. Le dernier point de mesure correspond à une expansion moyenne de 0,106%, l'asymptote de gonflement n'est pas encore atteinte.

- **Mélange contenant du grès de Potsdam (PO)**

Les éprouvettes contenant du grès de Potsdam subissent un gonflement constant et relativement faible durant 52 semaines (figure 7.2). Une légère perte de masse en début de réaction (figure 7.4) indique des problèmes de séchage similaires à ceux observés pour le mélange SP, les échantillons ont donc également été plongés dans la soude (1M) durant une semaine, ce qui a provoqué une prise de masse mais n'a pas affecté particulièrement la vitesse de gonflement.

Une expansion moyenne de 0,04% est finalement mesurée après 78 semaines. Bien que la formulation employée ne corresponde pas exactement aux normes CSA, cette valeur de

gonflement qualifierait le grès de Potsdam comme un granulat non réactif. Le comportement marginal de ce granulat face à des essais accélérés a déjà pu être discuté dans les chapitres 4 (essai « Microbar ») et 5 (essais en milieu réactionnel modèle).

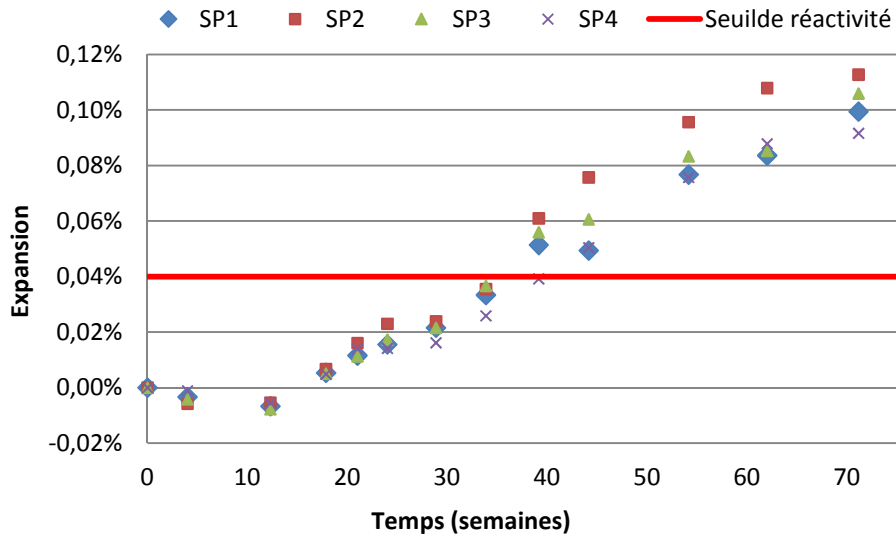


Figure 7.1 Expansion des éprouvettes contenant du calcaire Spratt

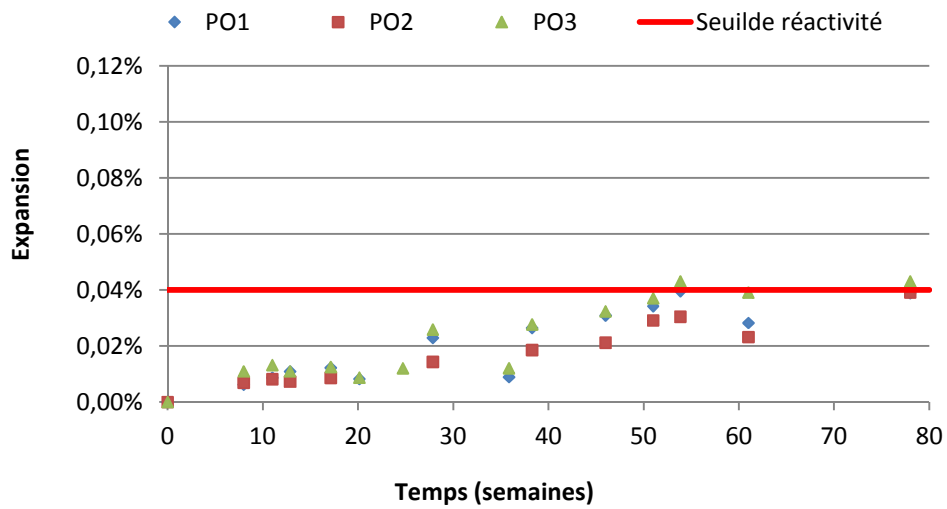


Figure 7.2 Expansion des éprouvettes contenant du grès de Postdam

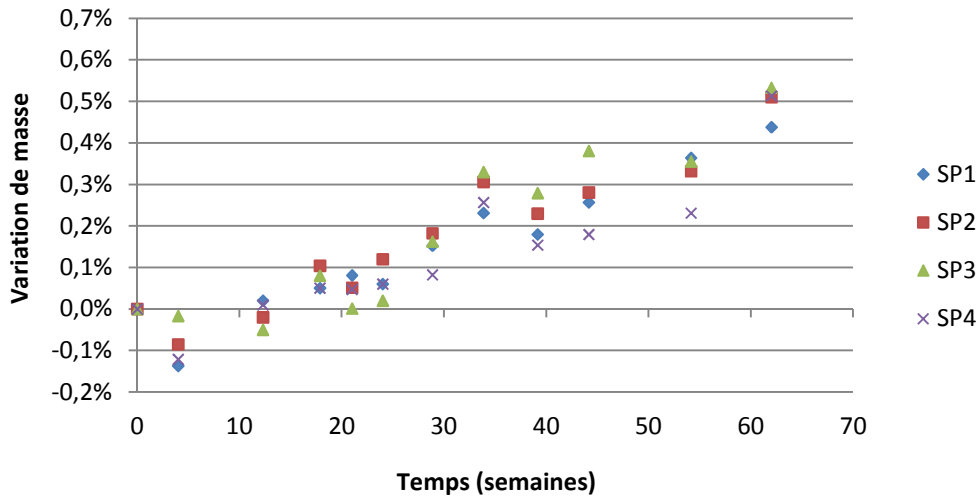


Figure 7.3 Variation de masse des éprouvettes contenant du calcaire Spratt

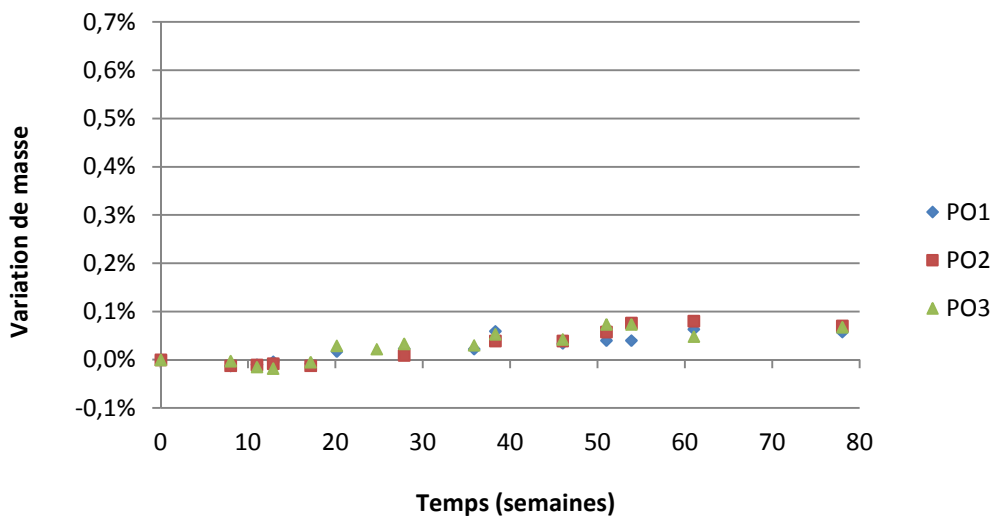


Figure 7.4 Variation de masse des éprouvettes contenant du calcaire Spratt

7.2.2 Relation entre expansion et variation de masse

La relation entre expansion moyenne et variation moyenne de masse est illustrée à la figure 7.5 pour les deux mélanges considérés. Les pentes respectives obtenues pour les mélanges SP et PO sont de 0,19 et 0,38. Ces valeurs sont particulièrement élevées et caractéristiques de mélanges réactifs puisqu'un mélange non gonflant présente généralement des pentes de l'ordre de 0,03 [Rivard, 2002 ; Sargolzahi, 2009] pour des mêmes conditions de conservation.

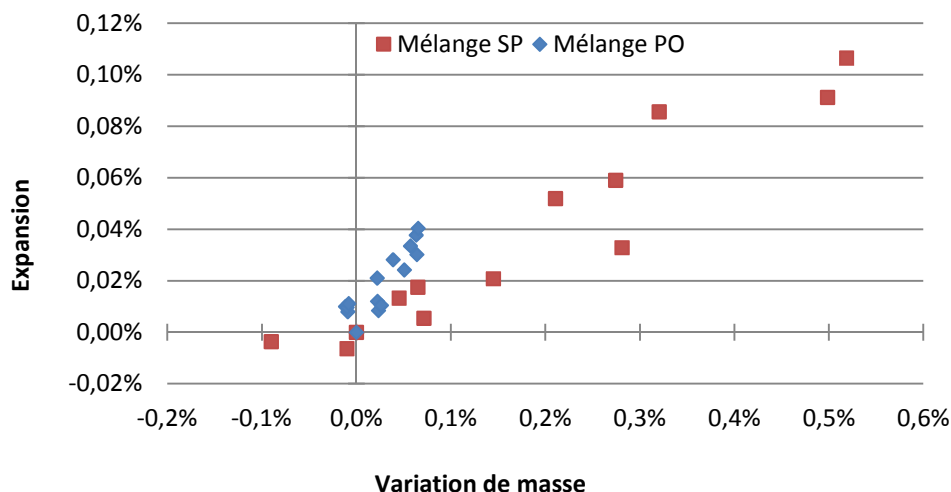


Figure 7.5 Relation entre variation de masse et expansion pour les mélanges SP et PO

7.2.3 Choix des points d'étude

Rappelons que l'intérêt, pour cette étude, des essais de gonflement sur bétons de laboratoire est de générer des dégradations suffisantes (dans un délai raisonnable) pour pouvoir être observées à différentes échelles d'observation à l'aide des différentes méthodes mises en œuvre. Comme dans l'ensemble de la littérature sur la RAS, l'expansion sera considérée comme un indicateur de référence de la dégradation causée.

Les points d'étude correspondent aux taux d'expansion pour lesquels l'ensemble des techniques d'analyse sont mises en œuvre.

- **Cas du mélange contenant du calcaire Spratt (SP)**

Afin de pouvoir considérer des états de dégradation distincts, 4 états ont été étudiés via l'ensemble des techniques d'analyse : **l'état initial, puis à 0,033%, 0,059% et 0,091% d'expansion.** Dans la suite de l'étude, afin de faciliter la lecture des données, **les valeurs d'expansion sélectionnées seront approximées à : 0%, 0,03%, 0,06% et 0,09%.**

- **Cas du mélange contenant du grès de Potsdam (PO)**

Les valeurs d'expansion prises en compte pour suivre la dégradation des bétons contenant du grès de Potsdam sont : **0%, 0,011%, 0,028% et 0,040%** ; qui seront approximé dans la suite de l'étude à **0%, 0,01%, 0,03% et 0,04%**.

7.3 Suivi pétrographique de l'endommagement

Les examens pétrographiques ont été réalisés en microscopie optique à un grossissement 16x, le protocole d'analyse est présenté dans le paragraphe 3.4.4. (Chapitre 3 - programme expérimental).

7.3.1 Mélange contenant du calcaire Spratt (SP)

Le suivi par analyses pétrographiques de la dégradation sur les bétons du mélange SP montre clairement une augmentation des indices caractéristiques de la RAS pour des taux d'expansion croissants (figures 7.6 et 7.7).

- A l'état initial, quelques fissures attribuées au concassage et à l'historique tectonique sont visibles dans des granulats (figure 7.6a).
- A 0,03% d'expansion, la dégradation n'est pas encore très marquée. Elle se caractérise principalement par une augmentation du nombre de fissures dans les granulats (figure 7.6b). La présence de gel de réaction semble très limitée. Cette présence est difficile à identifier car les fissures sont encore très fines et la présence de poudre corrosive - de couleur grisâtre - utilisée pour le polissage à l'intérieur des fissures peut biaiser les observations. Par ailleurs, l'absence de fissures dans la pâte de ciment indique que le retrait observé en début de réaction (figure 7.1) n'a apparemment pas endommagé le béton.
- A 0,06% d'expansion, des fissures ouvertes sont visibles, certaines commencent à se propager dans la pâte de ciment (figure 7.6c). Les fissures, plus nombreuses, et la présence de gel dans le granulat deviennent plus facilement visibles.
- Lorsque l'expansion atteint 0,09%, la manifestation de dégradation la plus notable est la présence d'importants réseaux de fissures dans les granulats (figures 7.6d et 7.6e). La présence de gel n'est toujours pas évidente, il est possible qu'une partie soit « arrachée » lors du polissage. La figure 7.6f illustre la présence de gel blanc laiteux dans une fissure, qu'il faut différencier de la couleur grisâtre des fissures à de plus faibles grossissements.

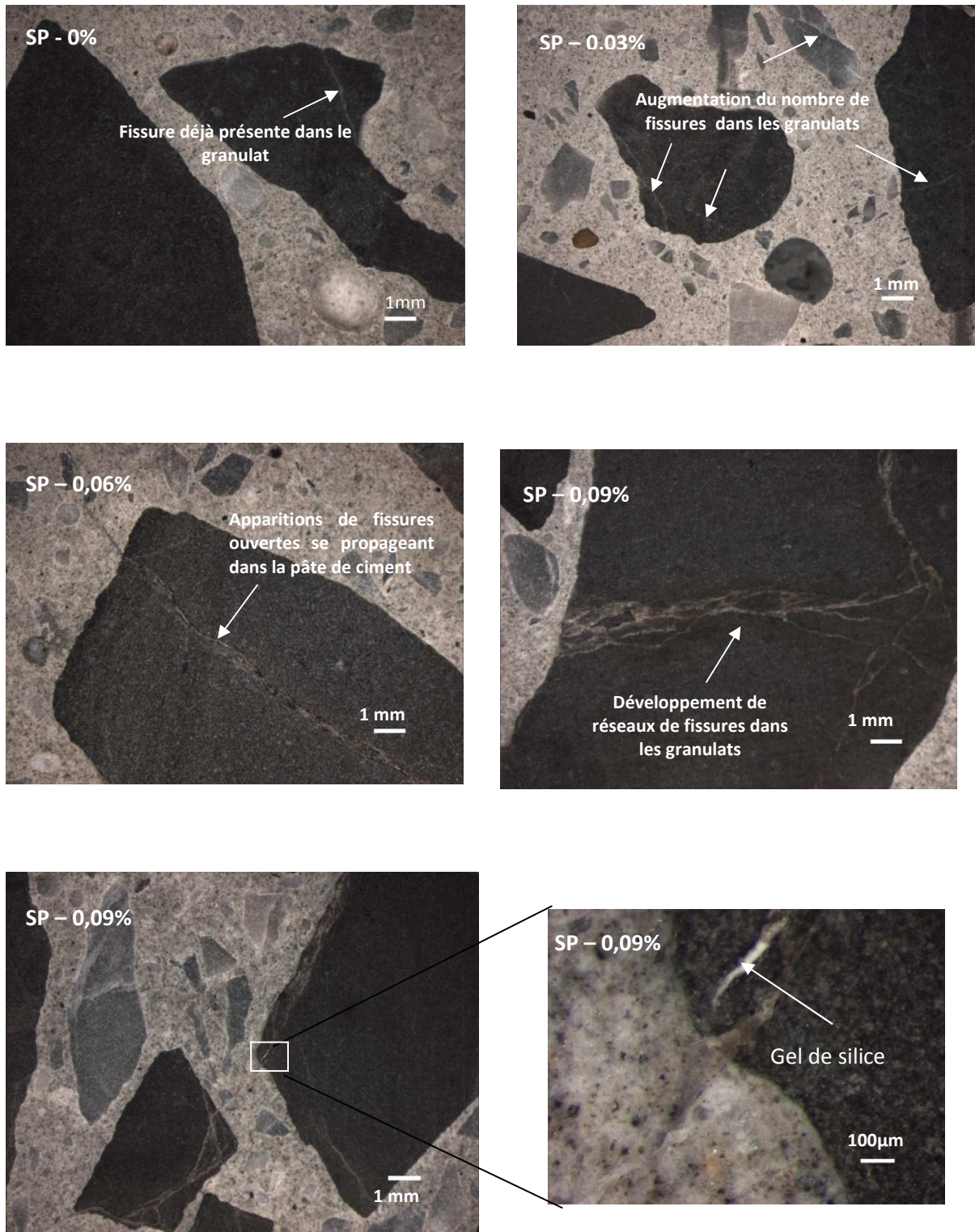


Figure 7.6 Observations pétrographiques sur des bétons du mélange SP à différents niveaux d'expansion

La figure 7.7 présente les valeurs de DRI calculées en fonction de l'expansion. À chaque échéance, 2 rondelles de 10cm de diamètre et 2cm d'épaisseur ont été découpées sur 2 échantillons différents pour effectuer les observations pétrographiques. Les notations utilisées

pour définir les indices pétrographiques ainsi que les pondérations utilisées pour calculer le DRI figurent dans le tableau 3.2 (page 66).

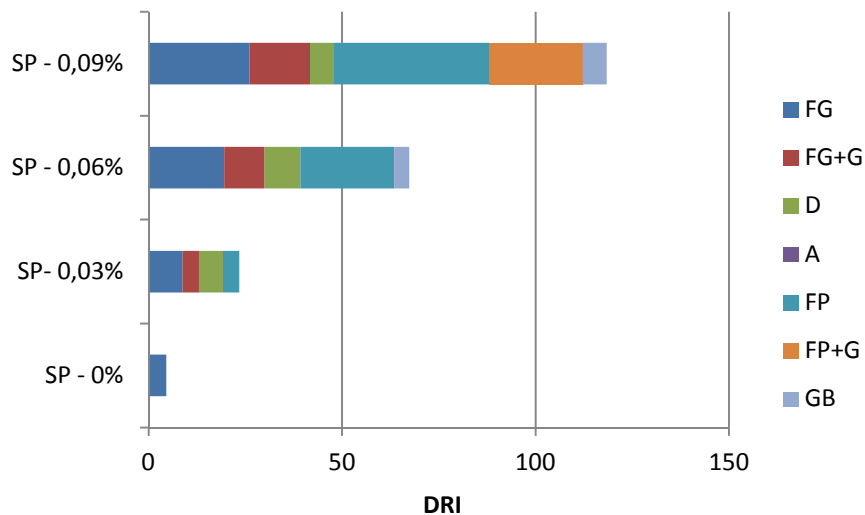


Figure 7.7 Endommagement des éprouvettes du mélange SP (indices pondérés)

Notations des indices pétrographiques : cf tableau 3.2, §3.4.4

Une bonne corrélation est observée entre DRI et expansion (Figure 7.8). L'examen pétrographique quantitatif pratiqué apporte des données pertinentes sur la dégradation interne du béton. Il permet d'observer l'évolution de la fissuration dans le béton et constitue un intermédiaire entre les observations macroscopiques et microscopiques, contribuant à une interprétation plus éclairée des différents résultats.

Par ailleurs, l'observation d'indices caractéristiques (réseaux de fissures dans le granulat, présence de gel) permet de confirmer que les expansions mesurées sont principalement attribuables au développement de la RAS dans le béton.

L'aspect quantitatif de l'examen pétrographique est toutefois limité. La Figure 7.8 compare les DRI calculés sur cette étude avec ceux obtenus sur deux autres études de laboratoire utilisant le même barème [Rivard & Ballivy, 2005 ; Saint-Pierre, 2007]. Les résultats montrent que les valeurs de DRI sont toujours cohérentes pour une étude donnée (augmentation du DRI avec le gonflement du béton), elles peuvent en revanche être très différentes en fonction de l'opérateur. Par exemple, un DRI de 118 est observé dans cette étude à 0,09% de gonflement alors qu'il est de 83 dans l'étude de F. Saint-Pierre à 0,2% de gonflement [Saint-Pierre, 2007]. Une telle différence ne peut s'expliquer par la seule différence entre les formulations, mais bien par des différences importantes entre opérateurs sur le comptage des indices pétrographiques. La figure 7.6d illustre bien les difficultés pouvant être rencontrée lors du comptage des fissures.

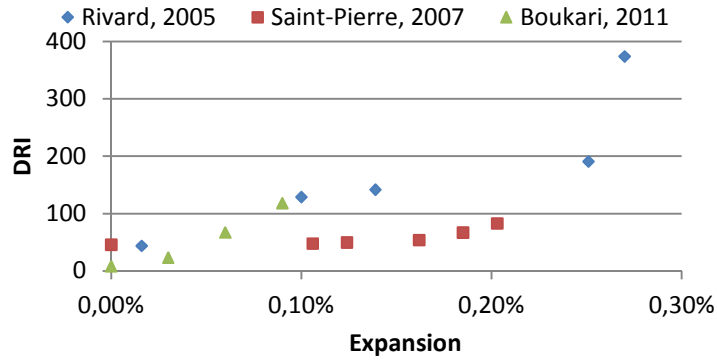


Figure 7.8 DRI mesurés sur différentes études en laboratoire

Le deuxième point critique de l'examen pétrographique quantitatif est la pondération attribuée aux différents indices, très discutable et discutée (comptage des fissures, différenciation entre fissures ouvertes ou fermées, etc.).

Afin de s'affranchir partiellement de ces débats, la figure 7.9 présente les indices non pondérés. Elle permet de mieux représenter le fait que les fissures dans les granulats (FG) sont, dans ce cas d'étude, les dégradations les plus manifestes. La différence entre les figures 7.6a et 7.6d illustre bien la différence entre l'état sain et un état dégradé vis-à-vis de la fissuration.

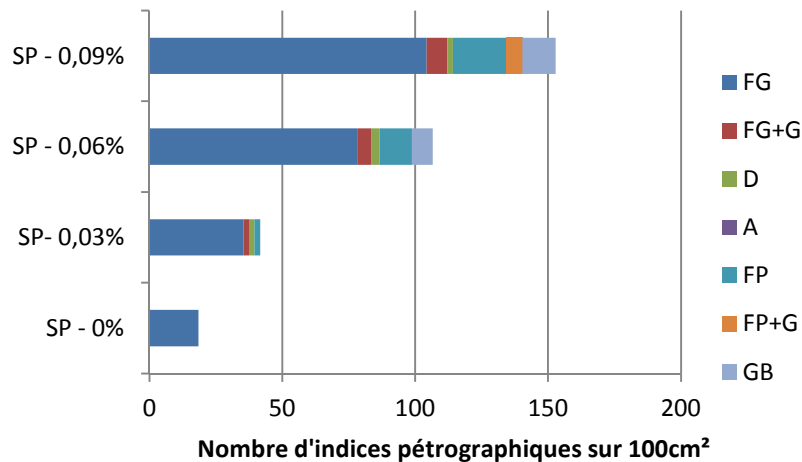


Figure 7.9 Endommagement des éprouvettes du mélange SP (indices non pondérés)

Notations des indices pétrographiques : cf tableau 3.2, §3.4.4

7.3.2 Mélange avec du grès de Potsdam (PO)

Tout comme l'expansion, les indices pétrographiques observés sur le mélange PO sont limitées par rapport au mélange SP. De plus, les granulats Spratt et Potsdam étant très différents en termes de structure et de composition minéralogique, leur dégradation prend également des

formes différentes. Dans le cas du grès de Potsdam, la principale manifestation de la RAS est l'apparition d'une auréole de réaction de teinte foncée sur le pourtour intérieur du granulat. La figure 7.10a illustre l'apparition d'auréoles, dès 0,01% d'expansion, relativement fines et ne faisant pas nécessairement le tour complet des granulats. Sur les figures 7.10b et 7.10c, correspondant à une expansion de 0,04%, les auréoles sont plus nombreuses et plus larges. La fissuration est peu présente par rapport aux observations faites sur SP.

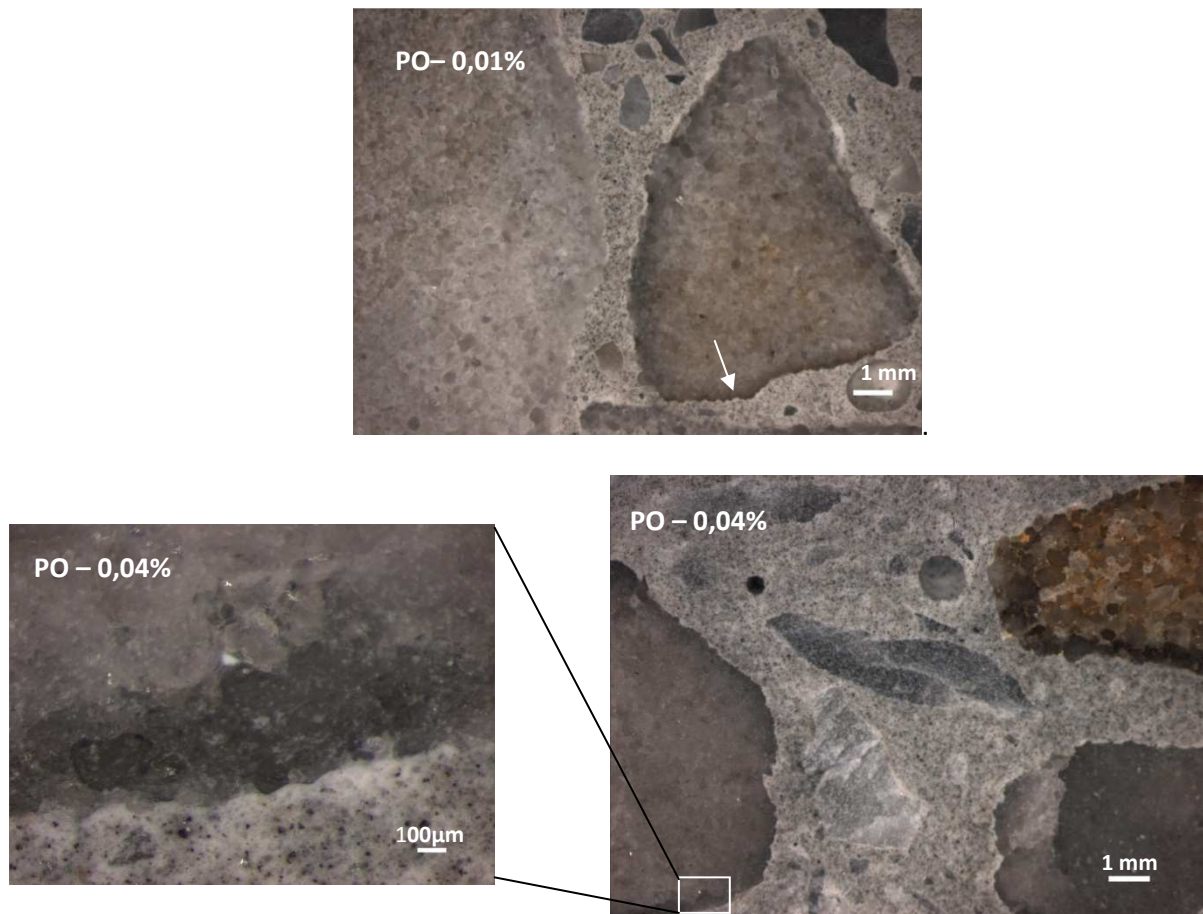


Figure 7.10 Observations pétrographiques sur des bétons du mélange PO à différents niveaux d'expansion

7.4 Propriétés mécaniques

Les tableaux 7.1 et 7.2 donnent les propriétés mécaniques des mélanges SP et PO en fonction de l'expansion. Chaque valeur est moyennée sur deux essais. Les résultats sont discutés dans les paragraphes suivants.

| Semaine | Expansion | Rc (MPa) | Rt (MPa) | E (GPa) |
|---------|-----------|----------|----------|---------|
| 0 | 0,00% | 38,5 | 3,4 | 30,5 |
| 34 | 0,03% | 42,2 | 3,8 | 26,0 |
| 44 | 0,06% | 46,3 | 3,9 | 25,0 |
| 62 | 0,09% | 37,7 | 3,2 | 18,0 |

Tableau 7.1 Valeurs moyenne des propriétés mécaniques mesurées pour le mélange SP (deux échantillons)

| Semaine | Expansion | Rc (MPa) | Rt (MPa) | E (GPa) |
|---------|-----------|----------|----------|---------|
| 0 | 0,00% | 34,2 | 3,6 | 22,5 |
| 34 | 0,01% | 40,7 | 3,5 | 23,5 |
| 44 | 0,03% | 45,9 | 3,8 | 21,5 |
| 62 | 0,04% | 50,0 | 3,8 | 22,5 |

Tableau 7.2 Valeurs moyennes des propriétés mécaniques mesurées pour le mélange PO (deux échantillons)

7.4.1 Résistance à la compression

La figure 7.11 présente les variations de résistance en compression (R_c) pour les mélanges SP et PO.

L'augmentation de R_c pour les deux mélanges est attendue, elle confirme les cas de figure déjà évoqués dans la revue de littérature [Swamy & Alasali, 1988 ; Giaccio et al., 2008] prouvant que la microfissuration causée par la RAS en début de réaction n'a que peu d'influence sur les mécanismes de ruptures impliqués dans les essais de compression. Aussi, dans la « compétition » qui oppose l'hydratation du ciment (hausse de R_c) et la fissuration causée par la RAS (baisse de R_c), la RAS a pour effet de ralentir l'augmentation de R_c par rapport à un béton non affecté.

Lorsque l'expansion du mélange SP atteint 0,09%, il est finalement possible de voir une baisse de R_c , qui redescend à un niveau proche de sa valeur initiale (à 28 jours). La fissuration atteinte après un gonflement de 0,06% finit donc par affecter la résistance mécanique du béton sans que les conséquences ne soient spécialement dommageables.

Pour des taux d'expansion équivalents, R_c augmente plus nettement pour le mélange PO que pour le mélange SP, ce qui traduit un endommagement interne moindre ou plus lent des bétons PO.

7.4.2 Résistance à la traction

La figure 7.12 présente les variations de résistance à la traction (R_t) pour les mélanges SP et PO.

La résistance à la traction est, dans le cas des deux mélanges, plus affectée par la RAS que la résistance à la compression. Une augmentation est observée dans un premier temps, mais dans des proportions moindres que pour R_c (augmentation maximale de 14% contre 20% pour R_c).

Une nouvelle fois, une baisse significative n'est observable que lorsque l'expansion du mélange SP atteint 0,09%. R_t passe alors en dessous de sa valeur initiale (-8%), indiquant la création d'une fissuration importante pour ce niveau d'expansion.

Concernant le mélange PO, R_t reste relativement stable tandis que R_c présente une augmentation significative ; la comparaison entre R_c et R_t permet alors de supposer une légère altération du béton.

7.4.3 Module d'élasticité statique

La figure 7.13 présente les variations du module d'élasticité statique (E) pour les mélanges SP et PO.

Le module d'élasticité est, dans ce cas d'étude, la propriété mécanique la plus sensible à l'endommagement provoqué par la RAS puisque, dans le cas du mélange SP, une baisse est visible dès 0,03% d'expansion. Cette sensibilité du module d'élasticité statique aux dommages causés par la RAS vient appuyer plusieurs autres d'études [Ahmed et al., 2003 ; Saint-Pierre, 2007 ; Kubo et al., 2008 ; Hasparyk et al., 2009]. La variation de E au cours de l'endommagement de SP est même très significative puisqu'elle atteint -41% à 0,09% d'expansion.

Le module d'élasticité des bétons PO reste en revanche relativement stable en ne dépassant pas 4% de variation par rapport à l'état initial. Ces résultats confirment les tendances observées pour les autres propriétés mécaniques montrant que le mélange PO semble beaucoup moins affecté mécaniquement par la RAS que le mélange SP.

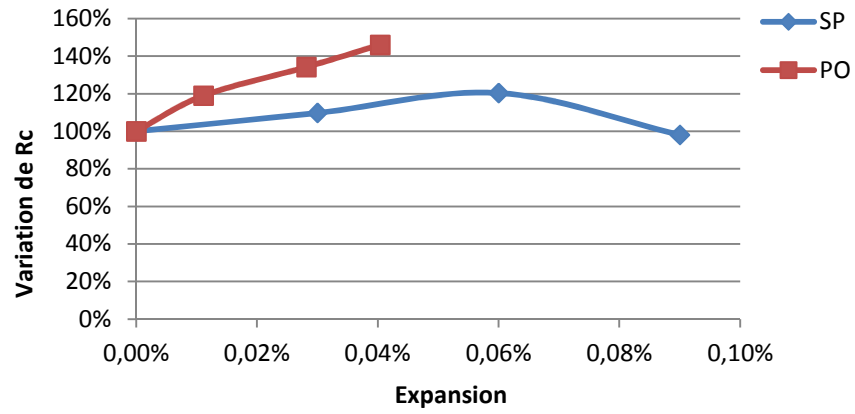


Figure 7.11 Variation de la résistance à la compression pour les mélanges SP et PO

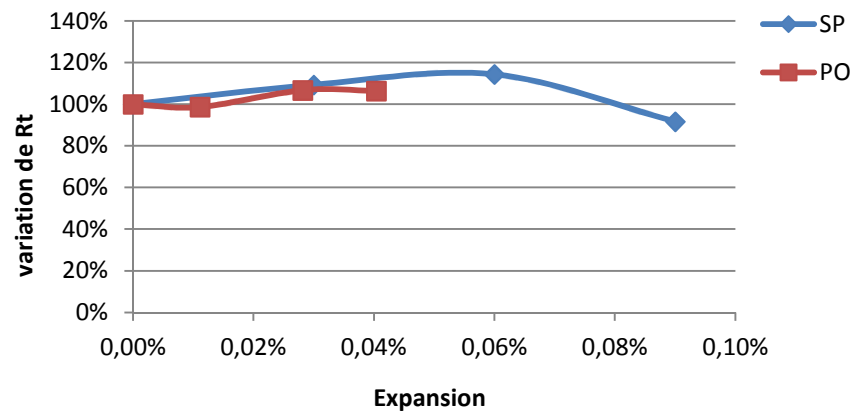


Figure 7.12 Variation de la résistance à la traction pour les mélanges SP et PO

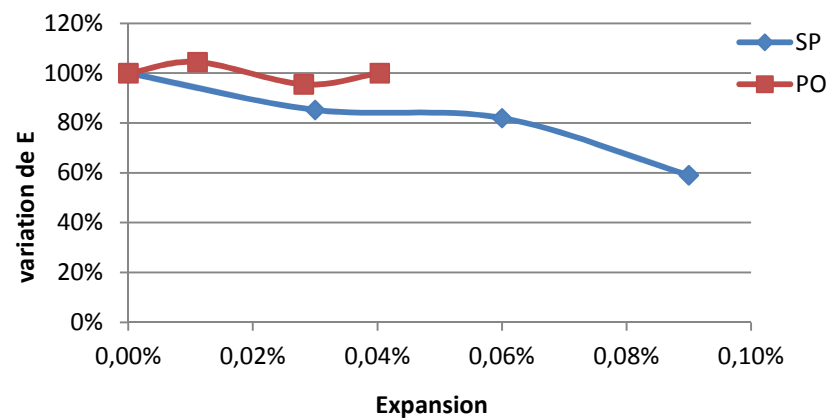


Figure 7.13 Variation du module d'élasticité statique pour les mélanges SP et PO

7.4.4 Bilan sur les propriétés mécaniques

Le suivi des propriétés mécaniques vient confirmer des tendances déjà évoquées dans la littérature. Malgré leur sensibilité limitée à la RAS (hormis le module d'élasticité), ces propriétés restent néanmoins des données de référence pour définir l'état d'un béton.

Dans le cas du mélange SP, les résultats ont montré que la RAS ne faisait que freiner l'augmentation de la résistance à la compression due à l'hydratation du ciment. Après une expansion de 0,09%, R_c subit finalement une baisse pour revenir à son niveau à 28 jours. R_t évolue de façon similaire mais dans des proportions moindres, signe d'une plus grande sensibilité aux dommages causés par la RAS déjà discutée par ailleurs dans la revue de littérature (paragraphe 2.2.4). Enfin, le module d'élasticité est clairement le paramètre le plus sensible à la RAS puisqu'une baisse est enregistrée dès 0,03% d'expansion. En résumé, la RAS n'a affecté significativement la résistance mécanique du béton (compression et traction) qu'au delà d'un gonflement de 0,06%, tandis que son élasticité est diminuée dès le début de la réaction (expansion de 0,03%).

Les résultats du mélange PO montrent que, malgré des indices pétrographiques manifestant la présence de RAS dans le béton (paragraphe 7.3.2), la formation d'auréoles de réaction et la faible quantité de fissures générées ne semblent affecter que légèrement les propriétés mécaniques du béton.

7.5 Acoustique linéaire

Les tableaux 7.3 et 7.4 donnent les résultats des mesures de vitesse ultrasonore « UPV » et module d'élasticité dynamique « E_{dyn} » pour les différentes valeurs d'expansion des bétons. Les valeurs données sont moyennées sur 9 échantillons (6 destinés aux essais destructifs + 3 suivis en non destructifs).

| Semaine | Expansion | UPV (m/s) | E_{dyn} (GPa) |
|---------|-----------|-----------|-----------------|
| 0 | 0,00% | 4570 | 35,5 |
| 34 | 0,03% | 4487 | 32,5 |
| 44 | 0,06% | 4477 | 31,8 |
| 62 | 0,09% | 4602 | 30,6 |

Tableau 7.3 Vitesses ultrasonores et modules d'élasticité dynamique mesurés pour le mélange SP

| Semaine | Expansion | UPV (m/s) | E_{dyn} (GPa) |
|---------|-----------|-----------|-----------------|
| 0 | 0,00% | 4256 | 32,0 |
| 34 | 0,01% | 4194 | 31,1 |
| 44 | 0,03% | 4130 | 27,4 |
| 62 | 0,04% | 4165 | 24,8 |

Tableau 7.4 Vitesses ultrasonores et modules d'élasticité dynamique mesurés pour le mélange PO

7.5.1 Vitesse des ondes ultrasonores

La figure 7.14 présente les variations de UPV en fonction de l'expansion pour les mélanges SP et PO. La vitesse des ondes ultrasonores permet d'estimer la qualité générale du béton mais plusieurs études ont déjà montré qu'elle était peu sensible aux dommages causés par la RAS [Saint-Pierre, 2007 ; Sargolzahi, 2009]. Cependant, au même titre que la résistance à la compression pour les propriétés mécaniques, UPV reste un paramètre non destructif de référence lors d'une première approche d'auscultation.

Les variations maximales observées sont de l'ordre de 3%. Pour les deux mélanges, les valeurs subissent une légère baisse dans un premier temps. L'augmentation observée par la suite peut être attribuée à un remplissage des fissures par des produits de réaction dans le cas du mélange SP. Il est toutefois difficile d'interpréter les résultats en termes de changement dans le matériau compte tenu des faibles variations observées.

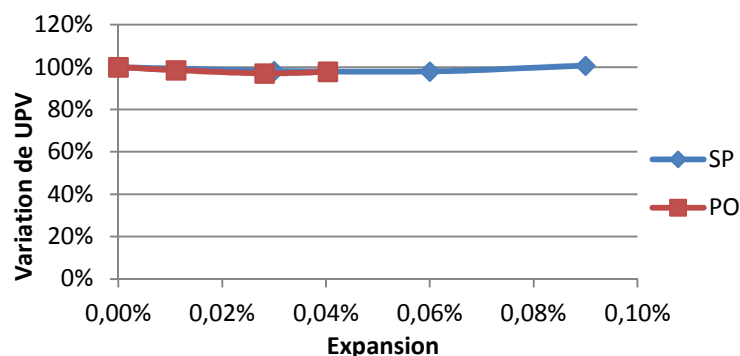


Figure 7.14 Variation de la vitesse des ondes ultrasonores en fonction de l'expansion

7.5.2 Module d'élasticité dynamique

Le module d'élasticité dynamique (E_{dyn}) est nettement plus sensible aux dommages causés par la RAS (figure 7.15) que la vitesse des ondes ultrasonores (figure 7.14). Ce résultat rejoint les observations faites dans de récentes études [Rivard & Saint-Pierre, 2009 ; Sargolzahi et al., 2010a]. Les deux mélanges présentent une baisse régulière avec l'expansion.

De manière surprenante en vue des essais précédents, la baisse de E_{dyn} est supérieure pour le mélange PO par rapport au mélange SP. Cette baisse est de 22% à 0,04% d'expansion pour le mélange PO alors qu'elle n'est que de 14% à 0,09% d'expansion pour SP. L'analyse du rapport E/E_{dyn} donne des éléments complémentaires pour discuter cette différence.

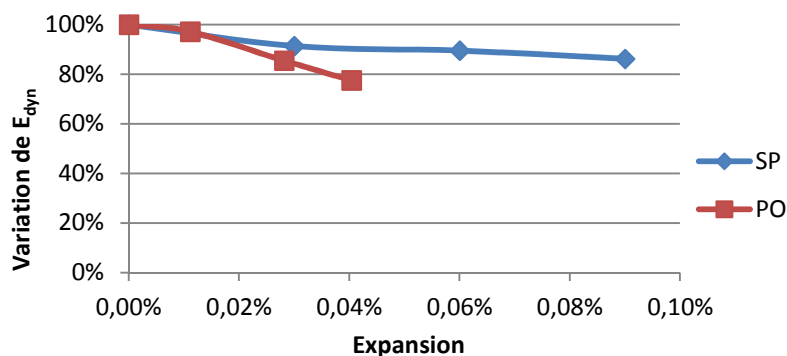


Figure 7.15 Variation du module d'élasticité dynamique en fonction de l'expansion

7.5.3 Relation entre modules d'élasticité statique et dynamique

L'analyse du rapport entre modules d'élasticité statique et dynamique du béton suppose de le considérer comme un matériau viscoélastique. Dans une représentation complexe (figure 7.16), le module viscoélastique d'un matériau, qui correspond ici au module dynamique du béton, est défini comme :

$$E^* = E' + i E'' \quad (7.1)$$

où E^* représente le module complexe (**soit E_{dyn}**), E' la composante élastique du module complexe (**soit le module statique E**) et E'' sa composante visqueuse (module de perte).

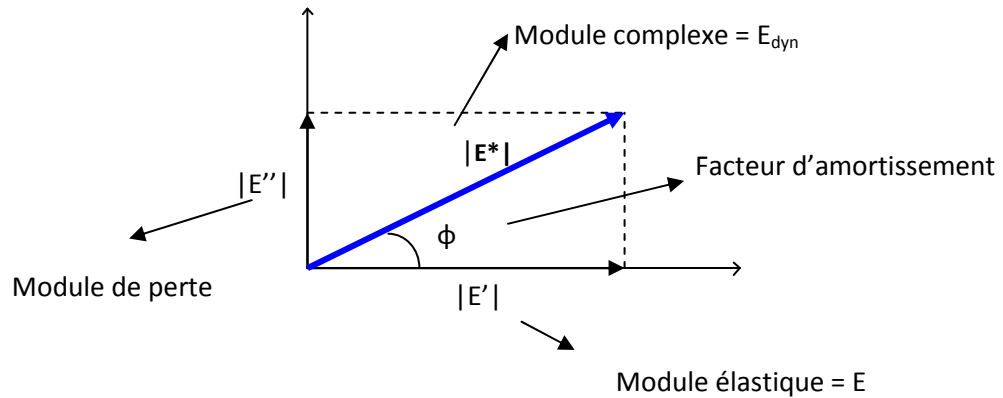


Figure 7.16 Représentation complexe du module dynamique

Le rapport E/E_{dyn} permet alors de caractériser indirectement la composante visqueuse (module de perte) du module d'élasticité dynamique du béton (figure 7.16) : plus le rapport E/E_{dyn} est faible, plus la composante visqueuse du module est importante.

Le tableau 7.5 présente l'évolution du rapport E/E_{dyn} en fonction de l'expansion pour les mélanges SP et PO.

| SP | | PO | |
|-----------|-------------|-----------|-------------|
| Expansion | E/E_{dyn} | Expansion | E/E_{dyn} |
| 0,00% | 0,86 | 0,00% | 0,70 |
| 0,03% | 0,80 | 0,01% | 0,76 |
| 0,06% | 0,79 | 0,03% | 0,79 |
| 0,09% | 0,59 | 0,04% | 0,91 |

Tableau 7.5 Evolution du rapport E/E_{dyn} en fonction de l'expansion

L'évolution de E/E_{dyn} en fonction du gonflement du béton suit des tendances opposés sur les mélanges SP et PO.

Dans le cas du mélange SP, la diminution de ce rapport peut être interprétée par l'apparition progressive de produits de réaction. La présence de gel dans les fissures, agissant comme un amortisseur, aurait tendance à affecter la composante visqueuse (ou module de perte) du module dynamique (figure 7.16). Lors de la baisse générale du module dynamique consécutive à la RAS, sa composante visqueuse diminue alors dans des proportions moindres par rapport à la composante élastique (figure 7.17), il est même possible que la composante visqueuse augmente.

L'étude du rapport E/E_{dyn} pourrait donc permettre de caractériser la présence de gel dans les fissures, ce rapport diminuant avec la présence de gel. Les travaux de Sargolzahi sur la RAS ont

déjà révélé que le rapport E/E_{dyn} s'abaissait de 0,81 à 0,67 pour des bétons ayant atteint une expansion de 0,13% (bétons contenant du calcaire Spratt et conservée à 38°C et 100% H.R) [Sargolzhai, 2009]. Dans le même temps le rapport E/E_{dyn} d'un béton non réactif de référence avait augmenté de 0,78 à 0,86. Cette approche doit cependant être validée, comme dans le cas de la dynamique lente, par une comparaison avec l'effet de la présence d'eau dans les fissures (le béton de référence testé par Sargolzhai n'étant pas fissuré). Le béton endommagé par cycles de gel/dégel et chocs thermiques n'ayant pas été testé mécaniquement, une telle validation ne sera pas disponible dans la présente étude. Par ailleurs, si l'étude du rapport E/E_{dyn} peut permettre de mieux comprendre le comportement mécanique de bétons dégradés par la RAS, son intérêt pratique reste limité par rapport au suivi du simple module dynamique car elle nécessite l'emploi d'essais destructifs.

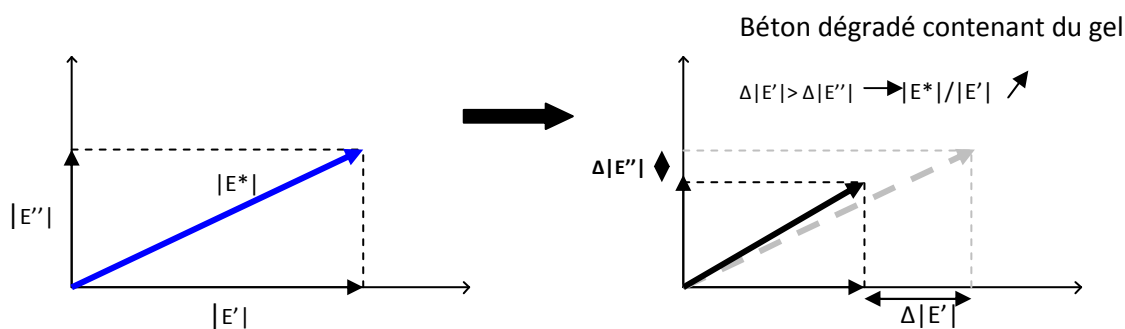


Figure 7.17 Variation des composantes du module dynamique lors d'un endommagement par la RAS avec présence de gel

Le cas du mélange PO est surprenant puisque le rapport E/E_{dyn} augmente au cours de la dégradation : le module dynamique diminue significativement alors que le module statique reste relativement stable.

Un élément d'interprétation de ce phénomène est l'apparition des auréoles de réaction. Les auréoles sont notamment caractérisées par une plus grande densité qu'à l'intérieur du granulat [Rivard *et al.*, 2002b] ; une plus grande quantité de silice dissoute est par ailleurs présente dans la pâte de ciment en périphérie du granulat, pouvant augmenter la réaction pouzzolanique dans cette zone. Les importants changements physico-chimiques intervenant au niveau de l'interface pâte-granulat auraient ainsi pour effet de diminuer le comportement visqueux de cette zone et du matériau dans son ensemble.

Le développement de la RAS dans le grès de Potsdam se caractérise également par une dissolution de la silice réactive servant de ciment inter granulaire et une décohésion des grains de

quartz entre eux (§5.3). Il est également possible que cette légère décohésion soit mieux soulignée lors d'une sollicitation dynamique que statique.

7.5.4 Bilan sur l'acoustique linéaire

Les essais d'acoustique linéaire font office de référence car contrairement aux méthodes non linéaires, les mesures de E_{dyn} et UPV sont des essais normalisés et donc assez couramment employés. Aussi, ces essais servent d'élément de comparaison pour les méthodes non destructives, afin de déterminer si les méthodes acoustiques non linéaires peuvent apporter un complément d'information.

La vitesse ultrasonore est peu affectée par la RAS pour les niveaux d'expansion étudiés. Elle semble même être un paramètre très peu adapté au suivi des dégradations précoces car la microfissuration générée par la RAS et l'hydratation progressive du ciment se compensent au point de ne pouvoir observer aucune variation significative. Par la suite, l'apparition de gel dans les fissures jouerait un rôle auto cicatrisant limitant une fois de plus les variations mesurables. Il ressort que l'ensemble des mesures effectuées ont révélé des vitesses supérieures à 4100 m/s, assimilées à des bétons de bonne qualité. L'utilisation de UPV semble être plus pertinente lorsqu'elle est mesurée directement sur ouvrage. Il existe alors souvent des différences assez marquées dans la qualité locale du béton pour permettre de distinguer les zones les plus endommagées des zones en bon état [Rivard et al., 2010].

Le module dynamique est beaucoup plus sensible aux dommages causés par la RAS que la vitesse ultrasonore. Dans le cas du mélange SP, sa diminution est moindre que celle du module statique (variation maximale de 14% contre 41% pour le module statique) au cours de la dégradation mais sa relation avec l'expansion du béton est presque linéaire. E_{dyn} est en résumé un paramètre non destructif plus adapté à l'étude de l'endommagement précoce causé par la RAS que UPV, il semble en revanche moins adapté que le module d'élasticité statique E (qui est cependant un paramètre destructif).

Lorsque des données sur le module statique sont par ailleurs disponibles, le rapport E/E_{dyn} pourrait permettre d'estimer la quantité de gel présent dans les fissures. Des essais complémentaires sur une plus grande variété de bétons réactifs ainsi que sur les bétons fissurés sans gel sont toutefois nécessaires pour valider cette hypothèse.

7.6 Acoustique non linéaire

7.6.1 Résonance en dynamique rapide

- Cas du mélange SP

Etant données les conclusions du chapitre 6, les paramètres α_f et α_Q sont suivis en priorité ; la figure 7.18 montre leur évolution pour les différents taux d'expansion étudiés.

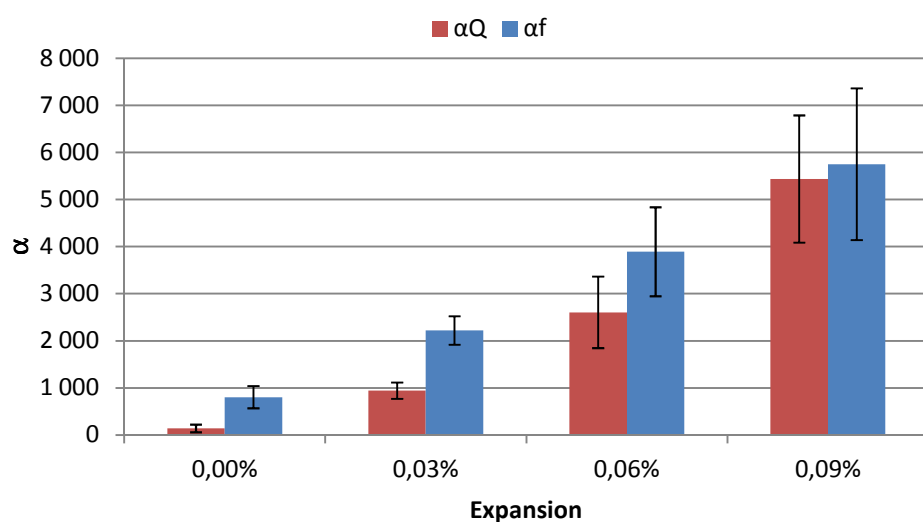


Figure 7.18 Valeurs α_f et α_Q en fonction de l'expansion du béton

Les variations des paramètres α_f et α_Q montrent une bonne corrélation avec l'expansion du béton. Une nouvelle fois, les variations observées sont très nettement supérieures à celles des paramètres linéaires puisque α_f augmente en moyenne de 176% dès 0,03% d'expansion ; cette augmentation atteint 615% à 0,09% d'expansion.

La figure 7.19 montre que α_f présente également une relation quasi linéaire avec la quantité de fissures dans le béton, mesurée lors des examens pétrographiques à un grossissement de 16x.

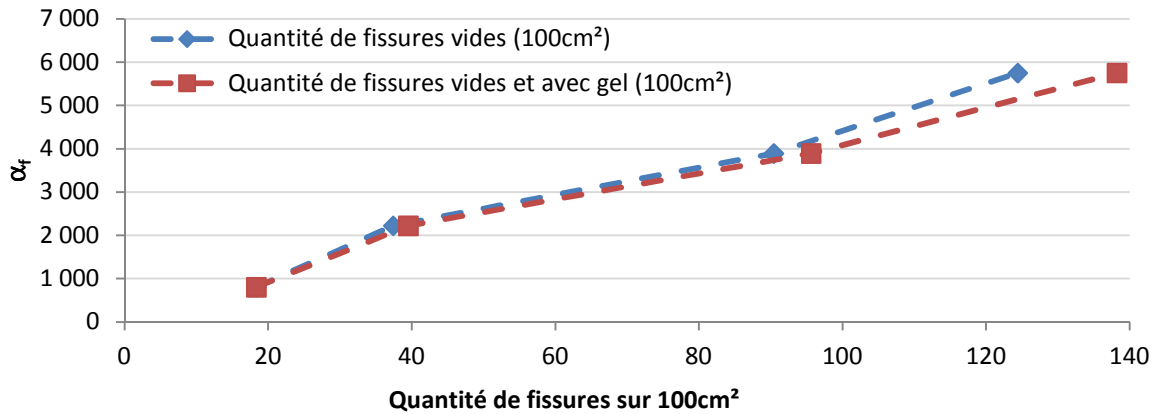


Figure 7.19 Relation entre α_f et les quantités de fissures observées par examens pétrographiques (grossissement x16)

Les courbes de la figure 7.19 montrent une corrélation à tendance linéaire entre le paramètre α_f et la quantité de fissures observées en microscopie optique. Ces observations tendent à valider l'apport semi-quantitatif des observations pétrographiques (comptage des fissures). Ils confirment également l'étroite relation entre la fissuration du matériau et son élasticité non linéaire

Etant donné que les examens pétrographiques ont révélés une quantité relativement faible de fissures remplies de gel, la prise en compte ou non du gel dans les fissures n'affecte pas spécialement les résultats (figure 7.19). Il faut néanmoins rappeler que le gel est difficile à détecter et que les étapes de polissage peuvent en arracher une partie, les observations pétrographiques sur la présence de gel doivent en conséquence être prises avec réserve.

Le suivi des paramètres relatifs à la génération d'harmonique (figure 7.20) ne donne pas d'indications plus précises que α_f ou α_Q sur le niveau de dégradation des bétons. Une augmentation progressive des valeurs est visible entre 0% et 0,06% d'expansion, puis, mis à part pour α_{h5} , leurs valeurs ont tendance à se stabiliser, voire à diminuer entre 0,06% et 0,09% d'expansion. Par ailleurs, la dispersion des mesures rend plus difficile la distinction entre différents taux de gonflement que dans le cas de α_f et α_Q .

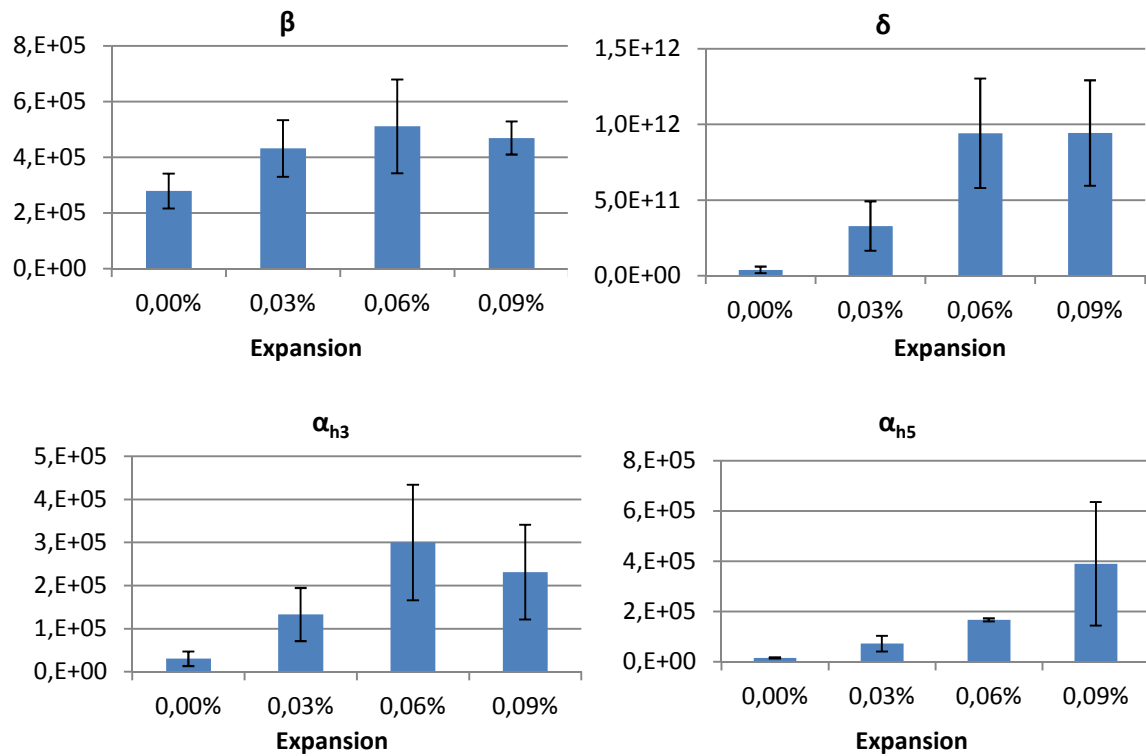


Figure 7.20 Valeurs de paramètres relatifs à la génération d'harmonique en fonction de l'expansion pour le mélange SP

- Cas du mélange PO

Des contraintes matérielles n'ont pas permis de suivre le mélange que sur trois des quatre échéances habituelles, le taux d'expansion de 0,03% ne figure pas dans cette analyse.

Les résultats présentent une nouvelle fois plusieurs particularités. Tout d'abord, le paramètre α_f n'a pas pu être mesuré pour une expansion supérieure à 0,01%. Dès le début de la réaction, l'atténuation acoustique est très forte dans les bétons PO. La figure 7.21 montre les courbes de résonance linéaire (pour une même amplitude de sollicitation initiale) des mélanges SP et PO à différents niveaux d'expansion.

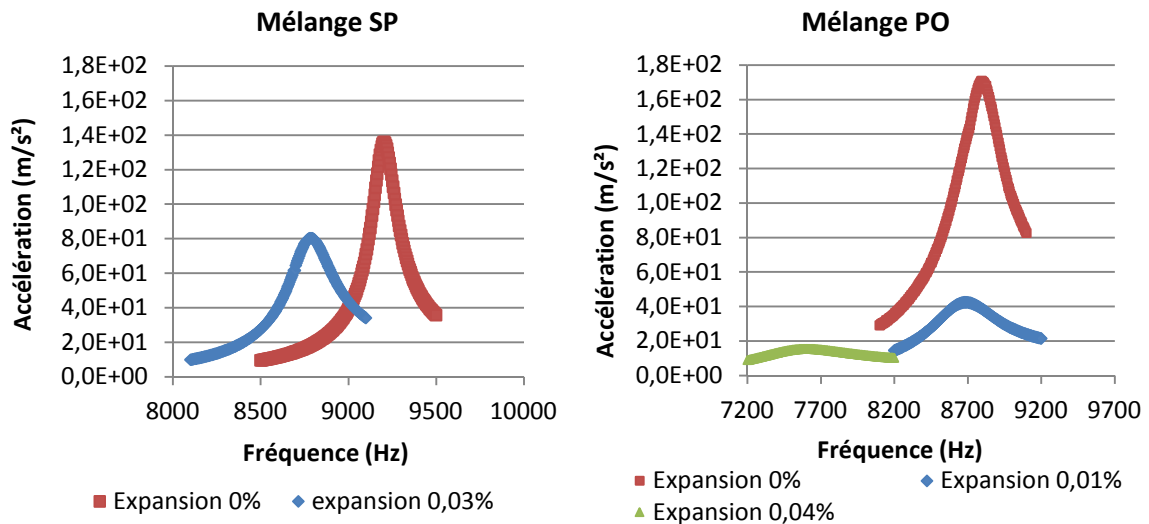


Figure 7.21 Courbes de résonance linéaire de bétons SP et PO pour différents niveaux d'expansion

L'atténuation des bétons PO à 0,01% d'expansion est déjà nettement supérieure à celles des bétons SP à 0,03% d'expansion. Lorsque les bétons PO atteignent 0,04% d'expansion, l'atténuation du signal transmis à travers le matériau est telle qu'il n'est plus possible de fournir l'amplitude de sollicitation nécessaire à l'observation d'un décalage fréquentiel significatif. Il est ainsi souligné l'influence considérable que peut avoir le granulats sur les mesures non linéaires.

Sur les deux points étudiés, la valeur de α_f est passée d'une moyenne de 1370 à 4110, soit une augmentation de près de 200% entre la caractérisation initiale et un gonflement de 0,01%. Presque qu'aucune fissuration n'a pourtant été observée en microscopie optique (grossissement 16x). Une augmentation très nette est également observée sur la génération d'harmoniques (figure 7.22).

Ces résultats vont dans le sens des observations faites sur l'évolution du module d'élasticité dynamique : les changements physico-chimiques provoquant la dissolution de la silice réactive et la formation d'auréoles de réaction ont des conséquences notables sur le comportement élastique du béton malgré la faible expansion mesurée en début de réaction. Dans le cas du comportement non linéaire, il est cependant avéré que la microfissuration joue un rôle prépondérant. La forte augmentation observée pourrait donc être attribuée à la formation d'un réseau de microfissuration dans le « ciment intergranulaire » du grès, consécutif à sa dissolution partielle. Les fissures créées seraient trop fines pour être observées et comptabilisées correctement avec le grossissement utilisé lors des examens pétrographiques (x16).

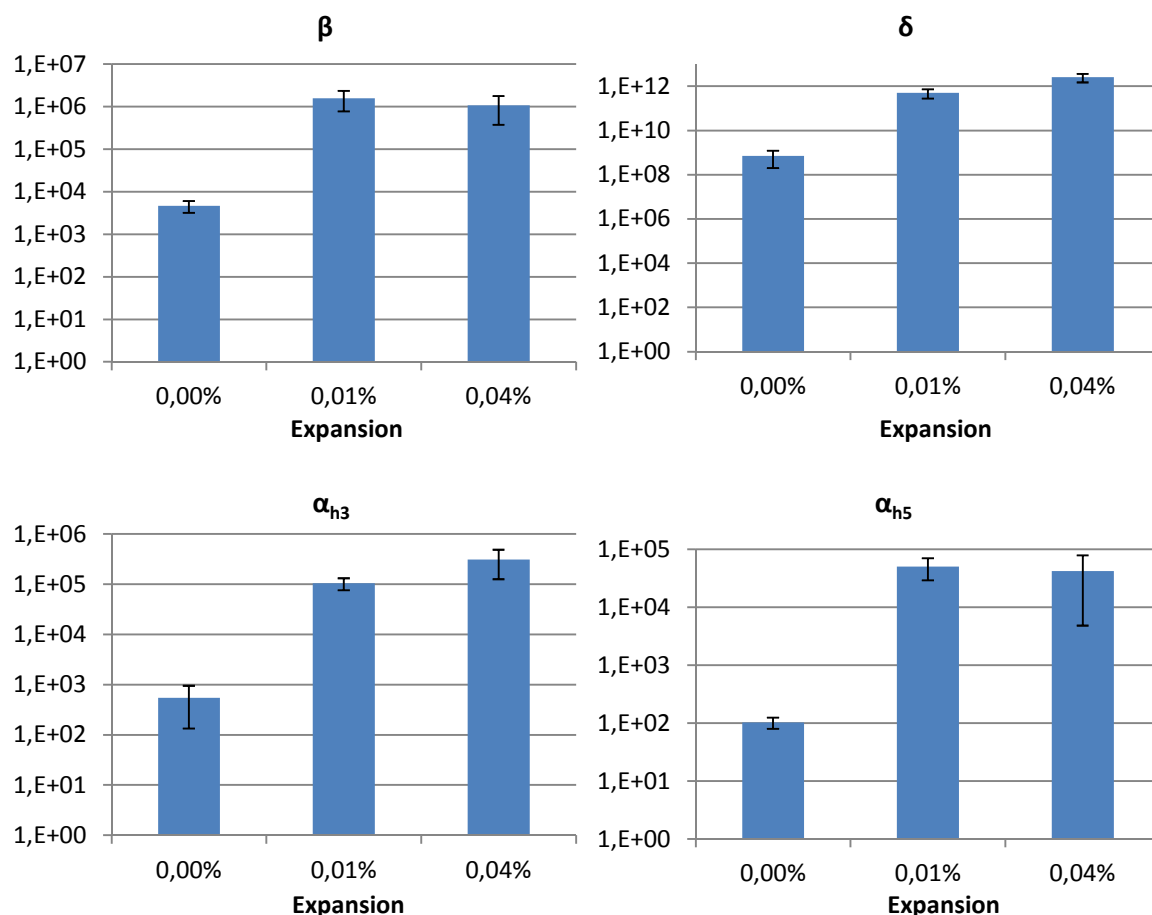


Figure 7.22 Valeurs de paramètres relatifs à la génération d'harmonique en fonction de l'expansion pour le mélange PO

La génération d'harmoniques montre une augmentation des valeurs particulièrement importantes entre l'état PO-0% et l'état PO-0,01% car contrairement à la figure 7.20 pour le mélange SP, les axes des ordonnées de la figure 7.22 ont dû être mis à une échelle logarithmique pour assurer une lisibilité correcte. Sans pouvoir identifier plus clairement ces phénomènes, cela confirme que des changements structuraux importants interviennent dans PO dès le début de la réaction.

7.6.2 Résonance en dynamique lente

Il est rappelé que l'apport principal de la dynamique lente est sa sensibilité à l'interface des fissures. Cette interface est très influencée par la présence d'eau (voir §6.4).

Les essais ont été réalisés sur le mélange SP pour un taux d'expansion de 0,09%, état pour lequel la plus grande quantité de gel de silice a été observée. Il faut rappeler que la présence de gel semble encore relativement limitée car à peine 10% des fissures comptabilisées semblent en

contenir (figure 7.9). Ce taux peut néanmoins avoir été sous-estimé à cause de l'arrachement d'une partie du gel lors du polissage.

Le modèle employé dans le paragraphe 6.4 a de nouveau été appliqué sur les 3 échantillons suivis en contrôles non destructifs.

Les bétons à l'état T2 (cf chapitre 6) ont été choisis comme éléments de comparaison car ils ont, à l'état saturé, le même module d'élasticité dynamique que les bétons SP-0,09% (environ 30GPa). Il est par ailleurs rappelé que les formulations des deux bétons sont les mêmes. Si la fissuration globale des bétons SP-0,09% et T2 ont porté leur module d'élasticité à des valeurs égales, certaines caractéristiques de fissuration sont en revanche différentes. Dans le cas du mélange SP, les fissures sont réparties de manière aléatoire et principalement dans les granulats (§7.2) ; dans le cas des bétons T2, la fissuration se situe principalement en périphérie des échantillons et dans la pâte de ciment (§6.2).

La valeur moyenne de temps de fluage τ obtenue sur les bétons SP-0,09% est de 3100 secondes. Pour rappel, les valeurs moyennes de τ trouvées dans le paragraphe 6.4 pour les échantillons T2 à l'état saturé et après une perte de masse de 2,5% étaient respectivement de 2200 et 980 secondes.

La figure 7.23 permet de comparer la courbe de fluage dynamique d'un béton touché par la RAS avec celles obtenues pour des bétons ayant subi des chocs thermiques (bétons à l'état T2 saturé et avec une perte de masse de 2,5% par rapport à l'état saturé). Les courbes modèles superposées aux points expérimentaux permettent de voir que le temps de fluage dynamique paraît bien être le plus long pour le béton SP-0,09%. Malgré la différence notable calculée à l'aide du paramètre τ , la différence entre un béton dont les fissures sont remplies d'eau ($\tau \approx 2200$) et un béton dont les fissures sont partiellement remplies de gel de réaction ($\tau \approx 3100$) est nettement moins prononcée que celle entre ces deux cas et un béton non saturé (perte de masse de 2,5% : $\tau \approx 980$).

Le calcul de τ s'avère en réalité beaucoup moins précis lorsqu'un béton est saturé. La forte atténuation provoquée par la présence d'eau et/ou de gel dans les fissures se traduit notamment par un aplatissement des courbes de résonance (figure 6.14). Le pic de résonance est alors plus difficile à identifier avec précision, ce qui rend les courbes de fluage plus dispersées et la superposition de la courbe correspondant au modèle numérique plus approximative.

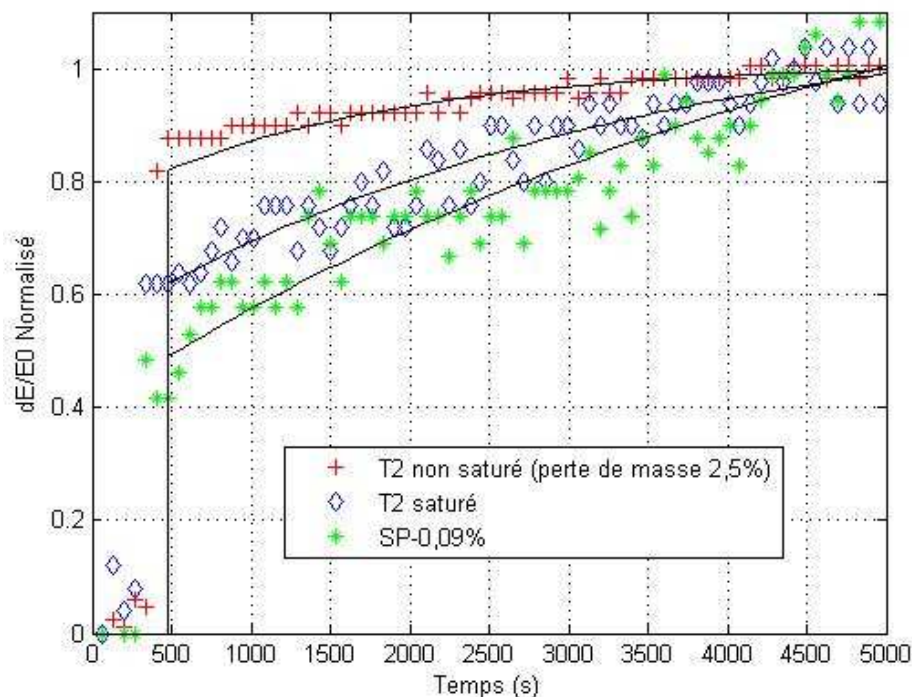


Figure 7.23 Variation du module en fonction du temps de conditionnement pour SP et comparaison avec la dégradation par chocs thermiques.

Les essais réalisés s'accordent qualitativement avec les travaux de Kodjo et *al.* sur le fluage dynamique [Kodjo, 2008 ; Kodjo et *al.*, 2011], indiquant que les produits de la RAS semblent rallonger le temps de fluage τ du béton. Quantitativement, la comparaison du temps de fluage dynamique τ entre un béton dégradé par la RAS et un béton de formulation similaire endommagé par chocs thermiques présente également des différences similaires (ratio supérieur à 3).

Cette comparaison ne prend cependant pas en compte l'influence que peut avoir la présence d'eau dans les fissures. Aussi, lorsque le béton dégradé par la RAS est comparé au même béton que précédemment, mais à l'état saturé (contre 2,5% de perte de masse auparavant) le ratio des temps de fluage dynamique passe de 3,2 à 1,4. L'impact de la présence de gel dans les fissures a ainsi pu être confirmé qualitativement, mais la présence d'eau dans les fissures joue également un rôle d'amortisseur et doit être pris en compte pour les études ultérieures employant cette méthode.

7.6.3 Interaction d'ondes

Les essais d'interaction d'ondes ont été réalisés sur les échantillons SP-0,03% et SP-0,09%. Le paragraphe 6.5 a montré que cette technique est, actuellement, moins fiable que la résonance en dynamique rapide pour caractériser la dégradation des bétons testés dans cette étude.

Les résultats sont ici présentés dans le but de confirmer que, malgré une plus grande incertitude de mesure, la technique permet de distinguer différents états de dégradation entre deux bétons qualifiés de bonne qualité selon la vitesse UPV (supérieure à 4400 m/s dans les deux cas). Il s'agit également de vérifier si les ordres de grandeur des variations mesurées sont toujours les mêmes que pour α_f .

Le tableau 7.6 présente les résultats obtenus sur le paramètre α_{c2} sur les 3 échantillons suivis en contrôle non destructif.

| | $\alpha_{c2} (x 10^7)$ | | | Moyenne |
|------------|------------------------|------|-----|----------------|
| | SPa | SPb | SPc | |
| SP - 0,03% | 83 | 70 | 42 | 65 |
| SP - 0,09% | 394 | n.d. | 351 | 373 |

Tableau 7.6 Evolution du paramètre α_{c2} pour différents niveaux de gonflement de SP (3 échantillons)

Bien que la faible quantité de mesures effectuées incite à être prudent sur les conclusions de ces expériences, une distinction très claire sépare les résultats pour SP-0,03% et SP-0,09% puisque le paramètre α_{c2} est pratiquement multiplié par un facteur 4,7 entre ces deux états de dégradation. Cette augmentation était d'un facteur 2,6 pour α_f et également d'un facteur 3,6 pour α_Q .

Ces résultats viennent confirmer les tendances observées au chapitre 6, suivant lesquelles les méthodes de résonance en dynamique rapide (caractérisée par α_f et α_Q) et d'interaction d'onde présentent une sensibilité équivalente à l'endommagement du béton.

L'atout majeur de cette technique par rapport aux techniques de résonance reste toutefois son applicabilité *in situ*. En effet, lors d'essais sur des éléments de grande taille, le signal « pompe » (grande amplitude, basse fréquence) peut être obtenu par un impact mécanique généré à l'aide d'un marteau par exemple, tandis que la mise en résonance nécessite de fournir une énergie beaucoup plus importante. Dans le cadre d'une étude sur des échantillons de petite taille, les données collectées n'apportent pas plus d'information que la résonance en dynamique rapide sur l'état d'endommagement ; cette dernière technique, mieux maîtrisée, reste donc plus profitable sur des essais en laboratoire.

7.6.4 Conclusion

L'étude du développement de la RAS par les méthodes non linéaire a permis de conforter les observations faites au chapitre 6.

La sensibilité du paramètre α_f (méthode de résonance en dynamique rapide) à l'état global d'endommagement du béton est particulièrement adaptée à l'étude de la dégradation progressive causée par la RAS. La figure 7.24 illustre la différence considérable entre les variations qu'entraîne le gonflement (et la fissuration) du béton sur les paramètres α_f et E_{dyn} .

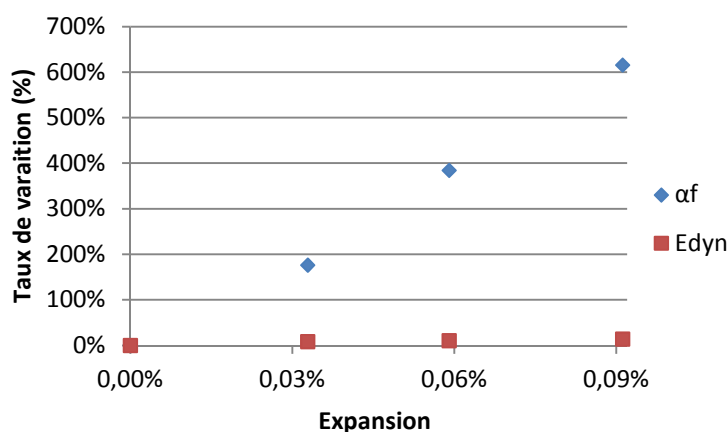


Figure 7.24 Sensibilités à l'endommagement de α_f et E_{dyn} pour le mélange SP

Les essais de résonance en dynamique rapide sur le mélange PO ont toutefois révélé qu'un granulat très atténuant (car très poreux et déformable) peut rendre difficile le calcul de α_f . Dans un tel cas de figure, les paramètres de génération d'harmoniques peuvent en revanche être calculés et apporter des informations sur la non-linéarité. Le suivi de ces paramètres a une nouvelle fois révélé qu'ils sont très sensibles à certains changements spécifiques dans la structure du matériau. Un phénomène de seuil a en effet été observé entre 0% et 0,01% de dégradation, où ces paramètres augmentent d'un facteur 200 (α_{h3}) à 700(β_3).

Les essais d'interaction d'ondes (« saut temporel ») réalisés ont confirmé une sensibilité à l'endommagement du même ordre de grandeur que α_f et confortent à nouveau la méthode employée dans l'optique d'une exploitation *in situ* de ces essais (cf §6.6).

Etant donné les résultats du chapitre 6 montrant que la méthode de résonance en dynamique lente était peu adaptée au suivi de la dégradation, cette approche a été utilisée pour analyser les bétons SP lorsque ceux-ci contenaient du gel, soit pour un taux de gonflement de 0,09%. Les essais réalisés ont pu confirmer le potentiel de cette technique pour détecter la

présence de gel dans les fissures [Kodjo et al., 2011]. La figure 7.23 a cependant montré que cette détection n'est pas évidente. Lors d'essais ultérieurs visant à approfondir cette approche (analysant notamment l'influence de la formulation et du granulat), il sera important de prendre en compte le fait que l'eau, au même titre que les gels de réaction, agit comme amortisseur dans les fissures et affecte le comportement différé du béton.

7.7 Analyses physico-chimiques du granulat

Les analyses physico-chimiques ont été réalisées sur les bétons détruits par essais mécaniques (6 échantillons par échéance). Le protocole d'extraction de la silice est décrit au paragraphe 3.4.6 et les méthodes de mesure des variables physico-chimiques d'avancement de la réaction sont présentées au paragraphe 3.2.3.

7.7.1 Suivi des variables d'avancement physico-chimiques

La figure 7.25, donnant l'évolution des variables physiques de la silice en fonction de l'expansion, montre deux phases dans l'évolution de ces paramètres physiques.

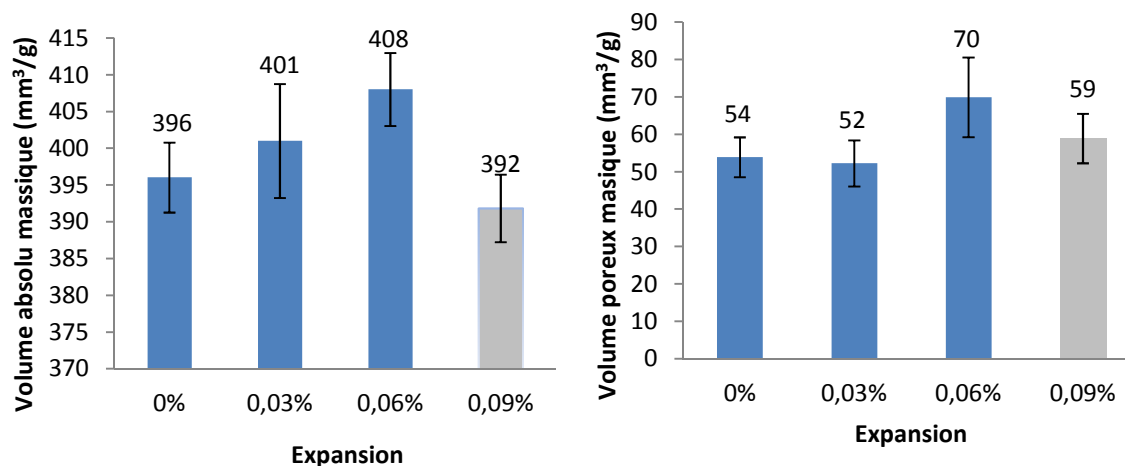


Figure 7.25 Valeurs des volumes absolu et poreux massiques en fonction de l'expansion

La première phase (de 0% à 0,06% d'expansion) correspond aux résultats attendus par rapport aux études de ce type déjà réalisées [Riche, 2003 ; Monnin, 2005 ; Moundougou, 2010b], et aux résultats du chapitre 5 : une augmentation progressive du volume absolu massique avec l'expansion du béton. Le volume poreux massique subit également une augmentation, mais

celle-ci semble être différée par rapport au volume absolu puisqu'elle n'intervient qu'après une expansion de 0,03%. Ce comportement est attribué à la prédominance de l'amorphisation de la silice durant la première phase de gonflement.

La seconde phase entre 0,06% et 0,09% d'expansion montre la baisse de ces deux paramètres. Cette évolution n'a en revanche pas été observée sur les autres types de granulats étudiés. Cette phase peut s'expliquer par l'évolution de la porosité des phases siliceuses, influencée sans doute par un rôle accru du processus de dissolution de la silice.

La figure 7.26 présente le volume poreux mesuré en fonction de la répartition de la taille de pores pour 4 échantillons correspondant aux 4 points d'études pris en compte.

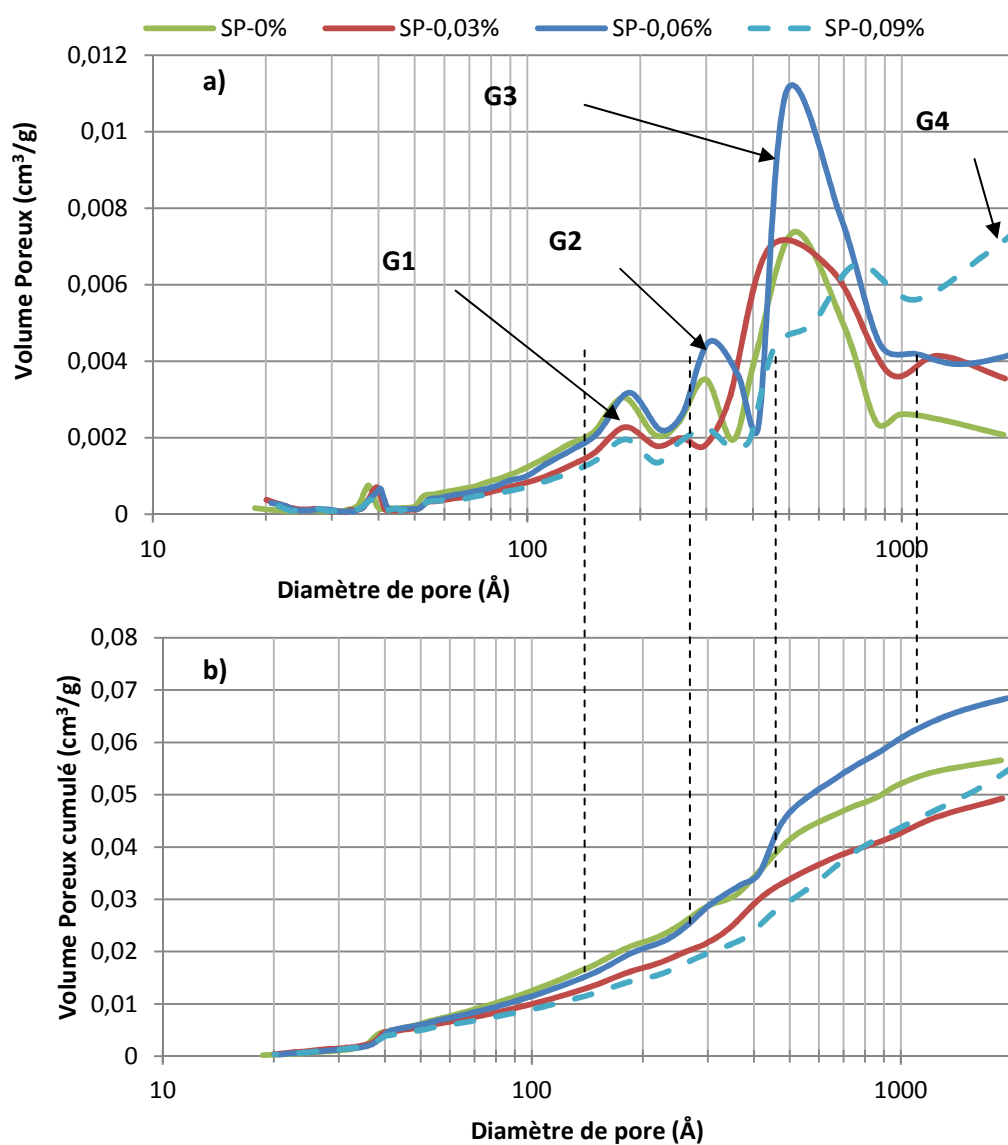


Figure 7.26 Répartition du volume poreux mesuré en fonction de la taille des pores (a) et volume poreux cumulé (b)

Quatre principaux groupes de pores sont pris en compte lors des mesures de volume poreux, notés G1 à G4. Le premier correspond à un diamètre moyen de pore d'environ 180Å (G1). Le deuxième, un peu plus important en volume global occupé, correspond à un diamètre moyen d'environ 300Å (G2). Le troisième groupe occupe la majorité du volume poreux du matériau et possède un diamètre moyen compris entre 500Å et 600Å (G3). Finalement, le groupe G4 représente les pores de diamètre supérieur à 1000Å.

Les 4 courbes de la figure 7.26 illustrent l'évolution de la porosité mesurée :

- **Entre l'état initial et l'état SP-0,03%, un décalage de la taille moyenne des pores vers des valeurs hautes semble se produire.** Les groupes pores G1 et G2 occupent un volume total inférieur au volume occupé initialement, le groupe G3 tend à occuper une proportion plus importante du volume total. Enfin les pores d'un diamètre moyen supérieur à 1000 Å sont en augmentation sans pour autant avoir une influence notable sur le volume total mesuré.
- **Lorsque l'expansion atteint 0,06%, le volume de pores G3 augmente et contribue significativement à l'augmentation générale du volume poreux enregistré** tandis que les groupes G1 et G2 occupent un volume équivalent à celui occupé à l'état initial. La courbe SP-0,06% révèle également un changement d'allure sur les pores les plus grands puisque la courbe est en hausse sur les dernières mesures, supposant l'apparition du groupe G4 de diamètre moyen supérieur à 1000Å
- La courbe SP-0,09% confirme clairement la tendance précédente. Les pores G3 sont en quantité réduite par rapport à l'état précédent, leur diamètre moyen est en légère hausse. **Une augmentation significative à partir de 1000Å confirme alors l'apparition du groupe G4 dont le diamètre moyen est trop grand pour être mesuré par cette technique de caractérisation. Ces changements témoignent du rôle de la dissolution, qui semble devenir de plus en plus important pour les hauts niveaux d'expansion (supérieur à 0,06% dans cette étude).**

Il s'avère en définitive que les mesures de volume poreux prises pour un gonflement de 0,09% ne peuvent être prises en compte dans l'analyse des résultats car elles sont trop biaisées par les changements structurels du matériau et ne représentent pas correctement la réalité physique des changements induits par la RAS.

En raison des différents biais possibles sur les mesures physiques relatives aux échantillons SP-0,09%, il sera considéré que le volume apparent n'a pas pu être mesuré pour cette échéance.

Bien que seulement 3 points de mesure soient disponibles, la variation du volume apparent de la silice en fonction de l'expansion du béton semble prendre une allure logarithmique

similaire à celle déjà observée pour ce type d'études (figure 7.27) [Riche, 2003 ; Moundougou, 2010b]. Cette allure souligne la contribution plus importante du gonflement granulaire (gonflement structural de la silice) au gonflement global du béton en début de réaction.

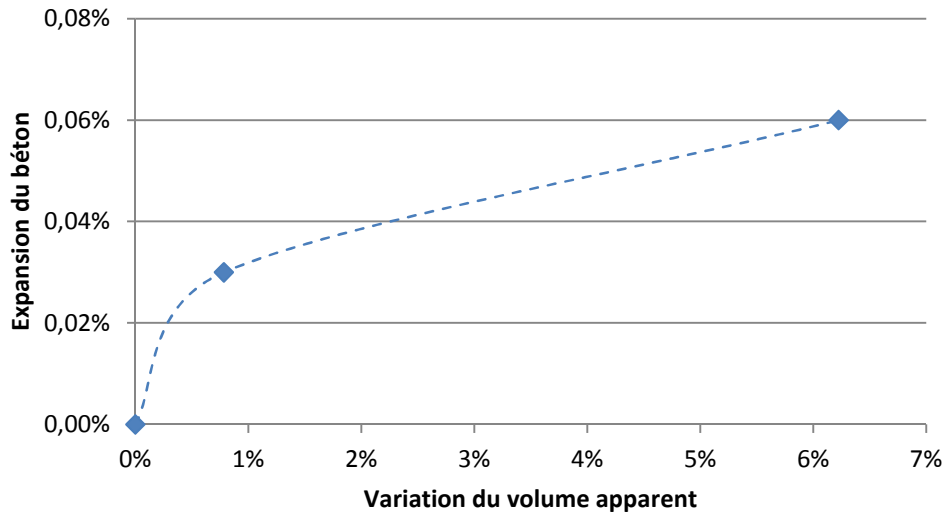


Figure 7.27 Variation du volume apparent en fonction de l'expansion

Les résultats des mesures thermogravimétriques en fonction de l'expansion du béton sont représentés sur la figure 7.28. Il est rappelé que l'estimation de la variation du taux de silanols (Δn_{Q_3}) à partir de la perte de masse repose sur deux hypothèses :

- la proportion des minéraux argileux contenus dans le résidu insoluble analysé reste constante pour chaque extraction chimique ;
- la structure des minéraux argileux n'est pas affecté par la RAS, les pertes de masses qu'ils engendrent lors de l'analyse thermogravimétrique ne varient donc pas en fonction des échéances.

En conséquence, la **variation** des pertes de masses observées est uniquement attribuée à l'évolution des quantités de silanols présents dans l'échantillon analysé.

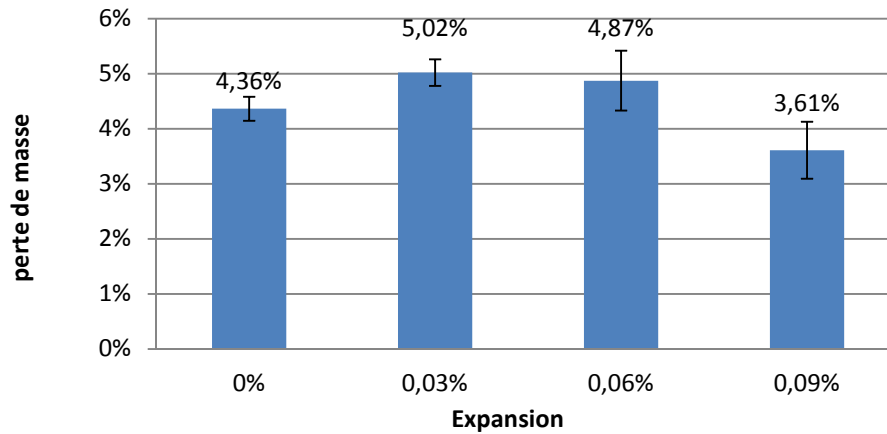


Figure 7.28 Perte de masse des phases siliceuses en fonction de l'expansion du béton

L'évolution du taux de silanols suit une tendance différente de celle de volume apparent. Le début de la réaction est marqué par une hausse ($\Delta m = 0,66\%$) signalant l'amorphisation de la silice, conforme au type d'évolution généralement observée [Riche, 2003 ; Moundougou, 2010b]. Lorsque l'expansion du béton atteint 0,06%, une légère baisse du taux de silanols indique que le processus de dissolution de la silice semble devenir prédominant sur celui de l'amorphisation. Les résultats obtenus pour une expansion de 0,09% confirment les tendances observées lors de mesures physiques suivant lesquelles des changements importants sont intervenus dans les cinétiques de réaction par rapport aux points précédents. En effet, le taux de Q_3 passe alors en dessous de son seuil initial. Ce type d'évolution n'a pas été observé lors des études réalisées sur d'autres types de granulats. Elle suppose que la dissolution de la silice (équation 5.2) est devenue largement prédominante sur son amorphisation (équation 5.1), c'est-à-dire que l'étape 2 l'emporte sur l'étape 1 (figure 7.29)

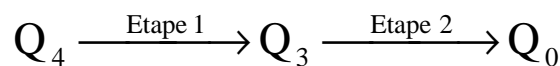


Figure 7.29 Représentation schématique des étapes d'amorphisation et de dissolution de la silice

Cette hypothèse est également appuyée par la baisse du volume absolu (soit une hausse de la densité) observé entre 0,06% et 0,09% : si une grande partie des Q_3 sont passés en solution, le matériau restant contient une plus grande proportion de Q_4 qu'auparavant, il est donc plus dense (car il contient moins de défauts). Si la silice réactive est plus dense, cela peut signifier qu'une grande partie de ses silanols ont fini par être solubilisés, les parties siliceuses restantes sont alors en majorité des zones mieux cristallisées qu'auparavant.

7.7.2 Mécanisme de dégradation physico-chimique de la silice réactive

Les mécanismes de dégradation du calcaire Spratt (utilisé comme gravillon réactif dans nos bétons) semblent présenter certaines similitudes avec ceux des silex [Bulteel et al., 2004] et calcaire siliceux [Monnin et al., 2006 ; Moundougou, 2010b] étudiés jusqu'à présent. Dans les cas précédents, l'avancement chimique (taux de Q_3) et le gonflement granulaire (volume apparent) présentent une relation logarithmique avec l'expansion asymptotique de bétons ayant des formulations différentes (figure 7.30). Ces résultats montrent que lorsque l'expansion du béton est faible, celle-ci elle est très influencée par l'avancement des variables physico-chimiques. Lorsque que l'expansion du béton augmente, les variables physico-chimiques évoluent plus « rapidement » que l'expansion du béton, laissant supposer qu'elles participent de moins en moins au mécanisme global de gonflement du béton.

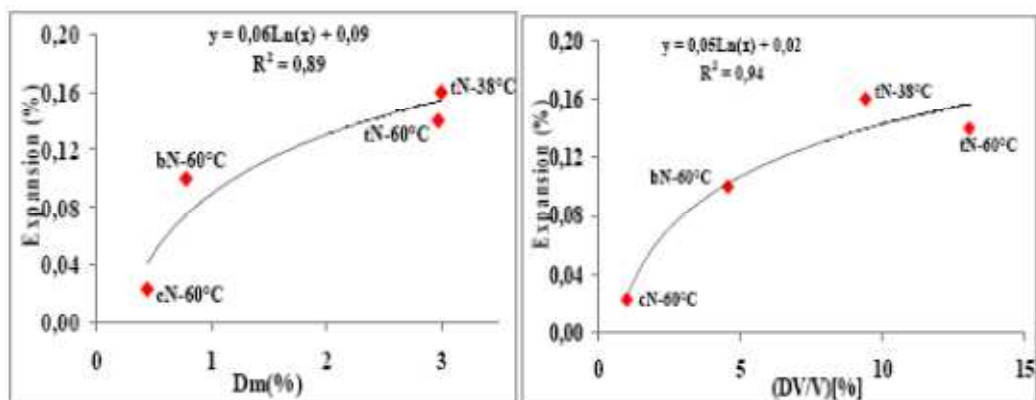


Figure 7.30 Corrélation entre expansion asymptotique du béton et variables d'avancement physico-chimiques pour différentes formulations de bétons [Moundougou, 2010b]

Dm : variation de la perte de masse en ATG, DV/V : variation du volume apparent

Ce type de relation semble transposable aux mécanismes observés dans cette étude pour un gonflement précoce du béton. Les deux premières mesures de volume apparent (figure 7.27) semblent en effet s'apparenter à l'évolution décrite précédemment et illustrée à la figure 7.30. Néanmoins, dès 0,06% d'expansion, la légère baisse du taux de Q_3 (Figure 7.28) suggère que la dissolution des Q_3 devient de plus en plus importante. Lorsque le gonflement du béton atteint 0,09%, le gonflement granulaire semble avoir atteint une limite à partir de laquelle il ne contribue très probablement plus au gonflement du béton. La principale manifestation de cette limite est la baisse du taux de Q_3 par rapport à son taux initialement présent dans le granulat.

Cette baisse signifie que, après une première phase durant laquelle l'attaque des hydroxydes alcalins amorphise une partie du squelette siliceux, la poursuite de l'attaque finit par

dissoudre la majorité de la silice réactive. La silice dissoute peut alors réagir avec le calcium, les alcalins et l'eau et précipiter sous forme de gels qui peuvent s'avérer gonflants. Ces gels prendraient dans un second temps le relais du gonflement structural pour la poursuite du gonflement du béton.

La figure 7.31 schématise les principales étapes de la dégradation de la silice réactive.

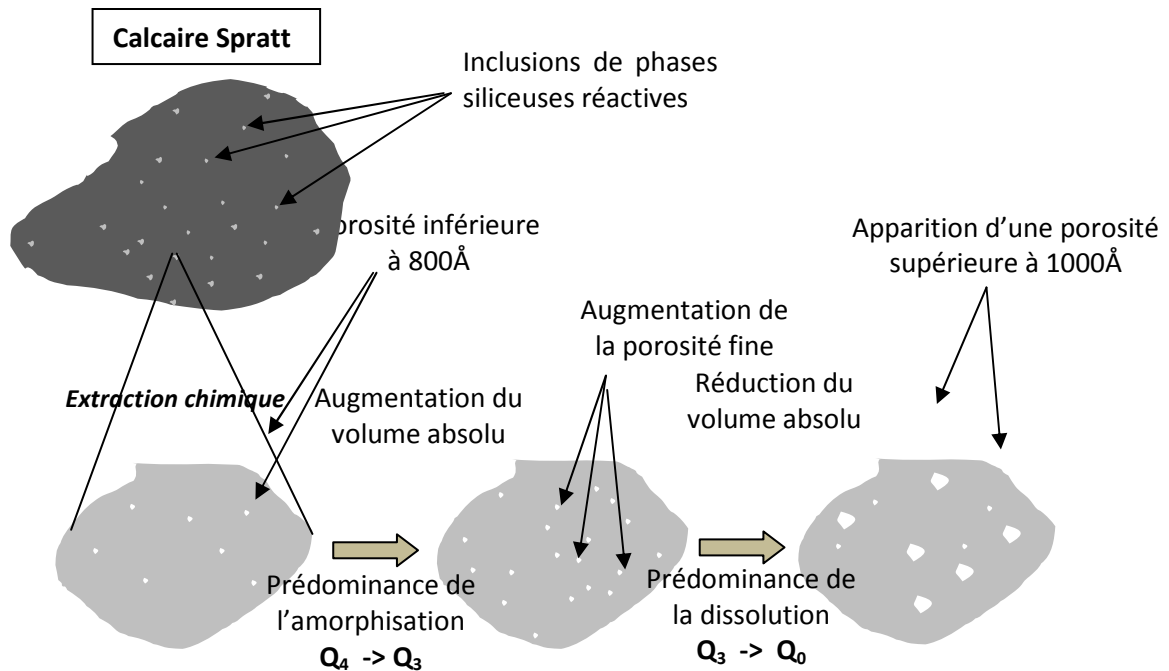


Figure 7.31 Mécanisme de dégradation de la silice réactive du calcaire Spratt

7.8 Discussion sur la caractérisation multi-échelle de la RAS en laboratoire

7.8.1 Information apportée par les nouvelles techniques proposées

Les informations complémentaires apportées par l'analyse physico-chimique et l'acoustique non linéaire, par rapport à des méthodes plus classiques, peuvent être réunies selon deux axes.

- **Une interprétation plus globale et quantitative des processus conduisant à la fissuration précoce des granulats**

L'altération du réseau siliceux contenu dans le béton a pu être analysée entre l'état initial et une expansion de 0,06% du béton. Durant cette phase, une augmentation du volume apparent de l'ordre de 6% a pu être mesurée. Des mesures indirectes (pertes de masse des zones siliceuses entre 200°C et 1000°C) laissent par ailleurs supposer que la quantité de Q_3 a augmenté de l'ordre de 0,05%.

Le gonflement des inclusions siliceuses parsemées dans le granulat, mesuré par analyse physico-chimique, contribue très probablement à l'apparition des fissures observées en microscopie optique. L'examen pétrographique en microscopie optique revêt un rôle fondamental pour l'analyse des dégradations dans la mesure où il permet de détecter formellement l'apparition de fissures dans le béton. Dans le cas de la RAS, ces fissures apparaissent principalement dans les granulats. La méthode DRI a déjà révélé de bonnes corrélations avec l'expansion causées par la RAS lors d'études menées sur de grandes amplitudes d'expansion (jusqu'à 0,3%) [Rivard & Ballivy, 2005]. Il est toutefois difficile de quantifier les indices pétrographiques pour de faibles états de dégradation (par exemple à 0,03% d'expansion dans cette étude), en raison des quantités encore faibles de fissures visibles en microscopie optique (à un grossissement 16x) et de la difficulté à détecter des produits de réaction.

Pour ces faibles états d'endommagement, les propriétés élastiques du béton subissent en revanche une baisse relativement importante (respectivement -15% et -9% pour les modules d'élasticité statique et dynamique à 0,03% d'expansion). Le recours aux méthodes acoustiques non linéaires permet, en particulier via l'analyse du paramètre α_f (relatif au décalage fréquentiel) en dynamique rapide, de caractériser de manière beaucoup plus significative la présence de fissuration précoce dans le béton (augmentation de 160% de α_f pour 0,03% d'expansion).

Les changements des propriétés élastiques linéaires et non-linéaires étant principalement causés par l'apparition de fissures, il n'apparaît pas évident de lier **directement** gonflement granulaire et changement des propriétés élastiques. La baisse de densité et l'augmentation du volume poreux liés au gonflement granulaire entraînent bien, en théorie, une baisse des propriétés élastiques du matériau ; il ne faut toutefois pas perdre de vue que le matériau analysé en question est la silice présente dans le granulat, soit une très faible proportion du matériau béton (moins de 4% dans le cas du mélange SP). Le gonflement de la silice entraîne un gonflement du granulat calcaire, qui finit par se fissurer. Il apparaît donc plus probable que le gonflement granulaire et le comportement élastique du béton soient principalement reliés, à **l'initiation de la réaction**, par une **relation de cause à effet** tel que présentée sur la figure 7.32.

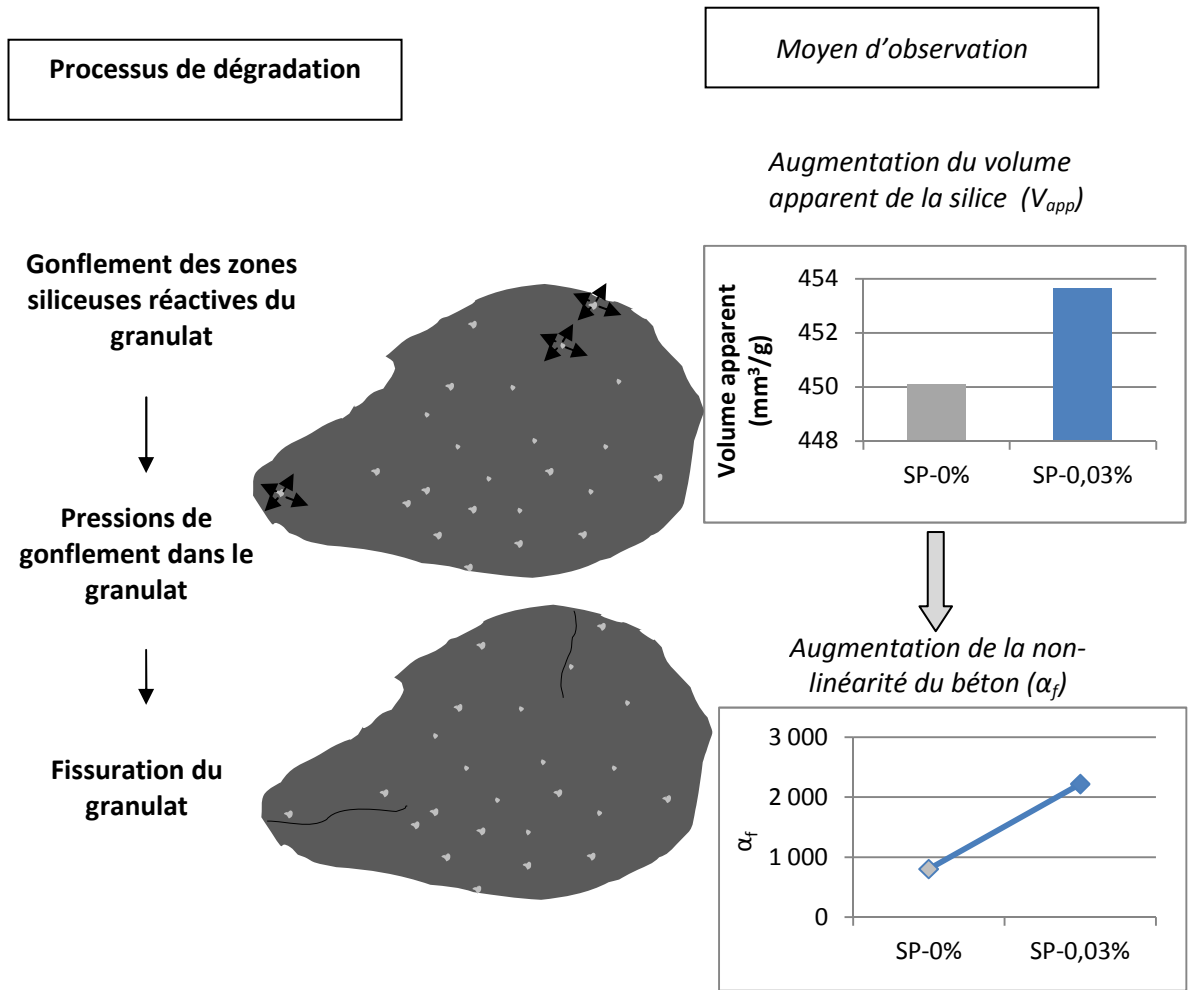


Figure 7.32 Influence du gonflement granulaire (V_{app}) sur la non-linéarité du béton (α_f) en début de réaction

Dans la pratique, une microfissuration apparaît très tôt au cours du processus de dégradation du béton par la RAS (avant 0,03% d'expansion dans le cas du mélange SP). L'apparition de fissures facilite la pénétration des réactants (hydroxydes alcalins) dans le granulat, facilitant la RAS et générant ainsi de nouvelles pressions de gonflement à l'intérieur de celui-ci (le volume apparent de la silice continue à croître après l'apparition des premières fissures) et donc l'extension du réseau de fissures (figure 7.32). Il en ressort qu'en début de réaction, les processus de gonflement granulaire et de fissuration s'influencent mutuellement, de sorte qu'une augmentation simultanée du volume apparent et du paramètre non linéaire α_f ont pu être mesurés. La figure 7.33 illustre la poursuite de ces différents phénomènes de dégradation après l'apparition des premières fissures.

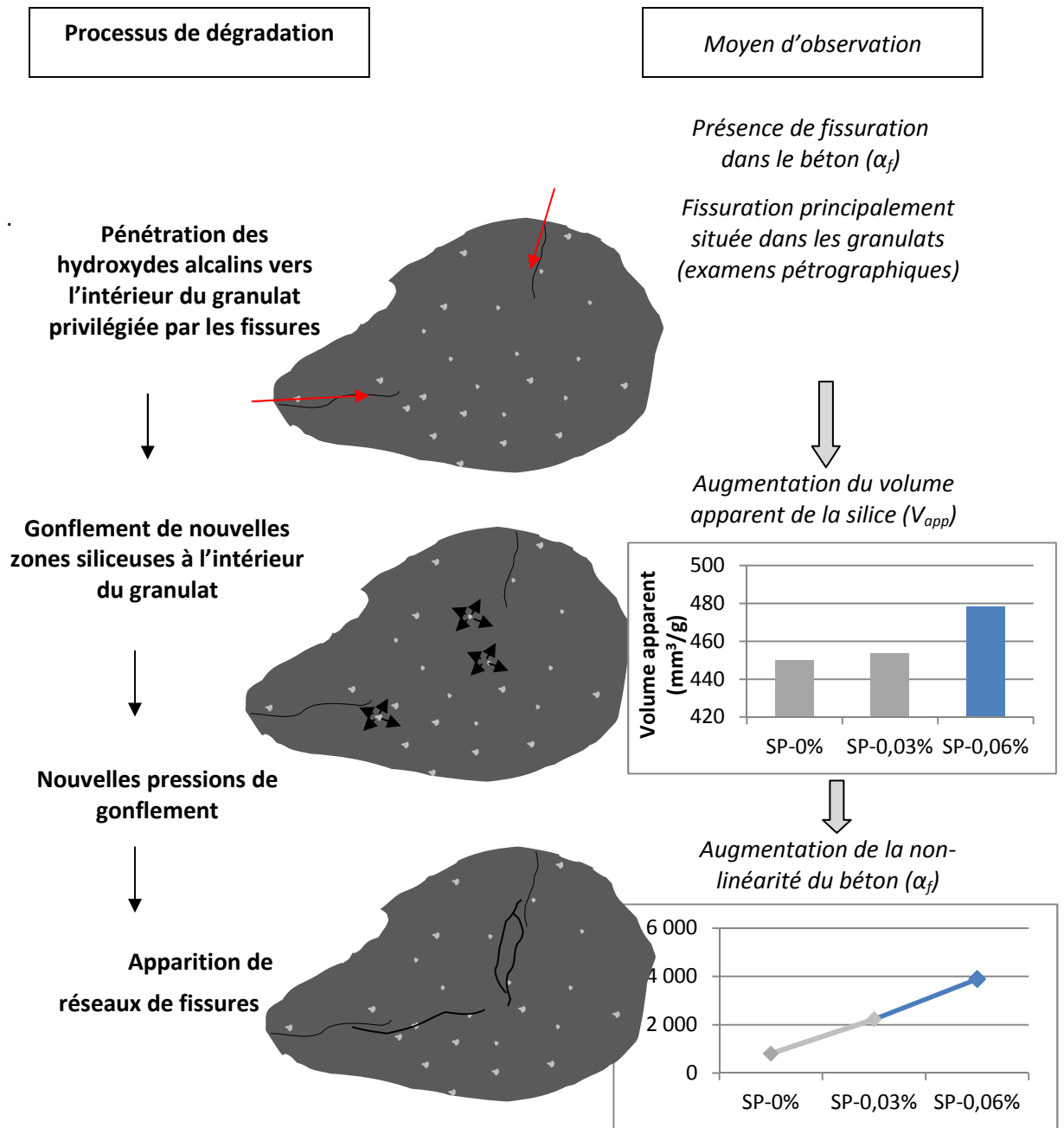


Figure 7.33 Dégradation du granulat après l'apparition des premières fissures

En résumé, la combinaison de l'analyse physico-chimique de la silice et de l'étude de la non-linéarité du béton permet de collecter de nouvelles données expérimentales quantitatives sur la dégradation précoce du béton. Les propriétés élastiques linéaires (modules d'élasticité statique et dynamique) permettent de détecter rapidement la dégradation du béton, le paramètre α_f permet alors de confirmer très clairement la présence de fissuration et fournit des données plus sensibles à son évolution. Dans le cas de faibles états de dégradation, l'examen pétrographique en microscopie optique s'avère plutôt qualitatif (localisation de fissures dans le granulat) que quantitatif. L'approche physico-chimique permet alors de confirmer et quantifier la

présence de dégradation dans le granulat spécifique à la RAS (voir paragraphe b). L'analyse de la solution interstitielle du béton pourrait alors constituer un complément d'information intéressant en apportant des données sur la consommation des réactants (alcalins).

- **La spécificité de certaines observations vis-à-vis de la RAS**

Si le paramètre α_f est particulièrement sensible à la dégradation interne du béton, il ne permet pas de conclure sur l'origine des fissures pouvant être créées dans le béton. L'un des avantages majeurs de l'approche physico-chimique est sa spécificité à la RAS. Il a pu être constaté que, pour des états de dégradation modérés (jusqu'à 0,06% d'expansion), une telle analyse pouvait permettre de distinguer la dégradation causées par la RAS d'une dégradation causée par d'autres type d'endommagements. Des analyses physico-chimiques sur des bétons endommagés par chocs thermiques (étudiés au chapitre 6) ont été réalisées afin de mettre en avant cette caractéristique (figure 7.34).

Les bétons aux états SP-0,06% et T2 saturé présentent respectivement des modules d'élasticité dynamique de 32 GPa et 31 GPa. L'analyse du paramètre α_f (+ 380% pour SP-0,06% et + 620% pour T2 par rapport à leur état initial) confirme que ces deux bétons ont été dégradés et contiennent de la fissuration interne. L'analyse du volume apparent de la silice contenue dans ces bétons permet de révéler un changement de propriétés physiques dans le cas de SP-0,06% tandis que la silice contenue dans le béton T2 ne semble pas avoir été affecté par les chocs thermiques. Il ainsi possible de spécifier une participation de la RAS à la fissuration présente dans le béton.

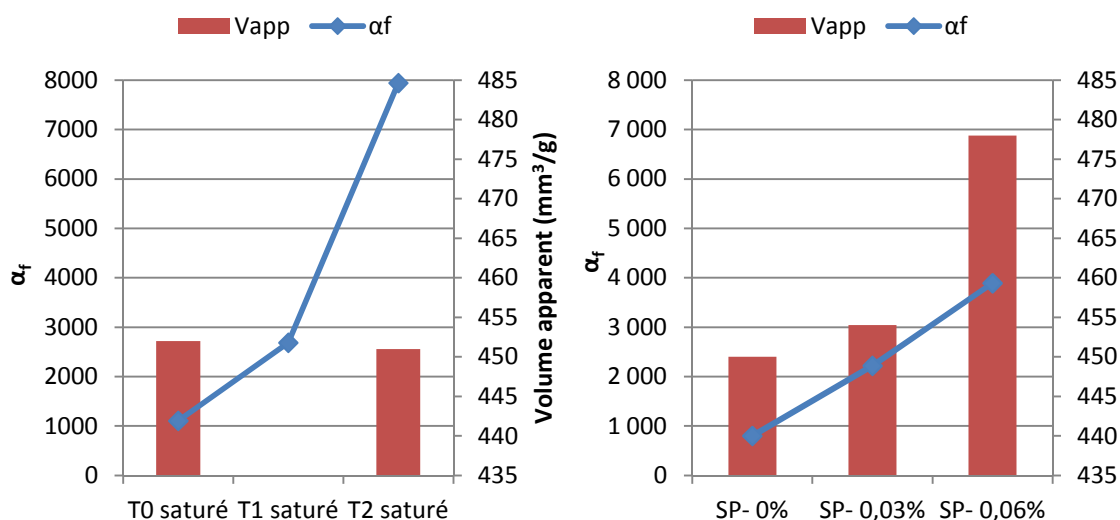


Figure 7.34 Comparaison des dégradations causées par la RAS et par des chocs thermiques

7.8.2 Domaine d'utilisation des techniques

La figure 7.35 représente de manière schématique les domaines d'utilisation, par rapport à l'endommagement causé par la RAS, pour lesquelles chacune des techniques de caractérisation employée dans cette étude se révèle la plus pertinente. L'endommagement considéré est défini selon 3 zones :

- Un endommagement précoce, pour lequel aucun signe de dégradation n'est visible en surface du béton. Il est associé dans cette étude à un gonflement inférieur à 0,03%
- Un endommagement modéré, caractérisé par une expansion comprise entre 0,03% et 0,06% avec l'apparition d'une légère fissuration en surface du béton
- Un endommagement sévère (expansion supérieure à 0,06%), à partir duquel les propriétés mécaniques du béton commencent à être affectées.

- **Endommagement précoce à modéré**

Comme cela a déjà pu être évoqué, la résonance non linéaire en dynamique rapide s'avère être la méthode la plus sensible pour détecter la présence de microfissuration dans le béton. Les modules d'élasticité statique et dynamique permettent également de suivre la dégradation de manière relativement précoce mais, en théorie, un peu plus tardivement que certains paramètres non linéaires (α_f , α_o , α_{c2}).

L'examen pétrographique permet de localiser des fissures dans le granulats en début de réaction (endommagement inférieur à 0,03%) et présente alors principalement un intérêt qualitatif. Il s'avère par la suite être un outil efficace pour quantifier l'évolution des dommages pétrographiques. L'expérience accumulée sur les observations pétrographiques en font un très bon moyen d'estimer, au moins semi-quantitativement, le degré d'endommagement du béton (précoce, modéré, sévère) afin de cibler les techniques d'analyse les plus appropriées à une caractérisation approfondie de l'endommagement.

Il a pu être vu dans cette étude que, pour un endommagement encore faible (0,03% d'expansion), les variables d'avancement physico-chimiques permettent de détecter une dégradation de la silice réactive. Néanmoins, le principe de la méthode pose des limites sur la précocité de cette détection. En effet seuls quelques granulats, aléatoirement répartis dans le béton, sont dégradés en début de réaction. Or, la méthode prend en compte la dégradation moyenne de l'ensemble de la silice contenue dans un échantillon, ce qui peut rendre difficile la détection des variations significatives dans un cas d'une dégradation très faible. Le seuil de détection évoqué n'a pas pu être identifié dans cette étude, il est néanmoins considéré comme

ultérieur à celui des méthodes non linéaires (qui sont en théorie sensibles à la présence de fissure isolées).

Les paramètres non linéaires relatifs à la génération d'harmonique sont difficiles à situer sur la figure 7.35. Les mesures réalisées sur le mélange PO et sur des échantillons endommagés par chocs thermiques (chapitre 6) supposent que de très faibles changements dans les caractéristiques de fissuration peuvent entraîner une hausse considérable de ces paramètres (par rapport aux variations observées pour α_f ou α_Q). L'atout principal de la génération d'harmonique semble donc être sa capacité à détecter un « seuil de non-linéarité » dont les origines physiques doivent encore être déterminées.

- **Endommagement sévère**

Les changements de texture causés par la RAS sur la silice contenue dans le calcaire Spratt (notamment l'augmentation de la taille de pores) ont rendu l'approche physico-chimique inadéquate pour analyser la poursuite de la dégradation au-delà d'une expansion de 0,06%. Lors d'études menées sur d'autres types de granulats (silex et calcaires siliceux), cette approche a cependant pu être utilisée jusqu'à l'expansion asymptotique des bétons [Riche, 2003 ; Monnin, 2005 ; Moundougou, 2010b]

De manière « opposée » aux propriétés physico-chimiques, les propriétés mécaniques du béton (résistance à la traction et à la compression), jusqu'alors peu affectées par le gonflement, commencent à être significativement diminuées entre 0,06% et 0,09% d'expansion. Ces paramètres s'avèrent alors utiles et importants pour déterminer la limite à partir de laquelle la RAS commence à menacer les critères mécaniques de conception d'un ouvrage.

Les paramètres non linéaires (dynamique rapide) ont permis d'observer des variations importantes jusqu'à 0,09% d'expansion. Aussi, le « seuil de saturation » évoqué par Van Den Abeele, à partir duquel les fissures deviennent trop larges pour que des changements de non-linéarité soient observés [Van Den Abeele & De Visscher, 2000] n'a pas été atteint.

Le comportement différé du béton (caractérisé en dynamique lente par le paramètre τ) présente essentiellement un intérêt, dans le cas de l'étude de la RAS, pour détecter la présence de gel dans les fissures. Étant donné que la présence d'eau dans les fissures affecte également le comportement différé du béton, une quantité de gel relativement importante doit être présente pour pouvoir la détecter de manière certaine. Il est donc considéré que cette technique ne peut être employée avec succès que pour des états de dégradation avancés.

Finalement, la vitesse des ondes ultrasonores s'est présentée comme de paramètre le moins sensible à la dégradation des bétons étudiés. UPV est un paramètre beaucoup plus utile pour les études sur ouvrage que pour les études en laboratoire. Il permet en effet de repérer les zones les plus endommagées ou la présence de fissures importantes afin d'obtenir une vision globale de l'endommagement de l'ouvrage et de cibler les zones de carottage en vue d'analyses plus approfondies.

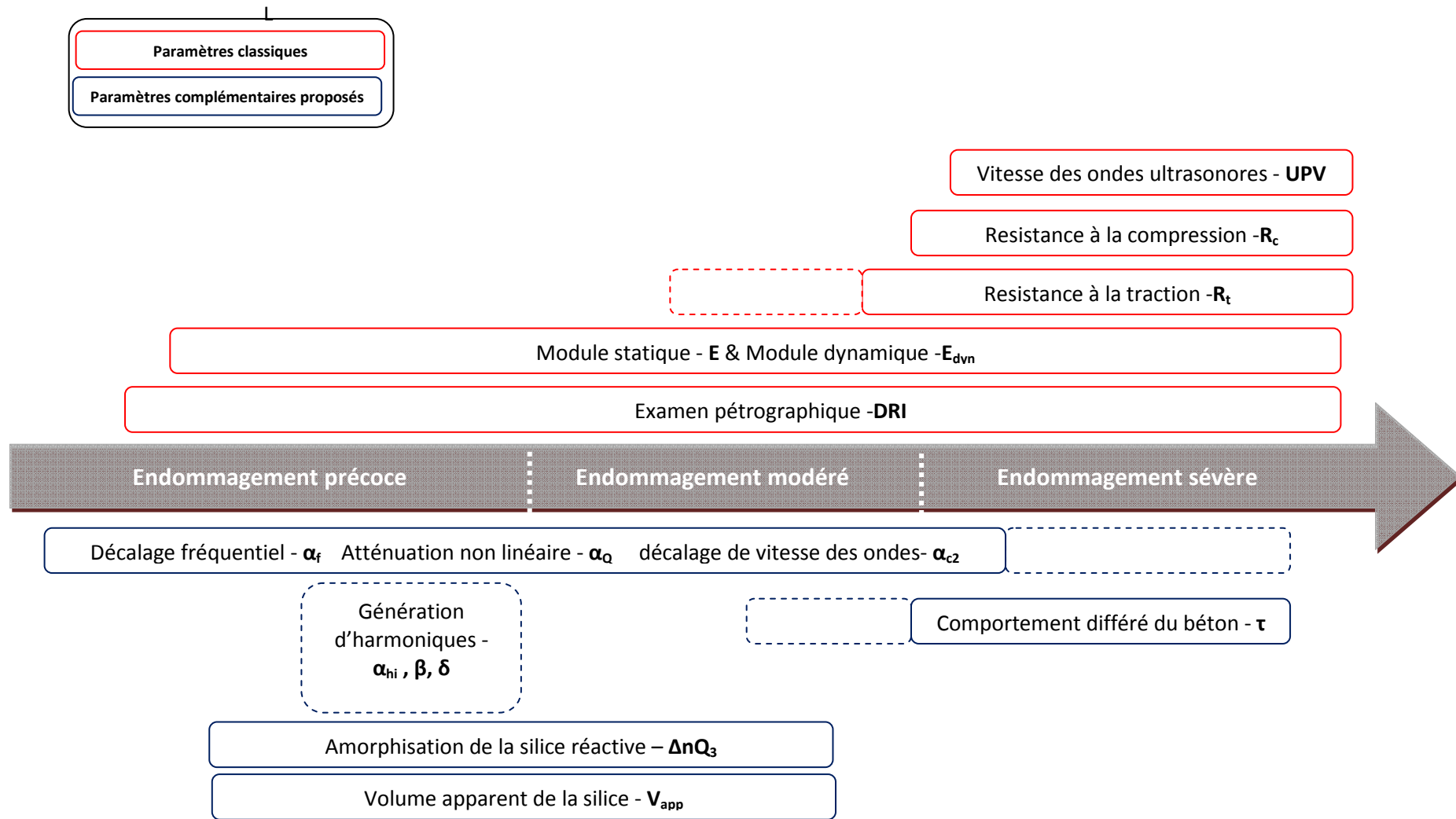


Figure 7.35 Domaine d'utilisation des paramètres de caractérisation

7.8.3 Mécanismes multi-échelles de dégradation du béton

Grâce aux caractérisations expérimentales effectuées à plusieurs échelles d'observation, il est possible d'interpréter certains mécanismes liant l'avancement chimique de la RAS dans les zones réactives du granulat à ses conséquences macroscopiques au niveau du béton.

La figure 7.36 synthétise les principales étapes de la dégradation des bétons du mélange SP (contenant du calcaire Spratt comme gravillon réactif) analysés dans cette étude.

- La première phase de dégradation repose sur un modèle de gonflement granulaire [Garcia-Diaz et al., 2006].

L'attaque de la silice réactive par les hydroxydes alcalins entraîne une amorphisation du squelette siliceux caractérisée par une augmentation d'environ 0,07% du taux de silanols. Cette hausse, conjuguée à la dissolution d'une partie de la silice, a pour effet d'augmenter le volume apparent du squelette siliceux de près de 0,8%, générant ainsi des pressions de gonflement dans les granulats.

Les pressions générées conduisent à une fissuration rapide du granulat, observable en microscopie optique et caractérisée par une perte d'élasticité du béton (baisse 15% et 9% des modules d'élasticité statique et dynamique) ainsi que d'importants changements de son comportement élastique non linéaire en dynamique rapide (augmentation du décalage fréquentiel α_f de 180%).

Pour un tel niveau de dégradation, l'hydratation du ciment contribue encore à faire augmenter les propriétés mécaniques (résistance à la traction et à la compression) du béton.

- Lors d'une deuxième phase de dégradation, le modèle de gonflement granulaire utilisé précédemment ne suffit plus à décrire à lui seul le gonflement du béton.

Le processus d'amorphisation est stabilisé alors que le volume apparent de la silice continue de croître (+6,2% par rapport au volume initial). La dissolution de la silice réactive semble alors intervenir grandement dans l'augmentation du volume apparent, principalement marqué par la hausse du volume poreux.

Si l'augmentation du volume apparent de la silice contribue à la fissuration du granulat et au gonflement du béton, il est probable que les produits de réaction formés suite à la dissolution de la silice réactive contribuent également à générer des pressions expansives responsables du gonflement du béton.

Au cours de cette phase, les paramètres non linéaires indiquent une augmentation de la fissuration quasiment équivalente à celle observée durant la première phase (l'augmentation de α_f par rapport à l'état initial passe de 180% à 380%) tandis que les

propriétés mécaniques ne sont toujours pas marquées par cette fissuration (R_c et R_t continuent de croître). Les observations pétrographiques indiquent que la fissuration reste en grande majorité localisée dans les granulats.

- Au cours de la troisième phase de dégradation, le gonflement granulaire ne semble plus intervenir dans le gonflement du béton.

En effet, les mesures thermogravimétriques supposent que la quantité de Q_3 présents dans la silice réactive est en baisse (-0,08% par rapport au taux initial). Cette baisse indique que le processus de dissolution de la silice réactive est largement prédominant sur celui d'amorphisation. Les changements dans la structure et la texture de la silice sont par ailleurs trop importants pour pouvoir quantifier la variation du volume apparent (voir § 7.7.1).

Etant donné que le gonflement structural de la silice réactive ne semble pas se poursuivre, le gonflement de produits de réaction issus de la dissolution de la silice réactive apparaît comme la principale cause du gonflement du béton au cours de cette troisième phase de dégradation.

Cette transition de processus de gonflement prédominant (gonflement granulaire -> gonflement des produits de réaction) coïncide avec l'apparition d'un réseau de fissure suffisamment important pour affecter les propriétés mécaniques du béton (baisse de R_c et R_t).

Il est important de rappeler que les trois phases de dégradation décrites ci-dessus sont spécifiques à l'étude expérimentale menée dans cette thèse. Le changement de granulat, de formulation ou de conditions de conservation peut naturellement conduire à observer des cinétiques de dégradation différentes. Aussi, l'objet de l'interprétation présentée n'est pas de généraliser les mécanismes multi-échelles de dégradation du béton par la RAS mais de montrer qu'une grande partie des arguments proposés pour décrire ces mécanismes sont quantifiables, notamment grâce à l'apport des analyses physico-chimiques et non linéaires. Ces méthodes d'analyse s'avèrent particulièrement utiles pour étudier la dégradation précoce du béton, lorsque le gonflement structural de la silice réactive apparaît comme la principale source de pressions de gonflement dans le béton.

L'étude menée sur grès de Postdam a permis de rappeler l'influence prépondérante du type de granulat réactif sur l'ensemble des mécanismes de dégradation. En changeant uniquement le type de granulat, pour une même formulation de béton et des conditions de conservation identiques, l'ensemble des caractéristiques de dégradation considérées a été considérablement modifié. La texture du granulat a notamment empêché une analyse physico-chimique et rapidement limité l'utilisation des paramètres non linéaires. La pertinence de paramètres de dégradation plus classiques tels que les modules d'élasticité statique et dynamique a alors pu être mise en évidence.

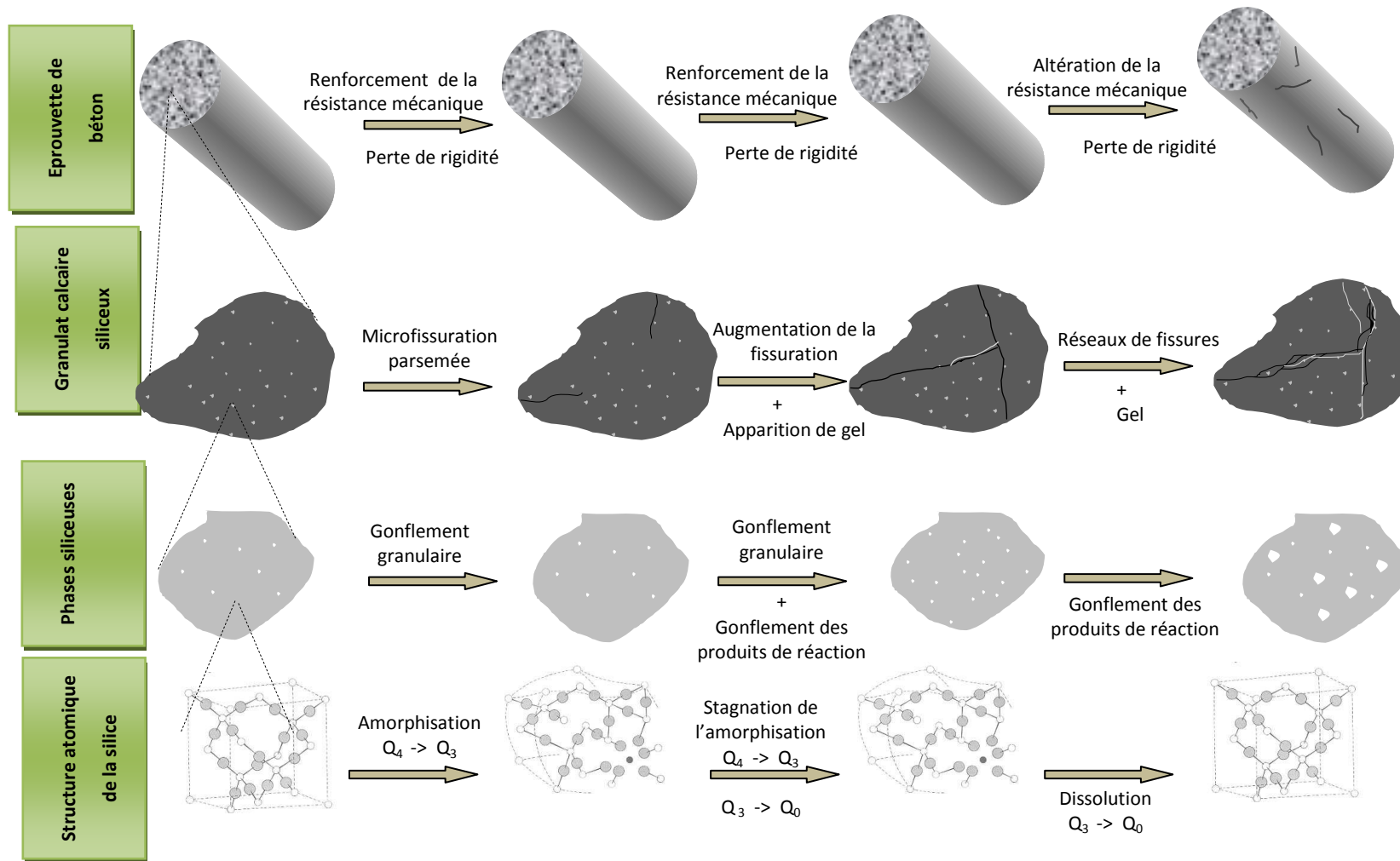


Figure 7.36 Observation multi-échelle de la dégradation du béton (mélange SP)

CHAPITRE 8

CARACTÉRISATION DE LA DÉGRADATION RÉSIDUELLE DE BÉTONS D'OUVRAGE

8.1 Introduction

Ce chapitre présente des essais d'expansion résiduelle réalisés sur des carottes de béton récupérées d'une écluse en service (Côte Sainte-Catherine, sur la voie maritime du fleuve Saint-Laurent) montrant des signes de dégradation liée à la RAS.

Les données connues sur l'état de bétons déjà extraits de cet ouvrage sont présentées au paragraphe 4.5 (matériaux), le type d'essai (60°C dans la soude à 1M) et le programme d'analyse effectué sont détaillés au paragraphe 3.5 (programme expérimental).

L'objectif de cette étude est de valider si les analyses physico-chimiques et acoustiques non linéaires permettent également de collecter des informations pertinentes dans le cas d'essais d'expansion résiduelle sur carottes d'ouvrage.

Les bétons d'ouvrage étudiés présentent une similitude majeure avec une partie des bétons fabriqués en laboratoire déjà analysés dans cette thèse : **les gravillons employés sont des calcaires argileux comparables au calcaire Spratt** [Gaudreault, 2000]. Plusieurs éléments importants différencient en revanche l'étude des bétons d'ouvrage de ceux de laboratoire :

- Les bétons d'ouvrage sont déjà endommagés lorsque l'étude d'expansion résiduelle commence, le degré d'endommagement initial n'est pas connu. De plus, d'autres mécanismes de dégradation peuvent également avoir participé à leur dégradation actuelle et participer à leur expansion résiduelle (par exemple la formation différée d'ettringite)
- Les carottes étudiées étant issues d'un ouvrage de masse, la taille des granulats est beaucoup plus importante que sur les bétons de laboratoire et peuvent faire jusqu'à un tiers de la longueur de la carotte. Le matériau étudié est donc beaucoup plus hétérogène que les bétons de laboratoire (figure 8.1).
- Le sable présent dans le béton contient de la silice. Dans le cas des bétons de laboratoire, le sable avait été sélectionné pour sa teneur négligeable en silice, permettant de récupérer presque exclusivement la silice du granulat réactif lors de l'extraction chimique. La présence de silice (à priori non réactive [Gaudreault, 2000]) provenant du sable dans la phase siliceuse

extraite et analysée peut réduire la sensibilité de la méthode à des changements physiques par un phénomène de dilution (la partie potentiellement réactive du matériau analysé est moins grande que pour les bétons de laboratoire).

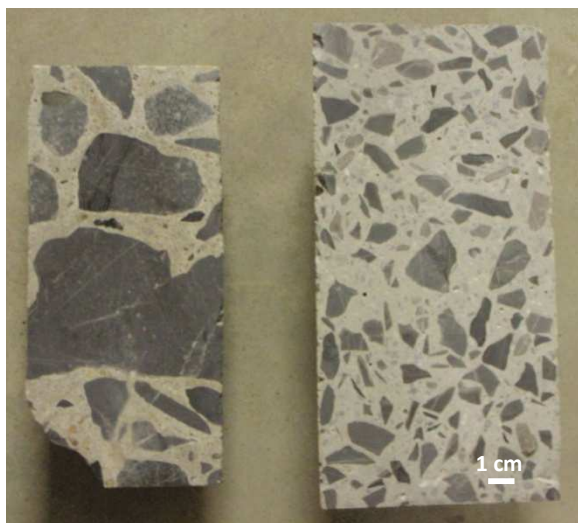


Figure 8.1 Coupes d'une carotte d'écluse (gauche) et d'un échantillon fabriqué en laboratoire (droite)

Les conditions de conservation des échantillons utilisées dans cette étude (immersion dans NaOH à 1M, 60°C, expansion non confinée) **sont trop éloignées de la réalité pour permettre d'interpréter les résultats vis-à-vis d'une expansion résiduelle « réelle » ou dans l'optique d'une modélisation** [Bokern, 2008 ; Ideker et al., 2010]. Il faut toutefois rappeler que l'essentiel de ces travaux porte sur l'utilité de plusieurs techniques de caractérisation, **l'objet est de pouvoir caractériser des dégradations à chaque échelle d'observation**. Aussi les conditions de conservation utilisées permettent d'accélérer la RAS pour dégrader suffisamment les bétons dans un délai limité (environ un mois).

Si les techniques montrent leur potentiel (capacité à détecter des changements à chaque échelle d'observation) dans ces conditions, elles pourront par la suite être appliquées à des cas d'études plus proches de la réalité (conservation en extérieur ou à 38°C et 100%H.R. par exemple).

8.2 Expansion résiduelle des bétons

8.2.1 Expansion

Trois carottes (82mm de diamètre, 165 à 175mm de longueur) ont servi à évaluer le gonflement résiduel au cours de du conditionnement dans la soude (figure 8.2). Leurs variations de masse ont également été suivies (figure 8.3)

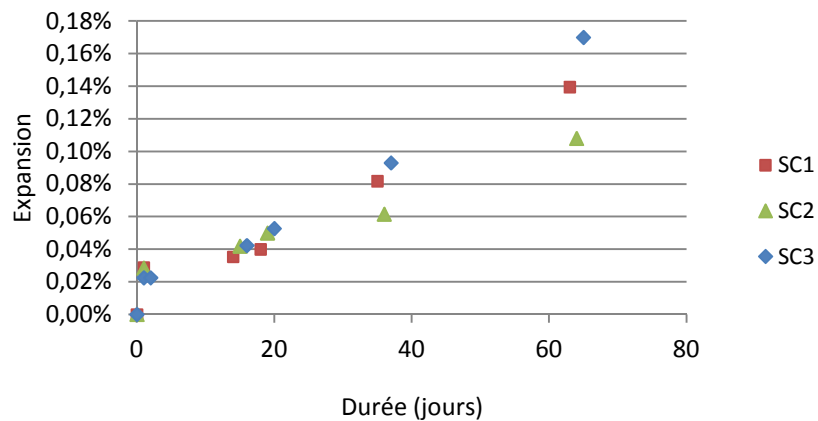


Figure 8.2 Expansion résiduelle des carottes plongées dans NaOH 1M à 60°C

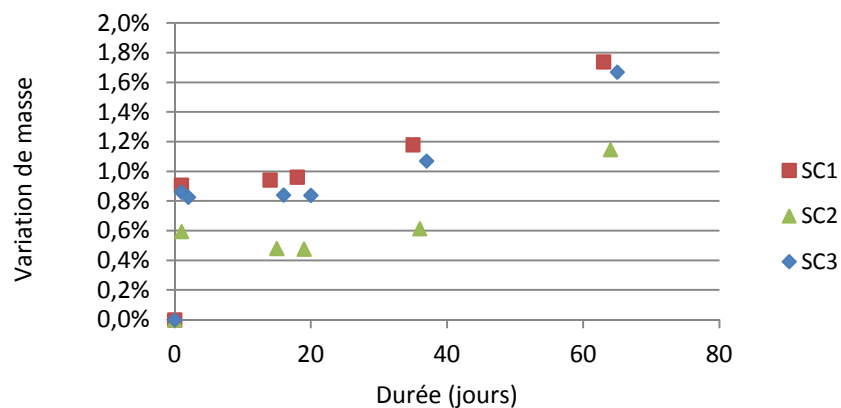


Figure 8.3 Variation de masse durant le conditionnement dans NaOH 1M à 60°C

Les éprouvettes subissent un gonflement régulier mis à part au tout début du conditionnement dans NaOH. Ce saut (en moyenne 0,26% d'expansion en 24 heures), **conjugué à une forte prise de masse** (en moyenne 0,78% en 24 heures), est principalement causé par la saturation des éprouvettes par la solution de soude. Ces dernières ont en effet été

conservées durant quelques années dans des tubes plastiques entreposés à l'extérieur et ont pu sécher partiellement durant cette période. Les mesures d'expansion ont montré qu'il existait une différence considérable entre le taux de gonflement du béton durant les 24 premières heures de cure (0,026%/jour) et taux de gonflement sur les 14 jours suivants (0,0009%/jour). Aussi, Le gonflement observé durant les 24 premières heures d'immersion dans la soude n'est pas attribué à la RAS mais à un gonflement hydrique [Sellier et al., 2009]. Il est toutefois probable que les produits de réaction préexistants dans le béton aient subi une reprise d'eau ayant également participé à ce gonflement rapide.

Étant donné la diminution radicale des vitesses d'expansion et de prise de masse (figures 8.1 et 8.2), après 24 heures de conditionnement, il est considéré que la poursuite de l'expansion des bétons est principalement attribuable la RAS. C'est pourquoi les valeurs de gonflement ont été « réinitialisées » après 24 heures de conditionnement (figure 8.4).

Dans la suite du chapitre, la longueur initiale des carottes sera donc définie comme leur longueur après 24 heures de conditionnement dans la soude, les taux d'expansion résiduelle exprimés seront les expansions « corrigées » présentés sur la figure 8.4. L'expansion corrigée correspond à l'expansion attribuée à la RAS.

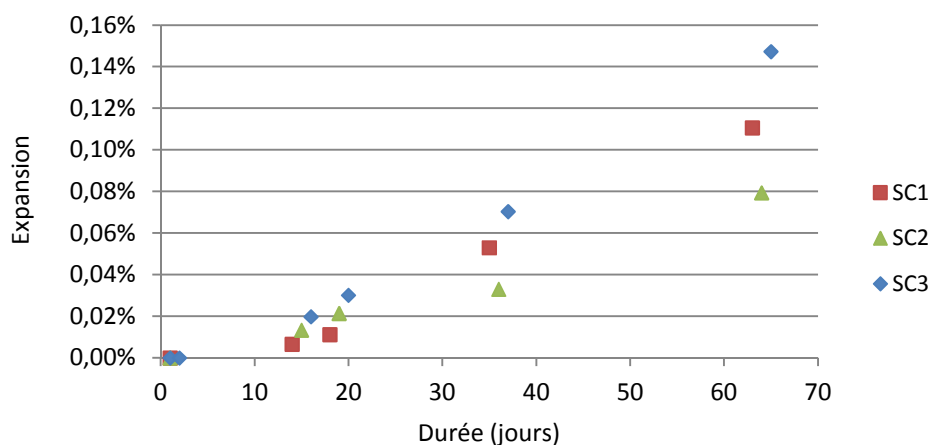


Figure 8.4 Expansion résiduelle corrigée (mesure initiale prise après 24h d'immersion dans NaOH)

8.2.2 Taux d'expansion résiduelle analysés

Les mesures destructives (examens pétrographiques et analyses physico-chimiques) et non destructives (acoustique linéaire et non linéaire) ont été effectuées conformément au programme expérimental présenté au paragraphe 3.5.1, pour 2 niveaux d'expansion résiduelle. :

- Après 15 jours d'immersion, correspondant à une expansion « corrigée » de 0,017%
- Après 35 jours d'immersions, correspondant à une expansion « corrigée » de 0,054%

Compte tenu du gonflement hydrique observé, les résultats des essais non destructifs seront comparé avant et après 24 heures de conditionnement dans la soude afin d'étudier l'impact de ce gonflement sur les propriétés des bétons.

Les taux d'expansion résiduelle étudiés sont relativement faibles, puisque des essais réalisés sur des carottes issues du même ouvrage (à 38°C dans NaOH à 1M) ont montré que l'expansion résiduelle pouvait atteindre plus de 0,4% après 86 semaines [Sargolzahi, 2009]. Dans le chapitre 7, nous avons néanmoins montré que les techniques de caractérisation employées pouvaient permettre de détecter des variations aux diverses échelles d'observation pour des variations d'expansion de l'ordre de 0,03%. C'est pourquoi il a été choisi de caractériser des dégradations résiduelles relativement faibles (0,017% et 0,054%).

8.3 Observations pétrographiques

L'analyse quantitative des observations pétrographiques s'est heurtée, dans ce cas d'étude, à deux difficultés évoquées dans l'introduction:

- La fissuration déjà présente dans les granulats

Cette altération étant déjà très marquée, il n'a pas été possible, pour les taux d'expansion résiduelle étudiés, d'observer des changements significatifs sur les indices pétrographiques observés par rapport à la fissuration initialement présente dans le granulat.

- La taille des granulats

La grande majorité des indices pétrographiques de dégradation observés sur les carottes se situe dans les granulats. Or, comme illustré sur la figure 8.1, la quantité de granulats différents observables sur une surface équivalente est largement réduite sur les carottes d'ouvrage par rapport aux bétons de laboratoire. La représentativité des résultats quantitatifs obtenus devient

alors très limitée, d'autant que des échantillons différents ont été utilisés pour caractériser les trois états de dégradation étudiés.

Ces deux points rendent l'analyse pétrographique quantitative peu pertinente pour les taux d'expansion résiduelle étudiés, c'est pourquoi seules des observations qualitatives sont proposées dans ce paragraphe. Il a en revanche été montré avec des carottes du même ouvrage (entreposées à 38°C dans NaOH à 1M) que, pour des expansions résiduelles plus importantes, une distinction claire est visible entre l'état initial et une expansion résiduelle de 0,4% [Sargolzahi, 2009].

Les observations pétrographiques effectuées lors de la caractérisation initiale des carottes (avant immersion dans la soude) indiquent très clairement que le béton a été affecté par la RAS. Sa manifestation la plus nette est la présence de larges fissures remplies de gel dans environ un quart des granulats observés. Cette fois-ci et contrairement aux observations sur les bétons de laboratoire (mélange SP), les produits de réaction sont clairement identifiables (figure 8.5a et b). De tels indices pétrographiques n'avaient pas été détectés sur les bétons de laboratoire.

D'un point de vue qualitatif, trois principales caractéristiques pétrographiques distinguent les carottes des bétons fabriqués en laboratoire (SP-0,09%) :

- La quantité de fissures dans les granulats, beaucoup plus importante sur les bétons de laboratoire SP-0,09%.
- La taille des fissures, nettement plus grandes et larges sur les carottes d'ouvrage.
- Le remplissage des fissures : une majorité des fissures dans les carottes sont replies de produits de réaction tandis qu'environ 10% de fissures en contenaient partiellement dans les bétons de laboratoire.

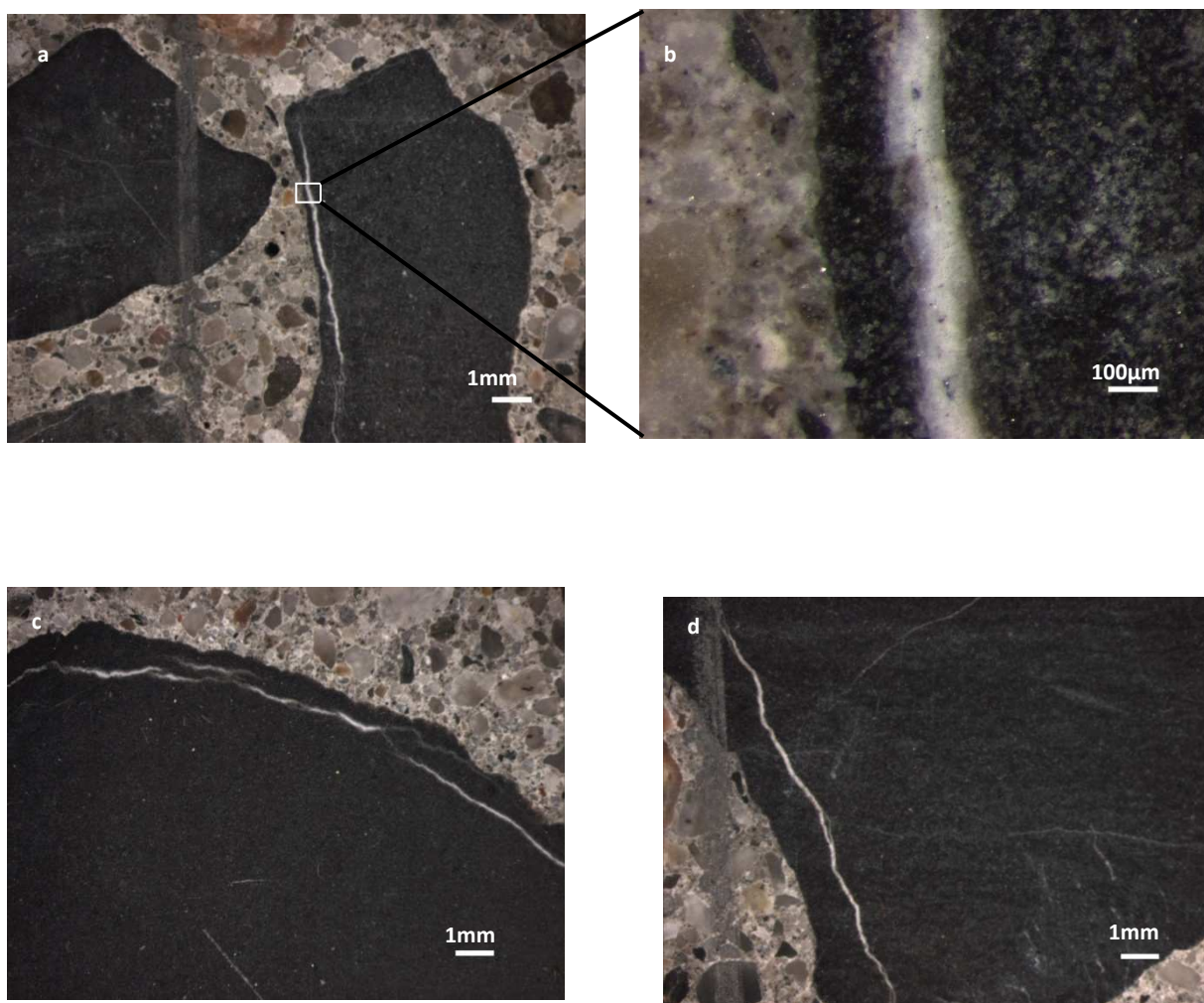


Figure 8.5 Observations pétrographiques sur les carottes SC (extraites de l'écluse Côte Sainte-Catherine)

Larges fissures remplies de produits de réaction dans les granulats observées à l'état initial (a et b), après une expansion résiduelle de 0,017% (c) - échantillon SC-A - et 0,054% (d) - échantillon SC-D

8.4 Acoustique linéaire

8.4.1 Impact du gonflement hydrique

Des mesures de vitesses ultrasonores et de modules d'élasticité dynamiques ont été réalisées avant et 24 heures après l'immersion des carottes dans la soude afin de vérifier si la phase de gonflement observée durant cette période (en moyenne 0,26%), non attribuée à la RAS, avait une influence sur les propriétés mécaniques du béton.

La vitesse des ondes ultrasonores ne semble pas très affectée par l'immersion des éprouvettes, celle-ci varie entre -2,2% et +1% (tableau 8.1). Néanmoins, étant donné que la prise d'eau (gain de masse de 0,78% en moyenne) est supposée augmenter la vitesse des ondes ultrasonores dans le béton ([*Ohdaira & Masuzawa, 2000b*] et §6.4.3), les baisses mesurées pour trois échantillons sur quatre laissent supposer que le gonflement hydrique a pu affecter les propriétés mécaniques du béton.

| | SC-A | SC-B | SC-C | SC-D |
|-----------|-------|-------|-------|-------|
| Avant | 4 000 | 3 880 | 4 100 | 4 420 |
| 24h après | 3 960 | 3 910 | 4 010 | 4 390 |
| variation | -1,0% | 0,8% | -2,2% | -0,7% |

Tableau 8.1 Impact du gonflement hydrique sur UPV

Le suivi des modules d'élasticité dynamique montre clairement une réduction des caractéristiques élastiques du béton, comprise entre 4% et 15% après 24 heures d'immersion (tableau 8.2). Les baisses les plus marquées se produisent pour les échantillons ayant le module dynamique initialement le plus élevé (SC-A et SC-D).

| | SC-A | SC-B | SC-C | SC-D |
|-----------|------|------|------|------|
| Avant | 32,3 | 23,4 | 30,7 | 37,9 |
| 24h après | 27,6 | 21,4 | 29,4 | 32,7 |
| variation | -15% | -8% | -4% | -14% |

Tableau 8.2 Impact du gonflement hydrique sur le module dynamique

Compte tenu des variations de module dynamique, il semble que les 24 premières heures d'immersion aient eu un effet notable sur les propriétés élastique du béton. Bien que les origines de ces changements n'aient pas été formellement identifiées, celles-ci sont attribuées aux conséquences du gonflement hydrique et non à la RAS. Aussi, comme dans le cas des taux d'expansion résiduelle, l'état « initial » du matériau pris en compte dans la suite du paragraphe 8.4 correspond à l'état des carottes après 24 heures d'immersion dans la soude.

8.4.2 Vitesse des ondes ultrasonores (expansion résiduelle)

Le tableau 8.3 présente les vitesses mesurées sur les 4 échantillons ayant été suivis lors des essais d'expansion résiduelle, la variation de UPV par rapport à la mesure précédente est également indiquée pour chaque échantillon. Les échantillons SC-A et SC-B ont été retirés à 0,017% d'expansion moyenne (afin des réaliser des observations pétrographiques puis des analyses physico-chimiques), tandis que les échantillons SC-C et SC-D ont été suivi jusqu'à une expansion moyenne de 0,054%.

| Expansion résiduelle moyenne (%) | UPV (m/s) | | | | | | | |
|----------------------------------|-----------|-----------|--------|-----------|--------|-----------|--------|-----------|
| | SC-A | | SC-B | | SC-C | | SC-D | |
| | valeur | variation | valeur | variation | valeur | variation | valeur | variation |
| 0% | 3960 | | 3910 | | 4010 | | 4390 | |
| 0,017% | 3980 | 0,5% | 3870 | -1,0% | 3950 | -1,5% | 4310 | -1,8% |
| 0,054% | - | | - | | 4000 | 1,3% | 4320 | 0,2% |

Tableau 8.3 Vitesses des ondes ultrasonores mesurées sur les carottes suivis en expansion résiduelle

Trois des quatre échantillons subissent une faible baisse de UPV, entre -1% et -1,8%, à 0,017% d'expansion. L'échantillon SC-A subit même une augmentation de 20 m/s. Les valeurs restent par la suite relativement stables et ont même tendance à remonter (+0,7% en moyenne par rapport à la mesure à 0,017% d'expansion).

8.4.3 Module d'élasticité dynamique (expansion résiduelle)

Le tableau 8.4 présente l'évolution du module d'élasticité dynamique des bétons sur le même principe que le tableau 8.3.

| Expansion résiduelle moyenne (%) | Module dynamique (GPa) | | | | | | | |
|----------------------------------|------------------------|-----------|--------|-----------|--------|-----------|--------|-----------|
| | SC-A | | SC-B | | SC-C | | SC-D | |
| | valeur | variation | valeur | variation | valeur | variation | valeur | variation |
| 0% | 27,6 | | 21,4 | | 29,4 | | 32,7 | |
| 0,017% | 23,5 | -14,8% | 20,8 | -3,1% | 23,9 | -18,7% | 24,2 | -26,0% |
| 0,054% | - | | - | | 24,5 | 2,6% | 23,8 | -1,7% |

Tableau 8.4 Modules d'élasticité dynamique mesurés sur les carottes suivies en expansion résiduelle

Le module d'élasticité dynamique des échantillons SC-A, SC-C et SC-D subit une baisse particulièrement marquée dès à 0,017% d'expansion. L'échantillon SC-B semble moins marqué que les autres par cette dégradation, comme cela a déjà pu être observé pour le gonflement hydrique. Ces faibles variations coïncident avec le fait que cet échantillon est, à l'état initial, le plus dégradé des échantillons testés. Les échantillons SC-C et SC-D sont beaucoup moins affectés par le gonflement entre 0,017% et 0,054% que lors de la première phase (0% à 0,017%), une légère augmentation de E_{dyn} et même observée dans le cas de SC-C.

8.4.4 Bilan sur l'acoustique linéaire

Le suivi des différentes éprouvettes au cours de leur immersion dans la soude a permis de constater que gonflement hydrique observé durant les 24 premières heures de conditionnement (provoquant en moyenne un gonflement de 0,026% pour une prise de masse de 0,078%) a significativement affecté le module d'élasticité dynamique des béton. En particulier les échantillons présentant les modules initiaux les plus élevés ont subi les plus fortes baisses. Les variations de UPV ne révèlent en revanche pas de tendance significative au cours de cette étape (légère baisse pour trois des quatre échantillons).

Suite à cette phase, le gonflement progressif attribué à la RAS s'est déroulé en deux étapes. Dans un premier temps, une expansion relativement faible (0,017%) a provoqué une chute importante du module d'élasticité (de 14,8 à 26%), hormis pour l'échantillon possédant un module dynamique déjà beaucoup plus faible que le autres (SC-C). Dans un deuxième temps, la poursuite de l'expansion semble beaucoup moins dégrader les échantillons puisque le modules d'élasticité ne varient presque plus entre 0,017% et 0,054% d'expansion et UPV présente une légère tendance à la hausse.

8.5 Acoustique non linéaire

8.5.1 Impact du gonflement hydrique

Les 24 premières heures d'immersion ont, comme pour le module d'élasticité dynamique, provoqué des changements notables sur α_f . Trois échantillons sur quatre subissent une

augmentation de α_f comprise entre 70% et 233% tandis que l'échantillon SC-A présente une baisse de 27% (tableau 8.5). La baisse de 27% de α_f observée sur l'échantillon SC-A est difficile à expliquer, d'autant que cet échantillon est celui dont le module dynamique a connu la plus forte baisse durant cette phase (tableau 8.2).

| Variation de α_f avant et après immersion dans la soude à 60 °C | | | | |
|--|--------|--------|--------|--------|
| | SC-A | SC-B | SC-C | SC-D |
| Avant | 42 111 | 44 398 | 22 469 | 12 889 |
| 24h après | 30 607 | 75 817 | 74 860 | 26 508 |
| variation | -27% | 71% | 233% | 106% |

Tableau 8.5 Impact du gonflement hydrique sur α_f

Les variations de α_f confirment que l'immersion à 60°C des éprouvettes induit des changements non négligeables sur les propriétés élastiques du béton, les valeurs « initiales » considérées par la suite seront à nouveau les valeurs mesurées après 24 heures d'immersion. La disparité des résultats ne donne cependant pas de nouvelles informations sur l'origine de ces changements.

8.5.2 Résonance en dynamique rapide (expansion résiduelle)

La figure 8.6 présente les valeurs de α_f pour les 4 échantillons suivis en dégradation résiduelle.

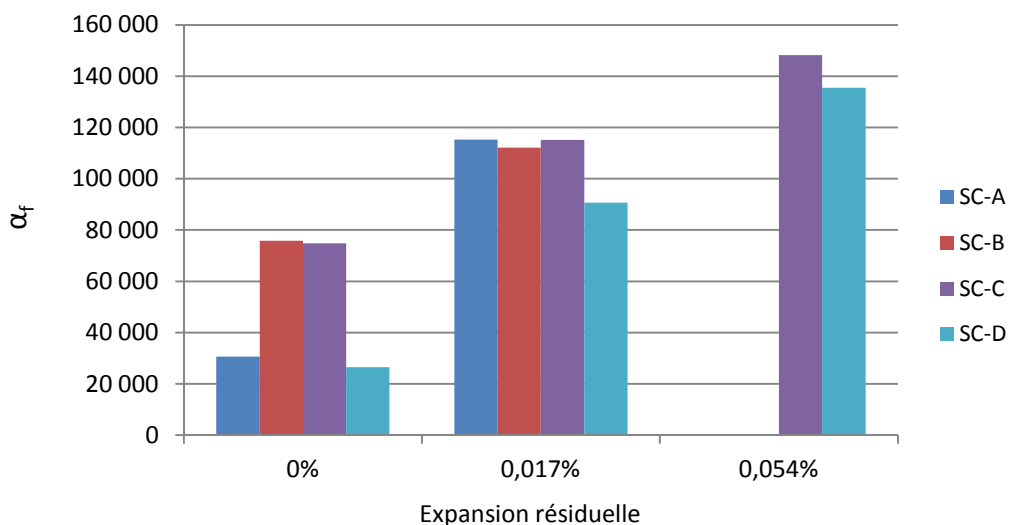


Figure 8.6 Valeurs de α_f pour les échantillons suivis en dégradation résiduelle

Le premier élément marquant de ces résultats est la valeur très élevée de α_f pour l'ensemble des échantillons à l'état initial, qui s'échelonne de 26 500 à plus de 75 000 avec une moyenne de plus de 50 000. Même avant immersion dans la soude, la valeur moyenne de α_f était supérieure à 30 000. Pour rappel, la valeur moyenne de α_f sur les bétons de laboratoire SP à 0,09% de gonflement était de 5750, celle des bétons G2 (200 cycles de gel/dégel) était d'environ 82 000.

Deux éléments principaux pourraient être à l'origine d'une telle différence avec les bétons de laboratoire :

- la taille des granulats, très importante par rapport à la longueur des échantillons testés (jusqu'à 1/3 contre 1/10 pour les échantillons de laboratoire). Il semble que l'augmentation de la taille des granulats augmente l'influence des zones de transition interfaciales, qui sont des sources de non-linéarité dans le béton.
- La taille des fissures, en moyenne plus larges et longues que celles des bétons de laboratoire. Pour une déformation ε_0 équivalente, les fissures de grande taille peuvent avoir des amplitudes de mouvement considérables par rapport à des microfissures, ce qui a pour conséquence d'affecter également la fréquence de résonance de manière très importante et donc d'augmenter α_f (figure 8.7).

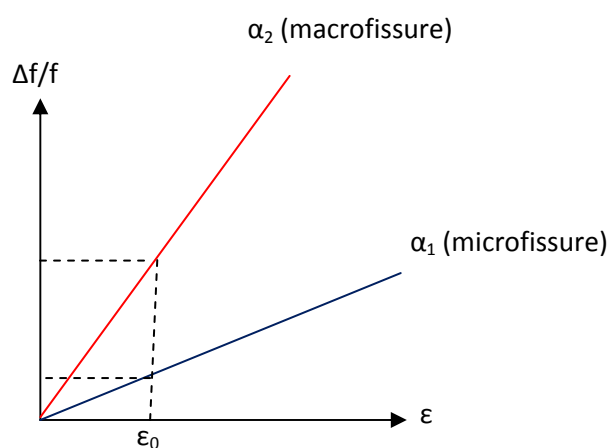


Figure 8.7 Influence de la taille des fissures sur α_f

L'augmentation de α_f entre l'état initial et un niveau d'expansion de 0,017% varie entre 48% (SC-B) et 276% (SC-A), l'augmentation finale est de 98% pour l'éprouvette SC-C et 411% pour l'éprouvette SC-D.

Pour trois des quatre éprouvettes suivies, les valeurs et variations de α_f présentent un lien avec les observations faites sur les modules d'élasticité dynamique : SC-A et SC-D sont initialement moins dégradées que SC-B et subissent des pertes de propriétés élastiques supérieures pour un taux d'expansion résiduelle de 0,017%. Le cas de l'éprouvette SC-C est plus difficile à analyser car il existe un « déphasage » entre les données de module élastique et de α_f , par rapport aux autres échantillons.

Bien que les valeurs mesurées soient très dispersées suivant les échantillons, les variations de α_f semblent traduire, comme dans le cas des essais linéaires, qu'une dégradation plus importante est intervenue entre l'état initial et un niveau d'expansion de 0,017% plutôt qu'entre 0,017% et 0,054%.

Cependant, les variations de α_f indiquent clairement, contrairement aux modules d'élasticité dynamique, que les éprouvettes continuent à être dégradées entre des taux d'expansion de 0,017% et 0,054%.

8.5.3 Résonance en dynamique lente

Des essais de dynamique lente ont été réalisés sur des carottes présentant deux types d'état de dégradation.

- Sur les carottes avant leur immersion en bain de soude. Dans ces conditions, les échantillons présentent l'avantage de contenir des produits de réaction mais de ne pas être complètement saturés en eau.
- Sur des carottes présentant au niveau d'expansion résiduelle de 0,054%.

Ces essais ont été réalisés afin d'être comparés avec ceux déjà réalisés au cours de cette thèse, notamment les échantillons endommagés par d'autres types de dégradation que la RAS.

La figure 8.8 présente une comparaison entre la courbe de fluage dynamique de l'échantillon SC-D avant son immersion dans la soude et un échantillon à l'état T2 (endommagé par chocs thermiques) non saturé (cf chapitre 6). Les valeurs de τ correspondant à ces deux

courbes sont de 960 (échantillon T2) et 1200 (échantillon SC-D). Malgré la présence manifeste de gel dans l'échantillon SC-D, la distinction entre les deux bétons n'est pas très claire.

La figure 8.9 compare l'échantillon SC-D après 35 jours d'immersion dans la soude (expansion résiduelle de 0,054%) avec le même échantillon T2 que pour la figure 8.8, mais à l'état saturé. Les valeurs de τ correspondant à ces deux courbes sont de 2100 (échantillon T2) et 1800 (échantillon SC-D).

Les comparaisons faites sur les figures 8.8 et 8.9 indiquent que la présence de produits de réaction dans les fissures d'un échantillon de béton n'est pas un élément suffisant pour identifier formellement cette présence à l'aide d'un essai de fluage dynamique.

Dans le chapitre 7, la détection de gel de réaction est apparue possible dans le cas où les bétons comparés sont de formulation similaire. Une étude précédente avait par ailleurs permis de d'associer la présence de produits de réaction à une forte augmentation de τ en comparant des bétons fabriqués en laboratoire (endommagés mécaniquement) et des bétons issus d'un ouvrage dégradé par la RAS [Kodjo et al., 2011].

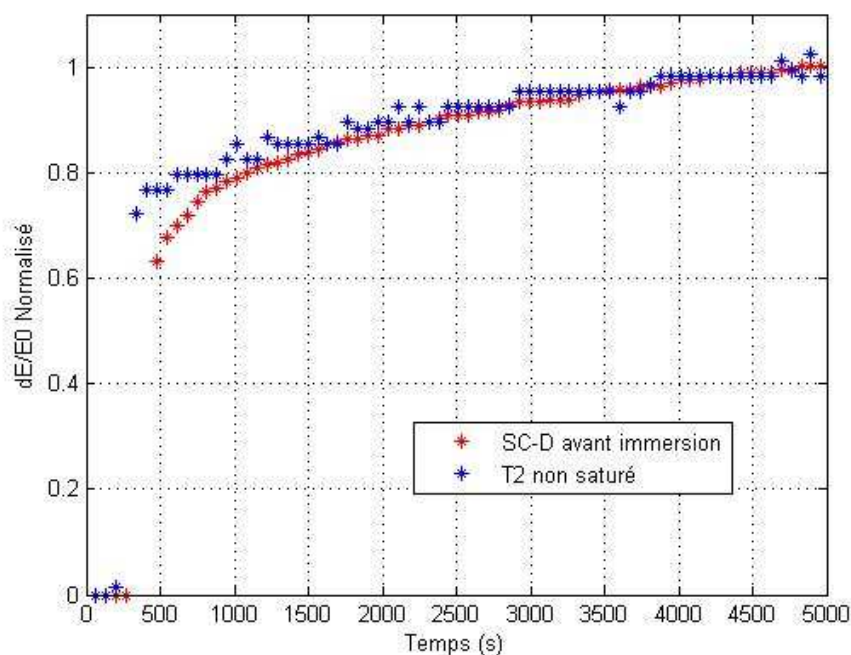


Figure 8.8 Comparaison des temps de fluage de SC-D avant immersion dans la soude et d'un échantillon dégradé par chocs thermiques (état T2) non saturé

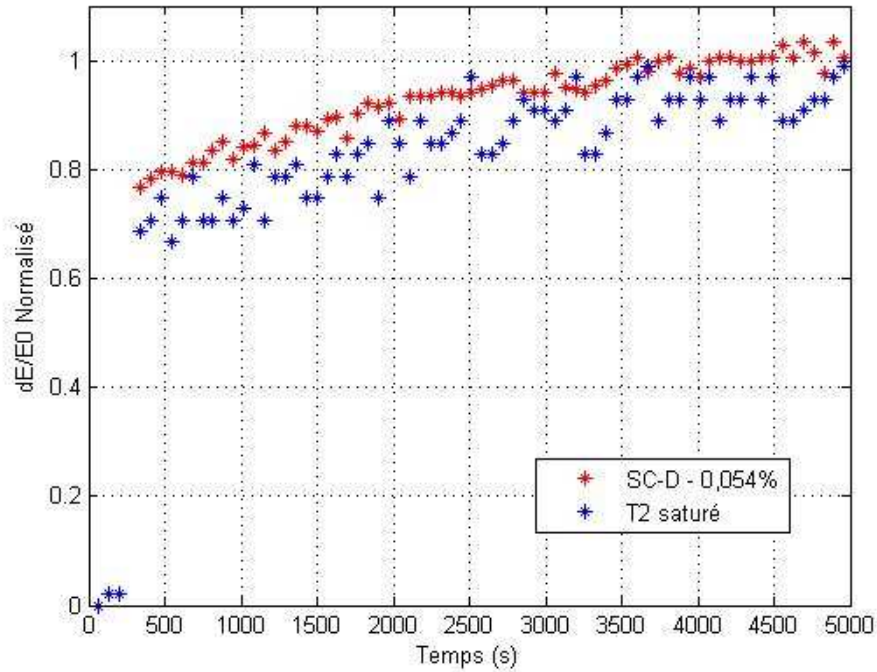


Figure 8.9 Comparaison des temps de fluage de SC-D après une expansion résiduelle de 0,054% et d'un échantillon dégradé par chocs thermiques (état T2) saturé

Il est ici montré que des éléments relatifs à la formulation du béton (type et taille des granulats, type de pâte de ciment) et à son état de dégradation (quantité et taille des fissures) peuvent, au même titre que le gel de silice ou la présence d'eau dans les fissures, influencer sur le comportement différé du béton et donc sur le paramètre τ . Il ressort que ce paramètre ne semble par pouvoir, à l'état actuel des connaissances, diagnostiquer la présence de gel dans les fissures en se référant uniquement à une valeur absolue de τ (par exemple si $\tau > 2000$, alors le béton contient du gel).

8.6 Analyse physico-chimique

8.6.1 Adaptations posées par l'analyses de bétons d'ouvrage

La principale particularité des carottes d'ouvrages par rapport aux bétons de laboratoire est, dans le cas de l'analyse physico-chimique, la présence de sable contenant de la silice. Cette silice, probablement non réactive [Gaudreault, 2000], fait partie des phases siliceuses extraites du béton par attaque chimique.

Afin de limiter la présence de cette silice non réactive, les éprouvettes ont été brisées au marteau et les gravillons réactifs collectés manuellement. Compte tenu de la taille de ces derniers par rapport aux éprouvettes, cette démarche de tri s'est avérée rapide pour un tel type de béton. Les gravillons collectés, sur lesquels de faibles quantités de ciment et de sable sont encore « accrochés », ont ensuite été broyés et traités comme s'il s'agissait de béton.

Il est ainsi permis, moyennant une nouvelle étape de tri, de limiter fortement la présence de silice provenant du sable dans le matériau analysé après attaque chimique.

8.6.2 Suivi des variables physico-chimiques

Un avantage notable présenté par cette méthode d'analyse est que le gonflement hydrique n'a pas d'impact sur les propriétés de la silice. La prise en compte de cette étape de dégradation n'a donc pas à être considérée pour l'analyse des variables physico-chimiques.

Les volumes absolu et poreux massiques suivent une même évolution en montrant une assez nette augmentation entre 0% et 0,017% puis une légère baisse entre 0,017% et 0,054% (figure 8.10).

La principale source d'augmentation du volume poreux provient du groupe de pores G3, ayant un diamètre d'environ 550Å (figure 8.11). Lors de la première mesure d'expansion (à 0,017%), le volume occupé par l'ensemble des principaux groupes de pores (G1, G2 et G3) augmente significativement. Lors de la mesure suivante, le volume occupé par G3 reste élevé et semble prendre une place plus importante par rapport aux groupes G1 et G2. Il est ainsi possible qu'un phénomène similaire à celui observé sur les bétons de laboratoire (chapitre 7) apparaisse : lorsqu'un certain niveau de dégradation est atteint, les plus petits pores tendent à disparaître au profit de pores de diamètres plus importants. Aussi, il est possible que des pores de diamètre supérieur à 2000Å se développe dans les zones siliceuses et ne soient pas repérées lors de l'analyse réalisée. Les courbes de volume poreux de permettent néanmoins pas dans le cas présent de confirmer cette hypothèse.

Les variations physiques de la silice présentent des corrélations avec les analyses non destructives car elles confirment qu'une dégradation plus importante semble se produire en début d'expansion résiduelle (jusqu'à un taux d'expansion de 0,017%) plutôt que par la suite.

Les variations de perte de masse sont relativement faibles et la dispersion des résultats les rendent plus difficiles à analyser (figure 8.12). Aussi, dans le cadre de cette étude de cas, seuls

les indicateurs de dégradation physique de la silice peuvent être pris en compte pour conclure qu'une altération par la RAS a bien pu se produire. Compte tenu des relations observées à de nombreuses reprises entre amorphisation de la silice et augmentation du volume apparent [Bulteel, 2000 ; Riche, 2003 ; Monnin, 2005 ; Garcia-Diaz et al., 2006 ; Moundoungou, 2010b], il est considéré que ces phénomènes sont liés malgré les faibles variations de perte de masse ici observées.

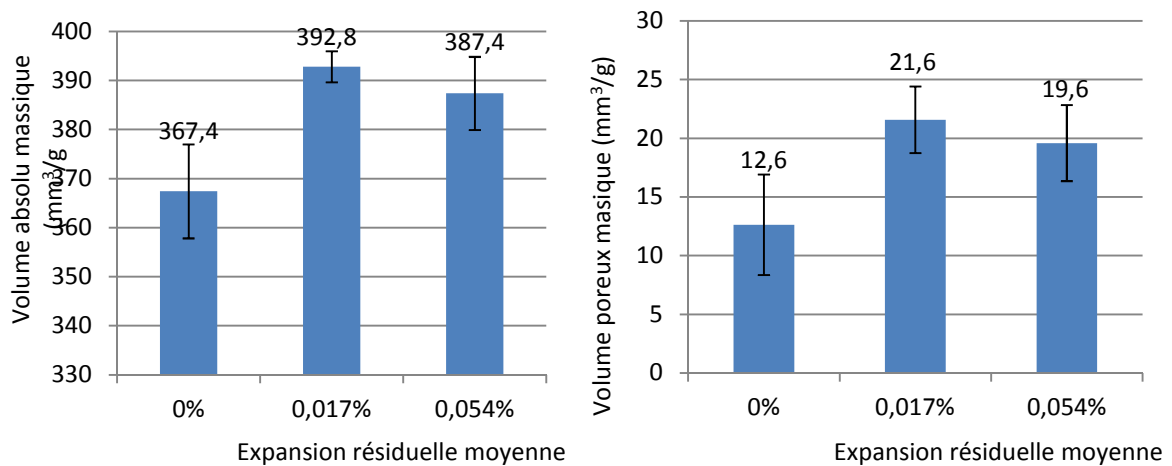


Figure 8.10 Valeurs du volume absolu et du volume poreux massiques en fonction de l'expansion

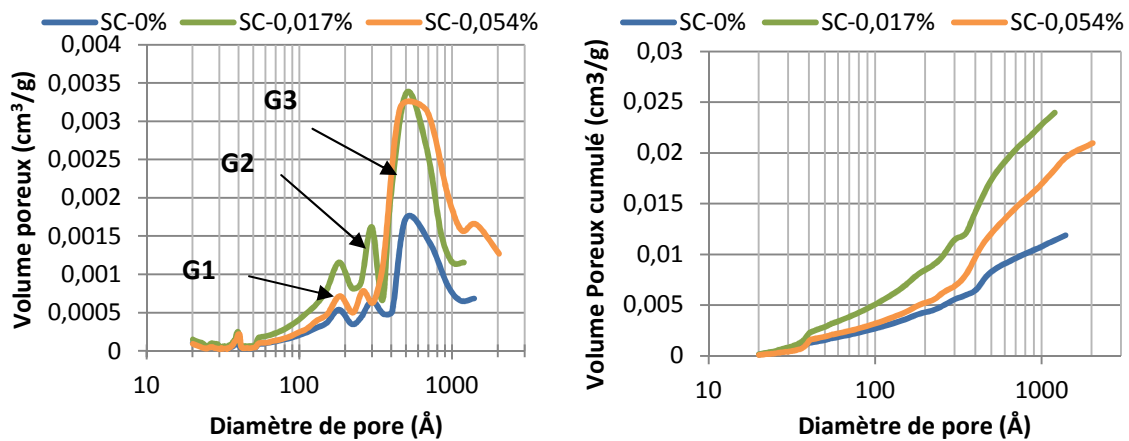


Figure 8.11 Répartition du volume poreux et volume poreux cumulé en fonction du diamètre des pores

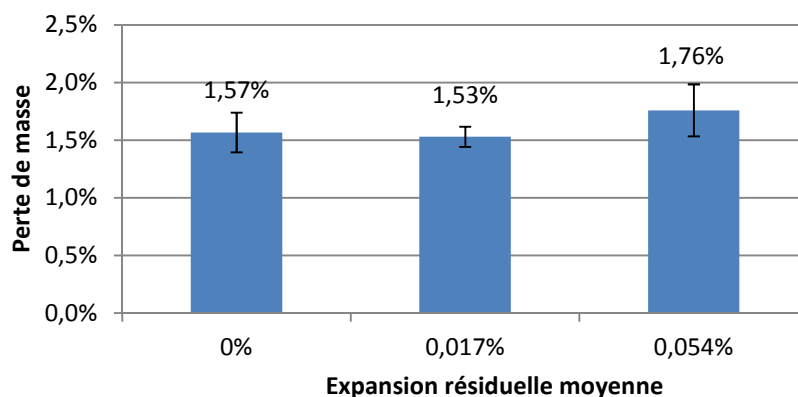


Figure 8.12 Perte de masse en analyse thermogravimétrique en fonction de l'expansion résiduelle

8.6.3 Bilan sur l'analyse physico-chimique

Le suivi des variables physico-chimiques des phases siliceuses a permis de constater une augmentation du volume apparent d'environ 9% tandis que la variation maximale observée sur les bétons de laboratoires était de l'ordre de 5%. Ce constat est positif quant à l'emploi de la méthode physico-chimique sur des bétons contenant du sable « conventionnel » grâce à l'étape préalable de tri des granulats avant attaque chimique, qui a permis de suffisamment limiter l'apport de silice non réactive pour ne pas masquer la dégradation de la partie réactive.

L'incertitude supplémentaire posée par la part variable de sable non réactif n'a pas d'impact significatif sur l'analyse des résultats relatifs aux changements physiques de la silice (volumes massiques absolus et poreux) : la distinction entre les états SC-0% et SC-0,017% est claire, même en prenant en compte la dispersion des mesures (barres d'incertitudes). Il est néanmoins probable que la dégradation réelle du granulats réactif soit légèrement supérieure à celle mesurée, puisque la présence de sable apporte malgré tout un effet dilutif.

Les variations de perte de masse étant difficiles à distinguer, les paramètres physiques ont du être considérés dans cette étude comme les principaux indicateurs de la dégradation physico-chimique de la silice par la RAS.

8.7 Discussion

8.7.1 Spécificité de l'étude d'un béton d'ouvrage (béton de masse)

L'hétérogénéité de chaque éprouvette (relative à la grande taille des granulats) ainsi que la taille des fissures provoquées par un développement *in situ* de la RAS et par des cycles de gel/dégel semblent avoir un impact significatif sur la non-linéarité du béton, compte tenu des valeurs très élevées du paramètre α_f .

En comparant observations pétrographiques et mesures de non-linéarité pour les bétons de laboratoires (SP) et les bétons issus d'un ouvrage de masse principalement dégradé par la RAS (SC), il apparaît évident que la quantité de fissures n'est pas le seul élément déterminant dans le comportement non linéaire du béton (les fissures étant moins nombreuses et plus larges pour les carottes d'ouvrage). L'influence des zones de transition interfaciales sur la non linéarité du béton pourrait également être augmentée avec la taille des granulats. L'utilisation du paramètre α_f a cependant une nouvelle fois permis de suivre l'expansion résiduelle des carottes d'ouvrage avec une plus grande sensibilité que les paramètres linéaire (UPV et E_{dyn})

L'approche physico-chimique s'est avérée efficace pour observer la dégradation de la silice réactive, moyennant une étape de tri des granulats. Bien que l'amorphisation de la silice n'ait pas pu être clairement identifiée, les variations des volumes absolu et poreux massique de la silice ont bien permis de détecter une altération du granulat au cours de l'expansion résiduelle. Par ailleurs, l'impact de la reprise d'eau intervenue durant les 24 premières heures de conditionnement dans la soude, qui a particulièrement marqué les résultats des essais non destructifs, n'a pas d'impact sur la dégradation de la silice. Cette particularité de la méthode physico-chimique, qui concerne également l'éventuelle fissuration pouvant intervenir lors du forage des carottes, représente un avantage notable pour l'analyse des bétons d'ouvrage.

8.7.2 Suivi multi-échelle de l'expansion résiduelle

Au cours des 35 jours d'immersion des éprouvettes dans la soude, 3 phases de dégradation ont pu être observées (figure 8.13) :

- Un gonflement hydrique d'un peu plus de 0,02%, durant les 24 premières heures d'immersion, a provoqué une chute d'environ 10% du module d'élasticité dynamique ainsi

qu'une hausse du paramètre non linéaire α_f pour 3 échantillons sur 4. Ces changements sont attribués à une fissuration de la pâte de ciment consécutive à la reprise d'eau. Ils n'ont en revanche pas d'impact sur les variables physico-chimiques (la silice n'est pas altérée par ce phénomène).

- La première phase de gonflement attribuée à la RAS, durant les 14 jours suivant, se traduit par une expansion relativement faible d'environ 0,017%. Durant cette phase, le volume apparent de la silice réactive augmente significativement (environ 9%). Ce gonflement granulaire pourrait être à l'origine d'une nouvelle fissuration responsable de l'augmentation notable de la non-linéarité (augmentation de α_f comprise entre 48% et 276%). Le module d'élasticité dynamique est également touché puisqu'une baisse moyenne de 16% est enregistrée.
- La deuxième phase de gonflement attribué à la RAS, comprise entre 0,017% et 0,054% d'expansion résiduelle, induit une variation moindre de l'ensemble des paramètres de suivi par rapport à l'étape précédente.

La figure 8.13 présente l'évolution des valeurs moyennes de volume apparent et du paramètre α_f mesurés au cours de ces essais. Cette représentation est approximative compte tenu des hétérogénéités constatées entre les différentes éprouvettes, mais elle donne cependant un aperçu assez juste des différentes phases de dégradation observées.

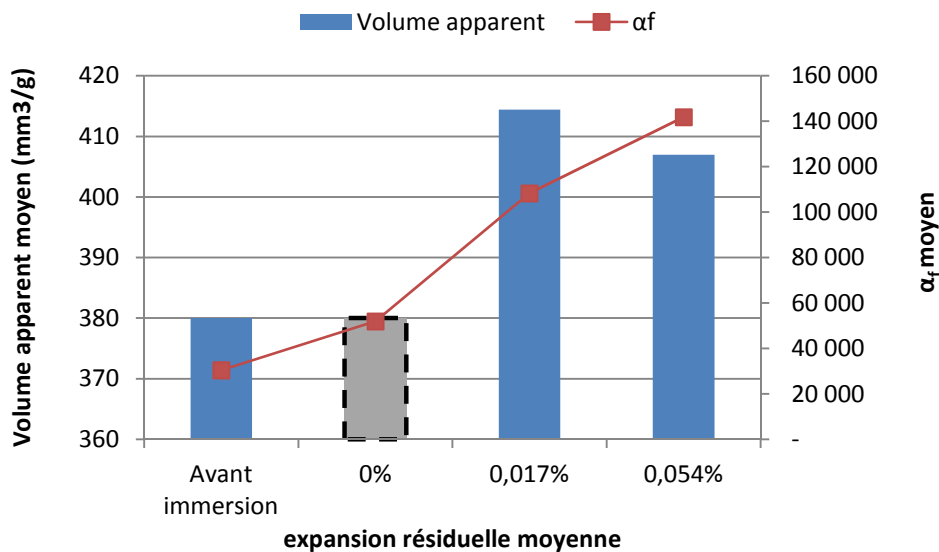


Figure 8.13 Suivi des essais d'expansion résiduelle en fonction du volume apparent et de α_f

Les observations pétrographiques pratiquées à un grossissement de 16x sur plaques polies ne permettent pas de récolter des informations pertinentes afin de mieux interpréter les changements de propriétés du béton observés : l'hétérogénéité entre les éprouvettes et la faible quantité de granulats observés rendent l'approche quantitative inappropriée pour les taux d'expansion résiduelle étudiés. Il est possible que, pour de tels taux d'expansion résiduelle, la dégradation observée par les contrôles non destructifs soit plutôt causée par un agrandissement des fissures préexistantes plutôt que la création de nouvelles fissures, ce qui expliquerait qu'aucun changement significatif n'ait pu être observé avec le type d'observations pétrographiques réalisées.

L'un des principaux enseignements retirés de ce suivi est qu'il peut exister un décalage important entre le gonflement du matériau et sa dégradation interne. En particulier, Les variation des principaux paramètres de caractérisation utilisés (volume apparent de la silice, α_f , E_{dyn}) ont été beaucoup plus importantes en début d'expansion résiduelle (entre 0% et 0,017%) que par la suite (entre 0,017% et 0,054%). Les trois principaux paramètres évoqués ont par ailleurs montré des variations significatives là où des paramètres plus classiques (vitesse des ondes ultrasonores, observations pétrographiques) se sont avérés infructueux à caractériser une dégradation.

Les résultats quantitatifs obtenus ne peuvent toutefois être élargis au cas *in situ* car il a déjà été montré qu'une température de 60°C pouvait modifier considérablement les cinétiques chimiques de la réaction [Moundoungou, 2010b].

CHAPITRE 9

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Les travaux entrepris dans cette thèse s'inscrivent dans une problématique globale de gestion du vieillissement des infrastructures, en particulier de la dégradation des ouvrages en bétons touchés par la réaction alcali-silice.

Les objectifs généraux étaient :

- évaluer les apports d'indicateurs physico-chimiques (caractérisation de la dégradation du granulat) et non destructifs (caractérisation du comportement élastique non linéaire du béton) destinés à détecter la présence de RAS dans le béton et à quantifier la dégradation engendrée.
- décrire avec plus de précision les liens qui unissent les manifestations multi-échelles de la RAS (dégradation physico-chimique, développement de la fissuration, conséquences mécaniques),
- appréhender les adaptations nécessaires au passage en conditions réelles

Le programme expérimental mis en place pour mener ces travaux s'est déroulé en trois étapes :

- 1) Effectuer une série d'analyses préliminaires sur granulats (méthode physico-chimique) et sur bétons (acoustique non linéaire) afin d'étudier des problématiques spécifiques à chaque méthode d'analyse
- 2) Etudier la dégradation par la RAS de bétons de laboratoire à l'aide de ces deux méthodes, combinées à des approches plus classiques (mesures de gonflement, pétrographie, propriétés mécaniques, acoustique linéaire)
- 3) Appréhender les problématiques liées à l'adaptation des deux méthodes pour l'analyse de la dégradation résiduelle de carottes extraites d'ouvrage touché par la RAS

L'originalité de l'étude réalisée réside principalement dans la transversalité des techniques de caractérisation mises en œuvre et la variété des indicateurs employés afin d'analyser la dégradation progressive du béton par la RAS.

9.1 Conclusion sur les objectifs généraux

Les études menées sur des bétons de laboratoire et bétons d'ouvrage dégradés par la RAS ont apporté des éléments de réponse aux objectifs généraux de la thèse, à savoir :

- **Les informations collectées par les indicateurs physico-chimiques (taux de silanols, volume apparent de la silice) et non linéaires (décalage fréquentiel) se sont avérées déterminantes pour détecter de manière précoce la présence de RAS dans le béton :**

Les essais réalisés ont permis de mesurer, grâce à l'analyse physico-chimique du granulat, une altération précoce de la silice réactive caractérisée par une augmentation de son taux de silanols et de son volume apparent. Ce type de modifications, caractéristique d'une dégradation causée par la RAS [Garcia-Diaz et al., 2006], a pu être mesurée pour une expansion très faible du béton à hauteur de 0,03%. Dans le même temps, l'analyse pétrographique du béton par la méthode DRI (microscopie optique à un grossissement de 16x), qui constitue un outil de référence spécifique à la dégradation causée par la RAS, a permis de constater une augmentation des fissures dans les granulats sans pour autant qu'un seuil caractéristique d'un béton endommagé soit atteint (le DRI mesuré pour 0,03% d'expansion étant de 23 alors que l'indice peut être supérieur à 400 pour des bétons très endommagés [Rivard & Ballivy, 2005]).

La présence de dégradation interne au béton (aucune fissure visible à l'œil nu en surface) dès 0,03% d'expansion a également pu être détectée de manière non destructive par la méthode de résonance non linéaire. En particulier, le paramètre α_f caractéristique du phénomène de décalage fréquentiel a présenté une augmentation de 180%, soit une variation plus de 10 fois supérieure à celle des paramètres linéaires les plus sensibles (modules d'élasticité statique et dynamique).

- **Les informations collectées ont permis de formuler une interprétation globale multi-échelles des mécanismes de dégradation du béton par la RAS**

Cette interprétation suggère la coexistence d'au moins deux mécanismes physico-chimiques à l'origine des pressions de gonflement dans le béton. Dans un premier temps, le gonflement structural de la silice réactive conduit au gonflement et à la fissuration des granulats ainsi qu'au gonflement global du béton. Les produits de réaction formés par la dissolution de la silice seraient par la suite les principaux contributeurs de la poursuite de la fissuration et du gonflement du béton. Il a pu être observé, dans le cas d'étude présenté, que la transition entre les mécanismes prédominants de gonflement intervient lorsque la résistance mécanique du béton (compression et traction) commence à diminuer.

- **Au cours d'essais d'expansion résiduelle sur des carottes d'ouvrage, les paramètres physico-chimiques ont permis de détecter un potentiel de dégradation future par la RAS tandis que le paramètre α_f a permis de suivre une l'évolution de la fissuration**

Des essais d'expansion résiduelle ont déjà pu démontrer le potentiel de gonflement des bétons testés [Sargolzahi, 2009]. Les essais réalisés dans cette étude ont permis de valider l'utilisation de la méthode physico-chimique pour l'analyse de l'expansion résiduelle de béton d'ouvrages, mais aussi de confirmer que les gonflements observés sont attribuables à la RAS. Par ailleurs, le paramètre α_f s'est à nouveau avéré nettement plus sensible que les paramètres linéaires au gonflement résiduel du béton.

De manière générale, les méthodes de caractérisation présentées apportent essentiellement de nouvelles informations dans une démarche **d'analyse de l'évolution de la RAS** car elles ne peuvent être utilisées sans données de référence sur le matériau étudié. Elles peuvent donc s'avérer utiles pour analyser l'impact d'un paramètre donné (la taille des granulats par exemple) sur dégradation du béton par la RAS, ou pour collecter des données pertinentes sur des essais d'expansion résiduelle.

Dans le cadre du diagnostic de l'endommagement d'un ouvrage touché par la RAS, les méthodes présentées peuvent être utilisées pour distinguer avec une plus grande précision des zones de l'ouvrage dégradées à différents degrés. La combinaison des méthodes de caractérisation peut notamment permettre de comparer si, pour un état de fissuration équivalent (acoustique non linéaire), la RAS présente un état d'avancement équivalent (analyse physico-chimique). Il peut alors être possible d'évaluer si d'autres processus de dégradation sont présents dans l'ouvrage.

9.2 Conclusions sur les objectifs spécifiques

Une série d'objectifs spécifiques, principalement focalisés sur les techniques d'analyse développées, avaient également été fixés. La mise en œuvre des méthodes physico-chimiques et non linéaires au cours des différentes campagnes expérimentales a permis d'y répondre.

- **L'approche physico-chimique employée n'est pas transposable directement sur tous les types de granulats.** Certaines formes de silice réactive présentent des évolutions n'entrant pas dans la gamme de mesure des variables physico-chimiques, notamment si la porosité générée par la RAS dans la silice réactive est trop grande (supérieure à un diamètre de 1000Å). **Cette limitation a été rencontrée dans le cas du grès de Potsdam.**

- **La dégradation du calcaire Spratt a pu être quantifiée en milieu réactionnel**, notamment par une augmentation de 40% du volume apparent de la silice contenue dans le granulat. Considérant les travaux déjà réalisés sur d'autres types de granulats, cette variation correspond à une réactivité élevée.
- L'étude de trois méthodes acoustiques non linéaires a montré que **les méthodes de résonance en dynamique rapide et d'interaction d'ondes sont nettement plus sensibles à la microfissuration du béton que la méthode de dynamique lente**.
- En particulier, **le paramètre de décalage fréquentiel α_f (résonance en dynamique rapide) est, parmi les 9 paramètres non linéaires comparés, le plus représentatif de l'endommagement global du béton**. Le paramètre α_{C2} (interaction d'ondes) présente une sensibilité à l'endommagement semblable à α_f , mais l'incertitude expérimentale obtenue dans cette étude le rend moins fiable pour l'étude d'échantillons de petite taille. Les paramètres relatifs à la génération d'harmoniques semblent plus affectés par des hétérogénéités locales du matériau et présentent notamment des variations par phénomènes de seuils. L'origine exacte de ces seuils n'a pas pu être identifiée.
- **La teneur en eau dans le béton a une influence considérable sur le paramètre non linéaire α_f** , en particulier lorsque le béton est fissuré. Les mesures effectuées ont montré que sa valeur pouvait être augmentée d'un facteur 12 sur un même échantillon entre un état saturé et une perte de masse de 3,5% par rapport à l'état saturé.
- **La possibilité d'attribuer une signature à la RAS par des méthodes non destructives, en particulier la méthode de résonance en dynamique lente a pu être approfondie mais par encore validée**. En comparant un béton fissuré contenant du gel de silice et un béton endommagé par choc thermique saturé en eau, le paramètre de fluage dynamique τ est supérieur de près de 50% dans le cas du béton contenant du gel. Il a cependant été observé que la présence d'eau dans les fissures augmente également ostensiblement la valeur de τ (la valeur de τ peut être plus que doublée lorsqu'un échantillon non saturé est par la suite saturé en eau). L'utilisation du paramètre τ comme un outil de caractérisation directe de la présence de gel (et non un outil de suivi) nécessite encore d'étudier l'influence de la formulation du béton. La nature et la taille des granulats jouent très probablement un rôle important dans le comportement différé du béton, tout comme les propriétés de la pâte de ciment [Alizadeh *et al.*, 2010].
- **L'avantage principal de la méthode physico-chimique employée est**, outre sa spécificité à la RAS déjà évoquée, **qu'elle n'est pas impactée par les endommagements éventuels liés à l'extraction ou au conditionnement des carottes de forages**. Par exemple, les carottes analysées dans cette étude ont subi un gonflement hydrique au début de leur conditionnement dans la soude qui a impacté leurs propriétés mécaniques et non linéaires. Ce gonflement hydrique n'a en revanche pas d'influence sur les variables de dégradation de la silice. En revanche, sur les bétons de laboratoire étudiés, **les paramètres physico-chimiques**

ont montré certaines limitations pour quantifier l'avancement de la réaction au-delà d'une dégradation précoce.

- **L'avantage principal des méthodes acoustiques non linéaires est, comme évoqué tout au long de cette thèse, leur grande sensibilité à l'endommagement du béton.** Les limitations à une utilisation optimale de ces méthodes proviennent principalement du manque de connaissance sur les origines physiques des phénomènes observés. Aussi, il est encore difficile de répondre avec précision à la simple question : que mesure-t-on ?

Par ailleurs, l'énergie nécessaire pour déformer le béton jusqu'au domaine d'élasticité non linéaire peut restreindre l'applicabilité *in situ* de ces méthodes à des éléments de béton de taille limitée. Ce point fait l'objet d'une recommandation.

9.3 Recommandations

D'une manière générale, il apparaît évident que la mise en œuvre d'études du même type que la principale campagne expérimentale développée dans cette thèse (étude sur des bétons de laboratoire dégradés par la RAS), en faisant varier certains paramètres pouvant avoir un impact important sur les mécanismes de dégradation (type de granulat, la taille des granulats, rigidité de la matrice cimentaire, etc.) doit permettre d'élargir l'interprétation des mécanismes de dégradation du béton proposée dans cette thèse à une plus grande variété de modèles de dégradations multi-échelles.

Néanmoins, certaines recommandations plus ciblées peuvent également être formulées dans le but d'approfondir les connaissances acquises durant cette thèse :

- **Confirmer et approfondir la spécificité à la RAS des analyses physico-chimiques**

L'apport principal de l'approche physico-chimique présentée étant sa spécificité à la RAS, il est recommandé de la mettre en œuvre dans des cas où des bétons sont dégradés simultanément par divers mécanismes. Dans le cas de bétons de laboratoire, ces essais peuvent consister à étudier deux mêmes lots de bétons endommagés par la RAS, mais en soumettant ponctuellement l'un des lots à un endommagement mécanique supplémentaire (par exemple, compression à 40% de R_c). Ces analyses peuvent permettre d'analyser dans quelle mesure un endommagement additionnel peut influencer les mécanismes de dégradation liés à la RAS.

Dans le cas d'essais d'expansion résiduelle, les analyses physico-chimiques devraient être mises en place dans des cas où les ouvrages sont suspectés d'être sujet à plusieurs types de gonflement interne (RAS et formation différée d'ettringite par exemple). Ce type d'essai peut

permettre de confirmer si le gonflement résiduel observé peut être attribué, au moins partiellement, à la RAS.

- **Privilégier les examens pétrographiques aux essais mécaniques**

Dans le cas d'une étude similaire à celle réalisée dans cette thèse au chapitre 7 (bétons de laboratoire dégradés par la RAS) visant à étudier les mécanismes de dégradation d'un autre type de granulat, il est recommandé de réduire la quantité d'échantillons consacré aux essais mécaniques (notamment pour les résistances à la traction et à la compression) au profit d'une plus grande quantité d'examens pétrographiques en microscopie optique et à des grossissements supérieurs à 16x. Une attention particulière devrait être portée sur la quantité, la longueur, l'orientation et l'ouverture moyenne des fissures. Ces analyses peuvent donner l'opportunité de mieux comprendre les liens entre fissuration et non-linéarité du béton et de donner une plus grande représentativité aux données quantitatives fournies par la méthode DRI. Le recours à la tomographie par rayons X peut également représenter une alternative intéressante aux examens pétrographiques dans le but de caractériser la fissuration.

Un suivi du module d'élasticité statique peut néanmoins permettre de confirmer la tendance évoquée au paragraphe 7.5.4 suivant laquelle le rapport E/E_{dyn} augmenterait avec la présence de gel dans le béton et permettrait ainsi caractériser son impact sur le comportement mécanique du béton.

- **Définir le potentiel *in situ* de la méthode d'interaction d'ondes.**

Il a été montré dans ces travaux que la méthode d'interaction d'ondes présente une sensibilité à l'endommagement du béton équivalente à la méthode de résonance en dynamique rapide (les paramètres issus de ces méthodes varient dans de mêmes ordres de grandeurs. Le potentiel d'application *in situ* de cette technique, qui représente son intérêt majeur, doit à présent être approfondi.

Des essais réalisés au GRAI ont pu montrer que cette méthode pouvait être utilisée sur des blocs de béton de taille largement supérieure aux éprouvettes utilisées dans cette thèse (plus de 1m³). Des difficultés ont en revanche été rencontrées pour l'exploiter sur des piles de pont. Les problèmes ont été attribués à la difficulté d'induire le mouvement de fissures en profondeur lorsque le béton est armé et confiné. Il serait donc intéressant de tester en laboratoire l'influence des armatures sur les mesures effectuées. De même, il semble que des essais réalisés sur des

blocs de béton mis sous confinement contrôlé à l'aide d'une presse hydraulique pourraient fournir des informations fondamentales sur les pressions de confinement limitant l'utilisation de la méthode. Si cette approche s'avère concluante, des essais de confinement sur des piles de pont à l'échelle 1/1 peuvent être envisagés au nouveau laboratoire intégré de l'UdeS. Il serait ainsi possible de définir sous quelles conditions un impact mécanique en surface du béton peut générer assez de déformations plus en profondeur pour pouvoir observer un comportement élastique non linéaire.

- **Etudier les paramètres non linéaires sur des matériaux cimentaires plus homogènes que le béton.**

Il est recommandé de réaliser des études sur coulis et mortier afin de faciliter la compréhension des facteurs impactant les paramètres non linéaires. Ces études peuvent permettre de lier plus directement les paramètres non linéaires à la fissuration. Par ailleurs, l'utilisation de coulis dans lesquels des granulats sont ajoutés de manière sélective (en faisant varier leur taille, leur quantité et leur position) peut permettre de comparer les influences respectives de la fissuration et des interfaces pâte/granat sur la non-linéarité du béton.

REFERENCES

- ACI-Report-228-1R** (2003) In-Place Methods to Estimate Concrete Strength, *ACI 228-1R-03*, American Concrete Institute
- ACI-Report-228-2R** (1998) Nondestructive Test Methods for Evaluation of Concrete in Structures, *ACI 228-2R-98*, American Concrete Institute
- Ahmed, T., Burley, E., Rigden, S. et Abu-Tair, A.I.** (2003) The effect of alkali reactivity on the mechanical properties of concrete, *Construction and Building Materials*, 17, 123-144
- Al Wardany, R.** (2005) Caractérisation non destructive des structures en béton au moyen des ondes dispersives de Rayleigh et de Lamb, Thèse de doctorat, Co-tutelle Université de Cergy-Pontoise et Université de Sherbrooke, 181 pages
- Al Wardany, R., Ballivy, G. et Rivard, P.** (2009) Condition assessment of concrete in hydraulic structures by surface wave non-destructive testing, *Materials and Structures*, 42, 251-261
- Aleshin, V. et Van Den Abele, K.** (2007) Microcontact-based theory for acoustics in microdamaged materials, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55, 366-390
- Alizadeh, R., Beaudoin, J.J. et Raki, L.** (2010) Viscoelastic nature of calcium silicate hydrate, *Cement and Concrete Composites*, 32, 369-376
- Ballivy, G., Khayat, K., Gravel, C. et Houle, D.** (2000) Influence of reinforcement steel on the expansion of concrete affected by AAR, 11th ICAAR, Québec, 919-928
- Barbieri, E., Meo, M. et Polimeno, U.** (2009) Nonlinear wave propagation in damaged hysteretic materials using a frequency domain-based PM space formulation, *International Journal of Solids and Structures*, 46, 165-180
- Barrett, E.P., Joyner, L.G. et Halenda, P.P.** (1951) The determination of pore volume and area distributions in porous substances. I-computations from nitrogen isotherms, *Journal of the American Chemical Society*, 73, 373-380
- Bektas, F., Topal, T., Goncuoglu, M.C. et Turanli, L.** (2008) Evaluation of the alkali reactivity of cherts from Turkey, *Construction and Building Materials*, 22, 1183-1190
- Bentahar, M., El Aqra, H., El Guerjouma, R., Griffa, M. et Scalerandi, M.** (2006) Hysteretic elasticity in damaged concrete: Quantitative analysis of slow and fast dynamics, *Physical Review B*, 73
- Bérard, J. et Lapierre, N.** (1977) Réactivités aux alcalis du grès de Potsdam dans les bétons, *Canadian Journal of Civil Engineering*, 4, 332-344
- Berra, M., Faggiani, G., Mangialardi, T. et Paolini, A.E.** (2010) Influence of stress restraint on the expansive behaviour of concrete affected by alkali-silica reaction, *Cement and Concrete Research*, 40, 1403-1409

Bérubé, M.-A., Duchesne, J., Dorion, J.F. et Rivest, M. (2002) Laboratory assessment of alkali contribution by aggregates to concrete and application to concrete structures affected by alkali-silica reactivity, *Cement and Concrete Research*, 32, 1215-1227

Bérubé, M.A. et Carles-Gibergues, A. (1992) La durabilité des bétons face à l'alcali-réaction, La Durabilité des bétons, Presses de L'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 285-347

Bérubé, M.A., Durand, B., Vezina, D. et Fournier, B. (2000a) Alkali-Aggregate reactivity in Quebec (Canada), *Canadian Journal of Civil Engineering*, 27, 226-245

Bérubé, M.A., Frenette, J., Pedneault, A. et Rivest, M. (2000b) Laboratory assessment of the potential rate of ASR expansion of field concrete, 11th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Québec, 289-300

Bérubé, M.A., Smaoui, N., Bissonnette, B. et Fournier, B. (2005) Outil d'évaluation et de gestion des ouvrages d'art affectés de réactions alcalis-silice (RAS), Guide réalisé pour le compte du Ministère des Transports du Québec, 162 pages

Binal, A. (2008) The determination of gel swelling pressure of reactive aggregates by ASGPM device and a new reactive-innocuous aggregate decision chart, *Construction and Building Materials*, 22, 1-13

Bokern, J. (2008) Concrete tests for ASR assessment: effects of testing environment on preconditions for an ASR and transferability of test results, 13th ICAAR, Trondheim, Norvège

Bonakdar, A., Mobasher, B., Dey, S.K. et Roy, D.M. (2010) Correlation of Reaction Products and Expansion Potential in Alkali-Silica Reaction for Blended Cement Materials, *ACI Materials Journal*, 107, 380-386

Broekmans, M.A.T.M. (2010) Guest Editorial, *Cement and Concrete Research*, 40, 501-501

Bulteel, D. (2000) Quantification de la réaction alcali-silice : application a un silex du nord de la France, Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 301 pages

Bulteel, D., Rafai, N., Degrugilliers, P. et Garcia-Diaz, E. (2004) Petrography study on altered flint aggregate by alkali-silica reaction, *Materials Characterization*, 53, 141-154

Capra, B. (1997) Modélisation des effets mécaniques induits par les réactions alcali granulat, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Cachan, 194 pages

Carino, N.J. (2003) Nondestructive test methods to evaluate concrete structures, 6th CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete, Thessaloniki, Grèce

Chatterji, S. (1979) The role of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ in the breakdown of Portland cement concrete due to alkali-silica reaction, *Cement and Concrete Research*, 9, 185-188

Chatterji, S. et Christensen, P. (1990) Studies of alkali-silica reaction. Part 7. Modelling of expansion, *Cement and Concrete Research*, 20, 285-290

Chatterji, S., Jensen, A.D., Thaulow, N. et Christensen, P. (1986) Studies of alkali-silica reaction. Part 3. Mechanisms by which NaCl and $\text{Ca}(\text{OH})_2$ affect the reaction, *Cement and Concrete Research*, 16, 246-254

- Chatterji, S. et Thaulow, N.** (2000) Some fundamental aspects of alkali-silica reaction, 11th ICAAR, Québec, 21-30
- Chatterji, S., Thaulow, N. et Jensen, A.D.** (1989) Studies of alkali-silica reaction. part 5. Verification of a newly proposed reaction mechanism, *Cement and Concrete Research*, 19, 177-183
- Chen, J., Jayapalan, A.R., Kim, J.-Y., Kurtis, K.E. et Jacobs, L.J.** (2010) Rapid evaluation of alkali-silica reactivity of aggregates using a nonlinear resonance spectroscopy technique, *Cement and Concrete Research*, 40, 914-923
- Chen, J., Jayapalan, A.R., Kim, J.Y., Kurtis, K.E. et Jacobs, L.J.** (2009) Nonlinear Wave Modulation Spectroscopy Method for Ultra-Accelerated Alkali-Silica Reaction Assessment, *ACI Materials Journal*, 106, 340-348
- Chen, X.J., Kim, J.Y., Kurtis, K.E., Qu, J., Shen, C.W. et Jacobs, L.J.** (2008) Characterization of progressive microcracking in Portland cement mortar using nonlinear ultrasonics, *NDT & E International*, 41, 112-118
- Chrisp, T.M., Waldron, P. et Wood, J.G.M.** (1993) Development of a Nondestructive Test to Quantify Damage in Deteriorated Concrete, *Magazine of Concrete Research*, 45, 247-256
- Comby-Peyrot, I., Bernard, F., Bouchard, P.-O., Bay, F. et Garcia-Diaz, E.** (2009) Development and validation of a 3D computational tool to describe concrete behaviour at mesoscale. Application to the alkali-silica reaction, *Computational Materials Science*, 46, 1163-1177
- Comby Peyrot, I.** (2006) Development and Validation of a 3D Computational Tool to describe Damage and Fracture to Alkali Silica reaction in Concrete Structures, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 233 pages
- Couty, R. et Fernandez, L.** (1996) Compte rendu de l'Académie des Sciences, série II a, 919-924
- CSA.A23.2-14A** Potential Expansivity of Aggregates (Procedure for Length Change due to Alkali-Aggregate Reaction in Concrete Prisms at 38 °C)
- CSA.A23.2-14A** (1993) Potential Expansivity of Aggregates (Procedure for Length Change due to Alkali-Aggregate Reaction in Concrete Prisms at 38 °C)
- CSA.A864-00** (2000) Guide to the Evaluation and Management of Concrete Structures Affected by Alkali-Aggregate Reaction
- Cyr, M., Rivard, P. et Labrecque, F.** (2009) Reduction of ASR-expansion using powders ground from various sources of reactive aggregates, *Cement and Concrete Composites*, 31, 438-446
- Dahms, J.** (1976) Influence on alkali-aggregate reaction under field conditions, 3rd ICAAR, Copenhagen, 277-290
- Delsanto, P.P. et Scalerandi, M.** (2003) Modeling nonclassical nonlinearity, conditioning, and slow dynamics effects in mesoscopic elastic materials, *Physical Review B*, 68

- Dent Glasser, L.S.** (1979) Osmotic pressure and the swelling of gels, *Cement and Concrete Research*, 9, 515-517
- Dent Glasser, L.S.** (1980) A reply to P.K. Mehta's discussion of "osmotic pressure and the swelling of gels", *Cement and Concrete Research*, 10, 125-126
- Dent Glasser, L.S. et Kataoka, N.** (1981) The chemistry of 'alkali-aggregate' reaction, *Cement and Concrete Research*, 11, 1-9
- Diamond, S.** (1983) Alkali reactions in concrete - pore solution effects, 6th ICAAR, Copenhagen, Denmark, 155-166
- Diamond, S.** (1989) ASR - An other look at the mechanisms, 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, 83-92
- Diamond, S. et Thaulow, N.** (1974) A study of expansion due to alkali -- silica reaction as conditioned by the grain size of the reactive aggregate, *Cement and Concrete Research*, 4, 591-607
- Donskoy, D., Sutin, A. et Ekimov, A.** (2001) Nonlinear acoustic interaction on contact interfaces and its use for nondestructive testing, *NDT & E International*, 34, 231-238
- Dron, R.** (1990) Thermodynamique de la réaction alcali-silice, Bulletin de liaison des Ponts et Chaussées, 55-59
- Dron, R. et Brivot, F.** (1992) Thermodynamic and kinetic approach to the alkali-silica reaction. Part 1: Concepts, *Cement and Concrete Research*, 22, 941-948
- Dron, R. et Brivot, F.** (1993) Thermodynamic and kinetic approach to the alkali-silica reaction. Part 2: Experiment, *Cement and Concrete Research*, 23, 93-103
- Dunant, C.F. et Scrivener, K.L.** (2010) Micro-mechanical modelling of alkali-silica-reaction-induced degradation using the AMIE framework, *Cement and Concrete Research*, 40, 517-525
- Durand, B. et Veilleux, M.** (1994) Les réactions alcalis-granulats dans le béton, manuel de cours intensif, Hydro-Québec, document IREQ-94-274
- Famy, C., Scrivener, K.L., Atkinson, A. et Brough, A.R.** (2001) Influence of the storage conditions on the dimensional changes of heat-cured mortars, *Cement and Concrete Research*, 31, 795-803
- Fan, S.F. et Hanson, J.M.** (1998) Length expansion and cracking of plain and reinforced concrete prisms due to alkali-silica reaction, *ACI Materials Journal*, 95, 480-487
- Fancey, K.S.** (2005a) A mechanical model for creep, recovery and stress relaxation in polymeric material, *Journal of Materials Science*, 40, 4827-4831
- Feng, N.Q., Hao, T.Y. et Feng, X.X.** (2002) Study of the alkali reactivity of aggregates used in Beijing, *Magazine of Concrete Research*, 54, 233-237
- Fernandes, I.** (2009) Composition of alkali-silica reaction products at different locations within concrete structures, *Materials Characterization*, 60, 655-668

- Fernandes, I., Noronha, F. et Teles, M.** (2007) Examination of the concrete from an old Portuguese dam: Texture and composition of alkali-silica gel, *Materials Characterization*, 58, 1160-1170
- Fournier, B. et Bérubé, M.A.** (2000) Alkali-aggregate reaction in concrete: a review of basic concepts and engineering implications, *Canadian Journal of Civil Engineering*, 27, 167-191
- Gallias, J.-L.** (2000) Comparison of damaging criteria for testing aggregates by autoclaving treatments, 11th ICAAR, Québec, Canada, 949-958
- Garcia-Diaz, E., Bulteel, D., Monnin, Y., Degrugilliers, P. et Fasseu, P.** (2010) ASR pessimum behaviour of siliceous limestone aggregates, *Cement and Concrete Research*, 40, 546-549
- Garcia-Diaz, E., Riche, J., Bulteel, D. et Vernet, C.** (2006) Mechanism of damage for the alkali-silica reaction, *Cement and Concrete Research*, 36, 395-400
- Gaudreault, M.** (2000) The St Lawrence Seaway (Québec, Canada) : a case study in the management of structures affected by alkali-aggregate reaction, 11th ICAAR, Québec, Canada, 1293-1302
- Ghanem, H., Zollinger, D. et Lytton, R.** (2010) Determination of the Main Parameters of Alkali Silica Reaction Using System Identification Method, *Journal of Materials in Civil Engineering*, 22, 865-873
- Giaccio, G., Zerbino, R., Ponce, J.M. et Batic, O.R.** (2008) Mechanical behavior of concretes damaged by alkali-silica reaction, *Cement and Concrete Research*, 38, 993-1004
- Grattan-Bellew, P.E., Du-you, L., Fournier, B. et Mitchell, L.D.** (2004) Mass change, petrography and damage ratings at the completion of microbar test, 12th ICAAR, Beijing, 257-265
- Grimal, E., Sellier, A., Multon, S., Le Pape, Y. et Bourdarot, E.** (2010) Concrete modelling for expertise of structures affected by alkali aggregate reaction, *Cement and Concrete Research*, 40, 502-507
- Guyer, R.A. et Johnson, P.A.** (1999) Nonlinear mesoscopic elasticity: Evidence for a new class of materials, *Physics Today*, 52, 30-36
- Haha, M.B., Gallucci, E., Guidoum, A. et Scrivener, K.L.** (2007) Relation of expansion due to alkali silica reaction to the degree of reaction measured by SEM image analysis, *Cement and Concrete Research*, 37, 1206-1214
- Haha, M.B., Gallucci, E. et Scrivener, K.L.** (2004) Quantification of alkali-silica reactivity in mortar using SEM-IA, 12th ICAAR, Beijing, 331-337
- Hasparyk, N.P., Monteiro, P.J.M. et Dal Molin, D.C.C.** (2009) Investigation of Mechanical Properties of Mass Concrete Affected by Alkali-Aggregate Reaction, *Journal of Materials in Civil Engineering*, 21, 294-297
- Hikata, A., Chick, B. et Elbaum, C.** (1965) Dislocation contribution to the second harmonic generation of ultrasonic waves, *Journal of Applied Physics*, 36, 229

- Hill, E.D.** (1996) Alkali limits for prevention of alkali-silica reaction: A brief review of their development, *Cement Concrete and Aggregates*, 18, 3-7
- Hobbs, D.W.** (2000) Alkali levels required to induce cracking due to ASR in UK concretes, 11th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Québec, 189-198
- Hornain, H.** (1993) Mécanismes physico-chimiques d'alcalis-réactions, *Annales de l'ITBTP*, 97-113
- Hou, X., Struble, L.J. et Kirkpatrick, R.J.** (2004) Formation of ASR gel and the roles of C-S-H and portlandite, *Cement and Concrete Research*, 34, 1683-1696
- Hudec, P.P. et Larbi, J.A.** (1989) Rapid methods for predicting alkali reactivity, 8th ICAAR, Kyoto, 313-320
- Husain, S.A. et Anderssen, R.S.** (2005) Modelling the relaxation modulus of linear viscoelasticity using Kohlrausch functions, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 125, 159-170
- Ichikawa, T. et Miura, M.** (2007) Modified model of alkali-silica reaction, *Cement and Concrete Research*, 37, 1291-1297
- Ideker, J.H., East, B.L., Folliard, K.J., Thomas, M.D.A. et Fournier, B.** (2010) The current state of the accelerated concrete prism test, *Cement and Concrete Research*, 40, 550-555
- Jhang, K.Y.** (2009) Nonlinear Ultrasonic Techniques for Non-destructive Assessment of Micro Damage in Material: A Review, *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, 10, 123-135
- Johnson, P. et Sutin, A.** (2005) Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids, *Journal of the Acoustical Society of America*, 117, 124-130
- Johnson, P.A., Zinszner, B., Rasolofosaon, P., Cohen-Tenoudji, F. et Van Den Abeele, K.** (2004) Dynamic measurements of the nonlinear elastic parameter alpha in rock under varying conditions, *Journal of Geophysical Research-Solid Earth*, 109
- Jones, A.E.K. et Clark, L.A.** (1996) The effects of restraints on ASR expansion of reinforced concrete, *Magazine of Concrete Research*, 48, 1-13
- Jones, A.E.K. et Clark, L.A.** (1998) The effects of ASR on the properties of concrete and the implications for assessment, *Engineering Structures*, 20, 785-791
- Jones, T.N.** (1989) Mechanism of reaction involving chert and flint aggregate, 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, 135-140
- Jones, T.N. et Poole, A.B.** (1986) Alkali-silica reaction on several UK concretes : the effect of temperature and humidity on expansion, and the significance of ettringite development, 7th ICAAR, Ottawa, 446-450
- Kawamura, M.** (2007) Estimation of critical free expansions related to surface cracking in ASR-affected concretes, *Cement and Concrete Composites*, 29, 324-329
- Kawamura, M. et Iwahori, K.** (2004) ASR gel composition and expansive pressure in mortars under restraint, *Cement and Concrete Composites*, 26, 47-56

- Kawamura, M., Takemoto, K. et Hasaba, S.** (1983) Application of quantitative EDXA analyses and microhardness measurements to the study of alkali-silica mechanisms, 6th ICAAR, Copenhaguen, 167-174
- Kim, N., Nah, H. et Cho, Y.** (2009) Hysteretic nonlinear response of contacting interface to harmonic acoustic waves, Non-Destructive Testing in Civil Engineering, Nantes, France
- Knudsen, T. et Thaulow, N.** (1975) Quantitative microanalyses of alkali-silica gel in concrete, *Cement and Concrete Research*, 5, 443-454
- Kodjo, A.S.** (2008) Contribution à la caractérisation des bétons endommagés par des méthodes de l'acoustique non linéaire. Application à la réaction alcalis-silice, Thèse de doctorat, Université de Sherbrooke, 127 pages
- Kodjo, A.S., Rivard, P., Cohen-Tenoudji, F. et Gallias, J.-L.** (2009) Evaluation of damages due to alkali-silica reaction with nonlinear techniques, XIV International Conference on Nonlinear Elasticity in Materials, Lisbon, Portugal, pp. 045003-045003-10
- Kodjo, A.S., Rivard, P., Cohen-Tenoudji, F. et Gallias, J.-L.** (2011) Impact of the alkali-silica reaction products on slow dynamic behavior of concrete, *Cement and Concrete Research*, 41, 422-428
- Koyanagi, W., Rokugo, K. et Ishida, H.** (1992) Mechanical properties of concrete deteriorated by Alkali Aggregate Reaction under various reinforcement ratios, 9th ICAAR, Londres, 556-563
- Krell, J.** (1987) Influence of the mix design on ASR in concrete, 7th ICAAR, Ottawa, 441-445
- Kubo, Y., Watanabe, Y., Ueda, T., Kuroda, T. et Nomura, N.** (2008) Influence of ASR expansion on mechanical properties of concrete deteriorated by ASR, 13th ICAAR, Trondheim, Norvège,
- Kurihara, T. et Katawaki, K.** (1989) Effects of moisture control and inhibition of ASR, 8th ICAAR, Kyoto (Japon), 629-634
- L.C.P.C.** (1994) Recommandations pour la prévention des désordres dus à l'alcali-réaction, Publication LCPC
- L.C.P.C.** (2003) Aide à la gestion des ouvrages atteints de réactions de gonflement interne, Laboratoire Central de Ponts et Chaussées
- Lacouture, J.C., Johnson, P.A. et Cohen-Tenoudji, F.** (2003) Study of critical behavior in concrete during curing by application of dynamic linear and nonlinear means, *Journal of the Acoustical Society of America*, 113, 1325-1332
- Landau, L.D. et Lifshitz, E.M.** (1959) Theory of Elasticity, Pergamon, Tarrytown, NY, 187
- Larive, C.** (1997) Apports combinés de l'expérimentation et de la modélisation à la compréhension de l'alcali-réaction et de ses effets mécaniques, Thèse de doctorat, Laboratoire des Ponts et Chaussées, 327 pages
- Larive, C., Laplaud, A. et Coussy, O.** (2000) The role of water in ASR, 11th ICAAR, Québec, 61-69

Le Roux, A., Massieu, E. et Godart, B. (1992) Evolution under stress of a concrete affected by AAR - Application to the feasibility of a bridge by prestressing, 9th ICAAR, Londres, 599-606

Leming, M.L. et Nguyen, B.Q. (2000) Limits on alkali content in cement - Results from a field study, *Cement Concrete and Aggregates*, 22, 41-47

Lindgård, J., Haugen, M., Skjølsvold, O., Hagelia, P. et Wigum, B.J. (2004) Experience from evaluating degree of damage in fluorescent infrared impregnated plane polished sections of half-cores based on the "Crack Index method", 12th ICAAR, Beijing, Chine, 939-947

Lombardi, J., Massard, P. et Perruchot, A. (1997) Mesure expérimentale de la cinétique de formation d'un gel silicocalcique, produit de la réaction alcalis-silice, *Cement and Concrete Research*, 27, 1379-1391

Lombardi, J., Perruchot, A., Massard, P. et Larive, C. (1996) Etude comparée de gels silico-calciques produits des réactions alcalis-granulats dans les bétons et de gels synthétiques types, *Cement and Concrete Research*, 26, 623-631

Lu, D., Fournier, B. et Grattan-Bellew, P.E. (2006a) Evaluation of accelerated test methods for determining alkali-silica reactivity of concrete aggregates, *Cement and Concrete Composites*, 28, 546-554

Lu, D., Mei, L., Xu, Z., Tang, M. et Fournier, B. (2006b) Alteration of alkali reactive aggregates autoclaved in different alkali solutions and application to alkali-aggregate reaction in concrete: (I) Alteration of alkali reactive aggregates in alkali solutions, *Cement and Concrete Research*, 36, 1176-1190

Lu, Z.Q. (2007) The phase shift method for studying nonlinear acoustics in a soil, 542-554

Marzouk, H. et Langdon, S. (2003) The effect of alkali-aggregate reactivity on the mechanical properties of high and normal strength concrete, *Cement and Concrete Composites*, 25, 549-556

Maso, J.C. et Carde, C.C., N. (1992) Influence des surfaces d'échanges internes et externes des granulats sur le développement de l'alcali-réaction, Séminaire AFREM/MRT : Prévention des désordres liés aux phénomènes d'alcali-réactions, Paris

McCall, K.R. (1994) Theoretical-study of nonlinear elastic-wave propagation, *Journal of Geophysical Research-Solid Earth*, 99, 2591-2600

McConnell, D., Melenz, R.C., Holland, W.Y. et Greene, K.T. (1947) Cement-Aggregate Reaction in Concrete, *Journal Proceedings*, 44, 93-128

Meo, M., Polimeno, U. et Zumpano, G. (2008) Detecting Damage in Composite Material Using Nonlinear Elastic Wave Spectroscopy Methods, *Applied Composite Materials*, 15, 115-126

Michel, B., Gnagne, C., Thiebaut, J., Wackenheim, C. et Maurin, B. (2000) Flint reactivity, 11th ICAAR, Québec, Canada, 71-80

Monnin, Y. (2005) Méthodologie pour décrire le gonflement multi-échelle de calcaires siliceux soumis à la réaction alcali-silice dans le matériau béton, Thèse de doctorat, Université d'Artois, 177 pages

- Monnin, Y., Degrugilliers, P., Bulteel, D. et Garcia-Diaz, E.** (2004) Alkali-silica reaction: a method to quantify the reaction degrees in a siliceous limestone, 12th ICAAR, Beijing, China, 948-955
- Monnin, Y., Degrugilliers, P., Bulteel, D. et Garcia-Diaz, E.** (2006) Petrography study of two siliceous limestones submitted to alkali-silica reaction, *Cement and Concrete Research*, 36, 1460-1466
- Moundougou, I.** (2010) Une étude de faisabilité pour une meilleure utilisation dans le matériau béton de granulats "potentiellement réactif" vis-à-vis de la réaction alcali-silice, Thèse de doctorat, Université des sciences et technologie de Lille, 259 pages
- Multon, S.** (2003) Evaluation expérimentale et théorique des effets mécaniques de l'alcali-réaction sur des structures modèles, Thèse de doctorat, Université de Marne la Vallée
- Naar, R.** (2009) Modélisation du comportement mécanique du béton par approche multi-physique (couplage chimie-mécanique) : application à la réaction alcali-silice, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 162 pages
- Naar, S.** (2006) Evaluation non destructive du béton par mesures de résistivité électrique et thermographie infrarouge passive, Thèse de doctorat, Co-tutelle Université Bordeaux 1 et Université de Sherbrooke, 233 pages
- Nakagawa, H., Yokota, M., Matsuda, K. et Matsushima, M.** (2008) Prediction method for properties of concrete on ultrasonic non-destructive testing, 13th ICAAR, Trondheim, Norvège
- Ohdaira, E. et Masuzawa, N.** (2000) Water content and its effect on ultrasound propagation in concrete -- the possibility of NDE, *Ultrasonics*, 38, 546-552
- Olafsson, H.** (1987) The effect of relative humidity and temperature on alkali expansion of mortar bars, 7th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Ottawa, 461-465
- Ostrovsky, L.A. et Johnson, P.** (2001) Dynamic nonlinear elasticity in geomaterials, *La Rivista del Nuovo Cimento*, 24, 1-46
- Ostrowski, C.** (2005) Auscultation des ouvrages en béton par thermographie infrarouge active et passive, Thèse de doctorat, Co-tutelle Université d'Artois et Université de Sherbrooke, 171 pages
- Payan, C., Garnier, V. et Moysan, J.** (2010) Effect of water saturation and porosity on the nonlinear elastic response of concrete, *Cement and Concrete Research*, 40, 473-476
- Payan, C., Garnier, V., Moysan, J. et Johnson, P.A.** (2007) Applying nonlinear resonant ultrasound spectroscopy to improving thermal damage assessment in concrete, *Journal of the Acoustical Society of America*, 121, EL125-EL130
- Pleau, R., Bérubé, M.-A., Pigeon, M. et Fournier, B.** (1989) Mechanical behaviour of concrete affected by ASR, 8th ICAAR, Kyoto, 721-726
- Ponce, J.M. et Batic, O.R.** (2006) Different manifestations of the alkali-silica reaction in concrete according to the reaction kinetics of the reactive aggregate, *Cement and Concrete Research*, 36, 1148-1156

Poole, A.B. (1992) Alkali-silica mechanisms of gel formation and expansion, 9th International Conference on AAR, Londres (G-B), Juillet 1992, 782-787

Poole, A.B., Mole, C.F. et Shrapel, K.N. (2000) Alkali-silica reaction in concrete related to alkali diffusion through the cement pore network, 11th ICAAR, Québec, 209-218

Powers, T.C. et Steinour, H.H. (1955a) An interpretation of some published researches on the alkali-aggregate reaction: I. The chemical reactions and mechanism of expansion, *Journal of the American Concrete Institute*, 51, 497-516

Powers, T.C. et Steinour, H.H. (1955b) An interpretation of some published researches on the alkali-aggregate reaction: II. A hypothesis concerning safe and unsafe reactions with reactive silica in concrete, *Journal of the American Concrete Institute*, 51, 785-810

Poyet, S., Sellier, A., Capra, B., Foray, G., Torrenti, J.M., Cognon, H. et Bourdarot, E. (2004) Modelling of alkali-silica reaction in concrete, part II : Influence of water on ASR, 12th ICAAR, Beijing, 185-190

Poyet, S., Sellier, A., Capra, B., Thevenin, G., Torrenti, J.M., Prene, S., Tournier, H. et Bourdarot, E. (2003) An homogenisation theory to study the aggregate size range effect on ASR swelling : Numerical implementation and experimental fitting, 6th CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete, Thessaloniki, Grèce, 369-387

Prezzi, M., Monteiro, P.J.M. et Sposito, G. (1997) The alkali-silica reaction .1. Use of the double-layer theory to explain the behavior of reaction-product gels, *ACI Materials Journal*, 94, 10-17

Proctor, K.G., Ramirez, S.K., McWilliams, K.L., Huerta, J.L. et Kirkland, J.J. (1996) The progressive effect of surface silylation on the silanol population of silica, *Special publication of the Royal Society of Chemistry*, 173, 45-60

Qinghan, B., Xuequan, W. et Mingshu, T. (1996) Effect of reactive aggregate powder on suppressing expansion due to Alkali-Silica reaction, 10th ICAAR, Melbourne, 546-553

Ramyar, K., Topal, A. et Andiç, Ö. (2005) Effects of aggregate size and angularity on alkali-silica reaction, *Cement and Concrete Research*, 35, 2165-2169

Riche, J. (2003) La réaction alcali-silice : approche cinétique et mécanisme d'expansion, Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 211 pages

Rivard, P. (2002) Contribution à l'étude de l'expansion résiduelle des bétons atteints de réactivité alcalis-silice, Thèse de doctorat, Université de Sherbrooke & Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, 242 pages

Rivard, P. (2006) Rapport sur la caractérisation de carottes de bétons extraites de deux structures réactives situées sur la voie maritime du fleuve Saint-Laurent : écluse de Beauharnois (contenant du grès de Potsdam) et écluse Côte Sainte-Catherine (contenant du calcaire Spratt), Université de Sherbrooke

Rivard, P. et Ballivy, G. (2005) Assessment of the expansion related to alkali-silica reaction by the Damage Rating Index method, *Construction and Building Materials*, 19, 83-90

- Rivard, P., Ballivy, G., Gravel, C. et Saint-Pierre, F.** (2010) Monitoring of an hydraulic structure affected by ASR: A case study, *Cement and Concrete Research*, 40, 676-680
- Rivard, P., Bérubé, M.A., Ollivier, J.-P. et Ballivy, G.** (2007) Decrease of pore solution alkalinity in concrete tested for alkali-silica reaction, *Materials and Structures*, 40, 909-921
- Rivard, P., Fournier, B. et Ballivy, G.** (2002a) The Damage Rating Index Method for ASR Affected Concrete—A Critical Review of Petrographic Features of Deterioration and Evaluation Criteria *Cement Concrete and Aggregates*, 24, 11
- Rivard, P., Ollivier, J.-P. et Ballivy, G.** (2002b) Characterization of the ASR rim: Application to the Potsdam sandstone, *Cement and Concrete Research*, 32, 1259-1267
- Rivard, P. et Saint-Pierre, F.** (2009) Assessing alkali-silica reaction damage to concrete with non-destructive methods: From the lab to the field, *Construction and Building Materials*, 23, 902-909
- Rodrigues, F.A., Monteiro, P.J.M. et Sposito, G.** (1999) The alkali-silica reaction: The surface charge density of silica and its effect on expansive pressure, *Cement and Concrete Research*, 29, 527-530
- Rogers, P.E., Grattan-Bellew, P.E., Hooton, R.D. et Thomas, M.D.A.** (2000) Alkali-Aggregate reactions in Ontario, *Canadian Journal of Civil Engineering*, 27, 246-260
- Sachlová, S., Prikryl, R. et Pertold, Z.** (2010) Alkali-silica reaction products: Comparison between samples from concrete structures and laboratory test specimens, *Materials Characterization*, 61, 1379-1393
- Saint-Pierre, F.** (2007) Suivi de l'évolution de la réaction alcalis-silice par méthodes ultrasoniques et par tomographie sonique, Thèse de doctorat, Université de Sherbrooke, 315 pages
- Saint-Pierre, F., Rivard, P. et Ballivy, G.** (2007) Measurement of alkali-silica reaction progression by ultrasonic waves attenuation, *Cement and Concrete Research*, 37, 948-956
- Sargolzhahi, M.** (2009) Evaluation of alkali-silica reaction evolution in concrete using ultrasonic tests, Thèse de doctorat, Université de Sherbrooke, 190 pages
- Sargolzhahi, M., Kodjo, S.A., Rivard, P. et Rhazi, J.** (2010) Effectiveness of nondestructive testing for the evaluation of alkali-silica reaction in concrete, *Construction and Building Materials*, 24, 1398-1403
- Sbartai, Z.M.** (2005) Caractérisation physique des bétons par radar – approche neuromimétique de l'inversion, Thèse de doctorat, Co-tutelle Université Toulouse III et Université de Sherbrooke, 233 pages
- Sellier, A., Bourdarot, E., Multon, S., Cyr, M. et Grimal, E.** (2009) Combination of Structural Monitoring and Laboratory Tests for Assessment of Alkali-Aggregate Reaction Swelling: Application to Gate Structure Dam, *ACI Materials Journal*, 281-290
- Shah, A.A. et Ribakov, Y.** (2009) Non-linear ultrasonic evaluation of damaged concrete based on higher order harmonic generation, *Materials & Design*, 30, 4095-4102

Shayan, A. et Morris, H. (2002) Cracking in precast, prestressed deck planks in two bridges and rehabilitation options, *ACI Materials Journal*, 99, 165- 72

Sibbick, R.G. et Page, C.L. (1992) Threshold alkali contents for expansion of concretes containing British aggregates, *Cement and Concrete Research*, 22, 990-994

Silva, P.N., Cavalcanti, A.J.C.T., Kuperman, S.C., Helene, P. et Hasparyk, N.P. (2008) AAR at Alfonso hydroelectric complex, part I : influence on the mechanical and elastic properties of concrete, 13th ICAAR, Trondheim, Norvège

Smaoui, N., Berube, M.A., Fournier, B., Bissonnette, B. et Durand, B. (2004) Evaluation of the expansion attained to date by concrete affected by alkali-silica reaction. Part I: Experimental study, *Canadian Journal of Civil Engineering*, 31, 826-845

Smaoui, N., Bérubé, M.A., Fournier, B., Bissonnette, B. et Durand, B. (2005) Effects of alkali addition on the mechanical properties and durability of concrete, *Cement and Concrete Research*, 35, 203-212

Stark, D. (1992) The moisture condition of field concrete exhibiting alkali-silica reactivity, Durability of concrete. G. M. IDORN International Symposium, 973-987

Stark, D. et Depuy, G. (1987) Alkali-silica reaction in five dams in southwestern United States, Katherine and Bryan Mather International Conference on Concrete Durability, Atlanta, 1759-1786

Stauffer, J.D., Woodward, C.B. et White, K.R. (2005) Nonlinear ultrasonic testing with resonant and pulse velocity parameters for early damage in concrete, *ACI Materials Journal*, 102, 118-121

Swamy, R.N. et Alasali, M.M. (1988) Engineering properties of concrete affected by alkali-silica reaction, *ACI Materials Journal*, 85, 367-374

Taylor, H.F.W. (1997) Cement Chemistry, 2e édition, Thomas Telford Publishing, 459 pages

TenCate, J.A., Pasqualini, D., Habib, S., Heitmann, K., Higdon, D. et Johnson, P.A. (2004) Nonlinear and nonequilibrium dynamics in geomaterials, *Physical Review Letters*, 93

TenCate, J.A. et Shankland, T.J. (1996) Slow dynamics in the nonlinear elastic response of Berea sandstone, *Geophysical Research Letters*, 23, 3019-3022

Thomas, M. (2001) The role of calcium hydroxide in alkali recycling in concrete, *Materials Science of Concrete: Special Volume*, 225-236

Tomosawa, F.T., K. et Abe, M. (1989) Influence of water content of concrete on alkali-aggregate reaction, 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, 881-885

Van Den Abeele, K. et De Visscher, J. (2000) Damage assessment in reinforced concrete using spectral and temporal nonlinear vibration techniques, *Cement and Concrete Research*, 30, 1453-1464

Van Den Abeele, K. et Windels, F. (2007) Characterization and Imaging of microdamage using nonlinear resonance ultrasound spectroscopy (NRUS) : an analytical model dans Universality of nonclassical nonlinearity. Application to non-destructive evaluations and ultrasonics, Springer, 369-388

- Van Den Abeele, K.E.A., Carmeliet, J., Johnson, P.A. et Zinszner, B.** (2002) Influence of water saturation on the nonlinear elastic mesoscopic response in Earth materials and the implications to the mechanism of nonlinearity, *Journal of Geophysical Research-Solid Earth*, 107, 11
- Van den Abeele, K.E.A., Carmeliet, J., Ten Cate, J.A. et Johnson, P.A.** (2000a) Nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS) techniques to discern material damage, Part II: Single-mode nonlinear resonance acoustic spectroscopy, *Research in Nondestructive Evaluation*, 12, 31-42
- Van den Abeele, K.E.A., Johnson, P.A. et Sutin, A.** (2000b) Nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS) techniques to discern material damage, part I: Nonlinear wave modulation spectroscopy (NWMS), *Research in Nondestructive Evaluation*, 12, 17-30
- Van Den Abeele, K.E.A., Sutin, A., Carmeliet, J. et Johnson, P.A.** (2001) Micro-damage diagnostics using nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS), *NDT & E International*, 34, 239-248
- van Eijk, R.J. et Brouwers, H.J.H.** (2000) Prediction of hydroxyl concentrations in cement pore water using a numerical cement hydration model, *Cement and Concrete Research*, 30, 1801-1806
- Vanaverbeke, S. et Van Den Abeele, K.** (2007) Two-dimensional modeling of wave propagation in materials with hysteretic nonlinearity, *Journal of the Acoustical Society of America*, 122, 58-72
- Villeneuve, V.** (2010) Détermination de l'endommagement du béton par méthode pétrographique quantitative, Thèse de doctorat, Université Laval, Québec
- Vivian, H.E.** (1981) The effect of drying on reactive aggregate and mortar expansions, 5th ICAAR, Cape Town (South Africa), Paper S252-28
- Wang, H. et Gillott, J.E.** (1991) Mechanism of alkali-silica reaction and the significance of calcium hydroxide, *Cement and Concrete Research*, 21, 647-654
- Wang, Y., Yu, G., Deng, M., Tang, M. et Lu, D.** (2008) The use of thermodynamic analysis in assessing alkali contribution by alkaline minerals in concrete, *Cement and Concrete Composites*, 30, 353-359
- Warnemuende, K. et Wu, H.-C.** (2004) Actively modulated acoustic nondestructive evaluation of concrete, *Cement and Concrete Research*, 34, 563-570
- Wehrli, B.** (1989) Monte Carlo simulations of surface morphologies during mineral dissolution, *Journal of Colloid and Interfacial Science*, 132, 230-242
- Wigum, B.J., Haugen, M., Skjølsvold, O. et Lindgård, J.** (2004) Norwegian petrographic method - development and experiences during a decade of service, 12th ICAAR, Beijing, Chine, 444-452
- Wigum, B.J. et Lindgård, J.** (2008) AAR: testing, mitigation and recommendations. The Norwegian approach during two decades of research, 13th ICAAR, Trondheim, Norvège
- Wood, J.G.M.** (2008) Improving guidance for engineering assessment and management of structures with AAR, 13th ICAAR, Trondheim, Norvège
- Wood, J.G.M., Young, J.S. et Ward, D.E.** (1986) The structural effects of alkali-aggregate reaction on reinforced concrete, 7th ICAAR, Ottawa, 157-162

Xie, Z.X., W. et Xi, Y. (2003) ASR potentials of glass aggregates in water-glass activated fly ash and portland cement mortars, *Journal of Materials in Civil Engineering*, 15, 67-74

Zhang, X. et Groves, G.W. (1990) The alkali-silica reaction in OPC-silica glass mortar with particular reference to pessimum effects, *Advances in Cement Research*, 3, 9-13

Zhou, D., Liu, X., Gong, X. et Ma, L. (2008) Water content diagnostics of concrete using nonlinear acoustics means, 17th World Conference on Nondestructive Testing, Shanghai, China

Zhou, D., Liu, X.Z., Gong, X.F., Nazarov, V.E. et Ma, L. (2009) Concrete damage diagnosed using the non-classical nonlinear acoustic method, *Chinese Physics B*, 18, 1898-1905