

Université des Sciences et Technologies de Lille
Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107)
Ecole Doctorale régionale Sciences Pour l'Ingénieur Lille Nord-
de-France

Année 2008 - N° d'ordre : 4320

THESE

Pour obtenir le grade de
Docteur de l'Université des Sciences et Technologies de Lille

Discipline : Génie Civil

Présentée par
Thomas ROUGELOT

Etude expérimentale multi-échelles des couplages
hydriques, mécaniques et chimiques dans les matériaux
cimentaires.

Soutenue publiquement le 9 décembre 2008

M. Gilles PIJAUDIER-CABOT (Président du Jury)
Mme Véronique BAROGHEL-BOUNY (Rapporteur)
M. Ahmed LOUKILI (Rapporteur)
M. Jean-Michel TORRENTI (Examineur)
M. Frédéric SKOCZYLAS (Membre)
M. Nicolas BURLION (Co-encadrant)
M. Jian-Fu SHAO (Directeur de thèse)

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Nicolas Burlion et Frédéric Skoczylas, qui m'ont accueilli au sein du Laboratoire de Mécanique de Lille et qui m'ont fait partager leur goût pour la recherche, leurs connaissances et leur expérience. Je les remercie également pour leur soutien et leurs conseils dans la réalisation de ce travail, ainsi que pour le temps qu'ils y ont consacré.

Je remercie Jian-Fu Shao mon Directeur de thèse, sans qui elle n'aurait pu se faire.

J'adresse aussi mes remerciements à l'ensemble des membres du jury de thèse, et en particulier Madame Véronique Baroghel-Bouny et Monsieur Ahmed Loukili qui ont accepté la tâche ardue d'être rapporteurs. Je n'oublie pas Monsieur Gilles Pijaudier-Cabot qui m'a fait l'honneur de présider ce jury, ainsi que Monsieur Jean-Michel Torrenti en tant qu'examineur.

Je remercie Dominique Bernard de l'Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux, avec qui j'ai eu l'honneur de pouvoir travailler essentiellement sur les aspects microtomographiques expérimentaux.

J'exprime également toute ma gratitude à l'ensemble des personnels de Polytech'Lille, de l'Ecole Centrale de Lille et du Laboratoire de Mécanique de Lille, tant pour le soutien moral que logistique et technique qu'ils ont pu m'apporter, dont notamment Jean-Pierre Parent et Thierry Dubois.

Je remercie grandement tous mes collègues et amis pour leurs encouragements et leur aide, et en particulier Frédéric, Ariane, Liang, Michal, Vincent, Yun, Flore, Xiaoting, Franck et tous les autres dont la place manque ici pour les citer.

Enfin, je terminerai par un grand merci à ma famille qui n'a pas cessé de me soutenir.

Table des matières

Table des matières	1
Résumé	6
Abstract.....	7
Introduction générale	8
Chapitre 1 – Organisation du travail de thèse.....	10
1.1 – Objectifs du travail	10
1.1.1 - Cadre de l'étude	10
1.1.2 - Utilité.....	11
1.2 – Approche multi-échelles : avantages et limites	12
1.2.1 - Pourquoi une approche multi-échelles ?	12
1.2.2 - De la difficulté de définir les différentes échelles	12
1.2.3 - De la difficulté de découpler les différentes échelles.....	13
1.3 – A propos des matériaux testés	14
Chapitre 2 – Approche microscopique de la structure hydrique de matériaux cimentaires	16
2.1 – Introduction.....	16
2.1.1 - Hydratation du ciment	16
2.1.1.1 - Composition du ciment Portland	16
2.1.1.2 - Processus d'hydratation	17
2.1.1.3 - Produits d'hydratation.....	18
2.1.2 - Etats de l'eau présente au sein des matériaux cimentaires hydratés	21
2.1.2.1 - Eau capillaire	21
2.1.2.2 - Eau adsorbée	21
2.1.2.3 - Eau chimiquement liée.....	21
2.1.3 - Séchage des matériaux cimentaires	22
2.1.3.1 - Aux hautes humidités relatives	22
2.1.3.2 - Aux humidités relatives intermédiaires	22

2.1.3.3 - Aux faibles humidités relatives.....	22
2.1.4 - Techniques d'investigation de la porosimétrie des matériaux cimentaires.....	22
2.2 – Caractérisation de la structure hydrique du matériau par isothermes de désorption de vapeur d'eau.....	25
2.2.1 – Principes des isothermes de désorption de vapeur d'eau	25
2.2.2 – Protocole expérimental de désorption	27
2.2.2.1 – Matériaux testés	27
2.2.2.2 - Contraintes sur la confection des éprouvettes.....	28
2.2.2.3 – Température et paliers d'humidité retenus.....	33
2.2.2.4 – Achèvement de l'état sec.....	35
2.2.3 – Résultats expérimentaux de désorption de vapeur d'eau.....	35
2.2.3.1 – Cinétiques de séchage	35
2.2.3.2 – Isothermes de désorption.....	38
2.2.4 – Etude de la distribution de porosité	41
2.2.4.1 – Hypothèses retenues.....	41
2.2.4.2 – Distributions de porosité des matériaux étudiés.....	43
2.2.4.3 – Porosité totale mesurée au travers des expériences de désorption	45
2.3 – Caractérisation de la structure hydrique par intrusion de mercure	46
2.3.1 – Protocole expérimental de l'intrusion de mercure.....	46
2.3.2 – Distribution de porosité des matériaux étudiés.....	47
2.3.3 – Comparaison avec la distribution obtenue par désorption de vapeur d'eau	49
2.4 - Conclusions.....	52
Chapitre 3 – Approche microscopique du comportement hydro-mécanique de matériaux cimentaires par attaque chimique	54
3.1 – Introduction.....	54
3.2 – Principes généraux de la microtomographie.....	55
3.2.1 - Tomographie par absorption de rayons X	55
3.2.1.1 - De la radioscopie 2D.....	55
3.2.1.2 - ... à la tomographie 3D.....	56
3.2.2 - Microtomographie par rayons X : données techniques sur l'acquisition	57
3.2.2.1 - Source de rayons X monochromatiques	58
3.2.2.2 - Scintillateur et acquisition des radiographies	59
3.2.3 - Exemples d'utilisation de la microtomographie pour les matériaux du génie civil	61
3.3 – Influences de la lixiviation sur la fissuration.....	63
3.3.1 – Protocoles expérimentaux.....	63

3.3.1.1 – Choix des matériaux testés.....	63
3.3.1.2 – Sollicitation hydrique accélérée par lixiviation au nitrate d’ammonium	64
3.3.1.3 – Acquisition microtomographique.....	65
3.3.2 – Résultats expérimentaux de l’influence de la lixiviation sur la fissuration.....	66
3.3.2.1 - Remarques préalables sur les résultats.....	66
3.3.2.2 – Observations pour un composite avec billes de 2mm de diamètre non lixivié	67
3.3.2.3 - Observations pour un composite avec billes de 2 mm en cours de lixiviation	69
3.3.2.4 – Influence de la taille des inclusions rigides.....	79
3.3.3 – Validation par simulation numérique des hypothèses émises	82
3.3.3.1 – Principes de la simulation par méthode des éléments finis	82
3.3.3.2 – Discrétisation géométrique du problème.....	83
3.3.3.3 – Lois de comportement de la matrice cimentaire et des inclusions rigides	85
3.3.3.4 – Contraintes subies par les matériaux.....	87
3.3.3.5 – Résultats des simulations numériques.....	89
3.4 – Effet d’un pré-endommagement sur l’avancée du front de lixiviation	102
3.4.1 – Protocole expérimental	102
3.4.1.1 - Génération de préendommagement	102
3.4.1.2 - Acquisition des données	104
3.4.2 – Résultats et analyses des observations expérimentales	104
3.5 – Conclusions.....	107
 Chapitre 4 – Approche méso et macroscopique du comportement hydro-mécanique de matériaux cimentaires.....	110
4.1 - Introduction	110
4.1.1 - Eau et variations dimensionnelles	110
4.1.1.1 - Mécanismes de variations dimensionnelles.....	110
4.1.1.2 - Retraits endogène et de dessiccation.....	111
4.1.2 - Couplages saturation - propriétés mécaniques des matériaux.....	113
4.1.3 - Couplages endommagement - propriétés de transfert des matériaux.....	116
4.2 - Etude des propriétés mécaniques et poromécaniques de matériaux cimentaires.....	117
4.2.1 - Tests de compression simple.....	117
4.2.1.1 - Protocole expérimental	117
4.2.1.2 - Comparaison des propriétés mécaniques des différents matériaux testés.....	120
4.2.2 - Détermination expérimentale des propriétés poromécaniques.....	122
4.2.2.1 - Principes expérimentaux de détermination des propriétés poromécaniques.....	122
4.2.2.2 - Valeurs expérimentales mesurées	128
4.2.3 - Mesure de la perméabilité	131

4.2.3.1 - Protocoles expérimentaux	132
4.2.3.2 - Perméabilité des matériaux testés	133
4.3 - Variations dimensionnelles induites par le séchage	134
4.3.1 - Méthode de mesure du retrait en fonction de l'humidité relative imposée	134
4.3.2 - Résultats expérimentaux	137
4.3.3 - Approche poromécanique de modélisation du retrait en fonction de l'humidité relative	142
4.3.3.1 - Hypothèses générales du modèle	142
4.3.3.2 - Comparaison des résultats numériques aux données expérimentales	145
4.3.3.3 - Comparaison à un modèle existant	148
4.4 - Effet d'un pré-endommagement sur le comportement hydrique	150
4.4.1 - Effet d'une macrofissuration	151
4.4.1.1 - Description de l'essai	151
4.4.1.2 - Résultats et analyse	154
4.4.2 - Effet d'une microfissuration engendrée par choc thermique	157
4.4.2.1 - Protocole expérimental	158
4.4.2.2 - Estimation de l'endommagement induit par choc thermique	159
4.4.2.3 - Courbes de désorption de vapeur d'eau sur éprouvettes saines et microfissurées	162
4.4.2.4 - Influences sur la cinétique de séchage	164
4.5 - Influence de l'état de saturation sur le comportement en traction .	166
4.5.1 - Traction par fendage	167
4.5.1.1 - Protocole expérimental	167
4.5.1.2 - Résultats et analyse	169
4.5.2 - Traction directe	176
4.5.2.1 - Difficultés de l'essai de traction uniaxiale	177
4.5.2.2 - Protocoles expérimentaux testés	179
4.5.2.3 - Conclusions et perspectives sur l'essai de traction directe	185
4.6 - Comparaisons des courbes de désorption de vapeur d'eau sur les différents matériaux testés	186
4.7 - Conclusions.....	191
Conclusions générales et perspectives	194
Bibliographie	198
Annexes	214
Annexe 1.....	216

Annexe 2..... 218

Résumé

La détermination des couplages hydro-mécaniques et chimiques au sein des matériaux cimentaires revêt une grande importance dans une optique de prédiction de la durabilité d'un ouvrage soumis à des sollicitations complexes, dans le cadre d'un stockage souterrain de déchets radioactifs en formation géologique profonde par exemple.

Les travaux présentés dans cette thèse se focalisent sur des mortiers et des pâtes de ciment à deux rapports eau sur ciment (E/C) de 0,5 et 0,8, afin d'en étudier son influence, ainsi que le rôle distinct des granulats et de la matrice cimentaire. Les couplages entre des sollicitations hydriques par séchage, des sollicitations hydro-chimiques par lixiviation, et le comportement mécanique du matériau, notamment d'un point de vue de l'endommagement, des variations dimensionnelles et des modifications des propriétés élastiques, sont ceux essentiellement abordés. En outre, l'approche expérimentale développée s'attache à caractériser ces matériaux d'un point de vue macroscopique, mais également microscopique, en fournissant une vision multi-échelles des phénomènes physiques mis en œuvre.

D'un point de vue microscopique, la caractérisation du réseau poreux des matériaux sur une gamme de quelques Angströms à quelques micromètres est réalisée au moyen d'isothermes de désorption et de porosimétrie mercure, qui mettent en évidence l'influence du rapport E/C sur les différents diamètres de pores, et leur proportion. Puis une étude quadridimensionnelle du couplage entre lixiviation et fissuration est menée par microtomographie par rayons X, avec une résolution d'environ 5 micromètres. L'effet du retrait empêché par déformations différentielles entre les granulats et la matrice cimentaire est mis en évidence dans l'apparition de la fissuration, et dépend de leurs dimensions. En outre, la présence d'une préfissuration tend à accélérer la dégradation chimique du matériau.

D'un point de vue macroscopique, le retrait lié au séchage lent de matériaux a été quantifié expérimentalement, et a fait l'objet d'une modélisation par approche poromécanique assez concluante. Il s'est aussi avéré qu'une microfissuration, répartie au sein du matériau, engendre plus de perturbations sur la cinétique de séchage et sur les isothermes de désorption que quelques macrofissures localisées. Enfin, la résistance en traction par fendage du matériau est modifiée différemment par la saturation, selon les matériaux testés, par des effets compétitifs entre le confinement de l'éprouvette, la fissuration induite par le séchage et le rôle des granulats. Une caractérisation du comportement en traction directe, délicate, a fait l'objet d'études préliminaires.

Mots-clés : ciment, mortier, poromécanique, microtomographie par rayons X, lixiviation, séchage, isothermes de désorption, endommagement, traction

Abstract

To determine the hydro-mechanical and chemical behaviour in cementitious materials is a key point to predict the durability of a structure submitted to complex stresses, such as the radioactive waste underground disposal.

The present work of this thesis is performed on mortars and cement pastes, with two distinct water-to-cement ratios, to study its influence, and the role of aggregates and of cementitious matrix. Coupling between hydric stresses by drying, hydro-chemical effect of calcium leaching, and the mechanical behaviour of the material, with a focus put on damage, strains evolution and modifications of elastic properties are studied. Moreover, the experimental approach tries to characterize these materials with a macroscopic, but also microscopic point of view, which leads to a multi-scale comprehension of the physical phenomenon.

From microscopic aspects, the characterization of the porous network between several Angstroms to some micrometers is performed by means of desorption isotherms and mercury intrusion porosimetry. They show the influence of the W/C ratio over the distribution and proportion of pores, whereas aggregates have almost no effect. Then, in a 4D approach of coupling effects between calcium leaching and cracking is conducted with X-ray microtomography (resolution: about 5 micrometers). The restrained shrinkage due to differential strains in aggregates and cementitious matrix is highlighted as the cause of apparition of microcracks, which relies on inclusion diameter. In addition, a pre-cracking increases the chemical degradation of the material.

From macroscopic aspects, the shrinkage due to a smooth drying is experimentally determined, and a poromechanical model is then proposed, with a relative good prediction. The diffuse microcracking effects appear to have more importance on the desorption isotherms and drying kinetics than several localized macrocracks. Finally, the decrease in the saturation of the material tends to increase the splitting tensile strength for mortars, but to decrease it for cement pastes. This could be attributed to a competitive effect between shrinkage, stresses and cracking due to the drying process, and the influence of the aggregates in the cracking energy. Some preliminary tests are also conducted in direct tensile configuration, but were difficult to perform.

Key-words : cement, mortar, poromechanics, X-ray microtomography, leaching, drying, desorption isotherms, damage, tensile tests

Introduction générale

Les matériaux cimentaires, tels que les bétons et les mortiers, font l'objet d'une utilisation massive dans le domaine du génie civil, au sein de bâtiments, d'ouvrages d'art ou encore dans les voiries. Leur faible coût, leur facilité de mise en œuvre, leurs bonnes propriétés de résistance mécanique sont les principaux avantages justifiant d'y avoir recours. Un autre aspect entre également en ligne de compte, dans une optique de longévité des structures : leur durabilité.

Ainsi, d'un point de vue économique, la pérennité d'un ouvrage permet pour l'exploitant de prédire les nécessités d'investissements futurs pour son entretien et sa réparation. A long terme, sa réhabilitation voire sa destruction et sa reconstruction doivent être envisagées. L'objectif est alors de réaliser des constructions durables, tendant à minimiser le coût global d'une structure pour une utilisation donnée. Mais ce but économique peut se doubler d'un but écologique, ou tout du moins à l'attachement de l'impact d'un ouvrage sur son environnement. L'allongement d'une durée de vie va de paire avec une exploitation plus faible de ressources naturelles, telles que les granulats issus de carrière ou les minerais exploités pour la fabrication d'aciers ou autres métaux utilisés en génie civil. Le rejet de dioxyde de carbone, très élevé dans le processus d'élaboration du ciment est, de la même façon, réduit si la structure considérée doit être réédifiée moins fréquemment.

Cette durabilité est quantifiable notamment au travers de la détermination des propriétés de transferts des matériaux cimentaires, *i.e.* leur perméabilité ou leur diffusivité vis-à-vis des espèces chimiques agressives auxquelles ils sont soumis. Le vecteur principal de ces espèces au cœur de l'ouvrage est l'eau présente dans le réseau poreux. De plus, cette eau est en elle-même un agent qui peut dégrader le matériau cimentaire, par dissolution de certains de ses composés, ou par l'induction de variations dimensionnelles, structurales et mécaniques, lors d'un séchage par exemple. Une compréhension des phénomènes physiques mis en jeu dans le comportement couplé hydrique, chimique et mécanique est donc une nécessité de premier ordre dans l'étude de cette durabilité des bétons. En outre, le comportement macroscopique est en lien avec la microstructure du matériau et son évolution. Etablir des liens entre ces différentes échelles d'observation peut permettre d'améliorer la connaissance globale des couplages au sein de ces matériaux.

Les travaux présentés dans cette thèse se focalisent sur la détermination expérimentale multi-échelles d'une partie de ces couplages, sous l'aspect majeur des sollicitations hydriques et chimique par séchage et lixiviation, et les liens avec les comportements mécaniques, essentiellement vus au travers des résistances mécaniques, de l'endommagement et de la fissuration.

Le premier chapitre aborde plus en détails la démarche retenue dans l'étude des couplages hydro-mécaniques et chimique des matériaux cimentaires, en expliquant notamment les différentes campagnes expérimentales réalisées, les apports attendus d'une observation multi-échelles, ainsi que le choix de réaliser les tests non pas directement sur des bétons, mais sur des mortiers et des pâtes de ciment.

Dans un deuxième chapitre, une caractérisation microstructurale, à des échelles comprises de quelques Angströms à quelques micromètres, par la réalisation d'isothermes de désorption de vapeur d'eau est présentée. Elle sera en outre complétée par une investigation au travers d'essais d'intrusion de mercure, qui mettra en évidence les effets du rapport eau sur ciment et des granulats sur la distribution porale.

Le troisième chapitre aborde les couplages hydro-mécaniques et chimiques à l'échelle de la microstructure. Une observation de l'évolution du matériau cimentaire durci sous l'effet d'une lixiviation y est réalisée au moyen d'une approche quadridimensionnelle par microtomographie aux rayons X, à des échelles de cinq à une cinquantaine de micromètres. Elle montera l'importance du retrait différentiel entre les inclusions rigides et la matrice cimentaire en cours de dégradation. Le rôle d'un pré-endommagement sur la réponse hydrique et chimique, et principalement son effet accélérateur de cinétique de dégradation, est également étudié.

Enfin, le dernier chapitre présente les couplages hydro-mécaniques observés méso et macroscopiquement sur nos matériaux, à des échelles de quelques millimètres jusqu'aux centimètres. La caractérisation des propriétés mécaniques, poromécaniques et de la perméabilité sert de base à l'étude des couplages. Les variations dimensionnelles sous l'effet d'un séchage lent sont investiguées expérimentalement et modélisées par un modèle poromécanique simple. L'effet d'une macrofissuration localisée ou d'une microfissuration diffuse sur les isothermes de désorption et les cinétiques de séchage complètent l'étude. Enfin, les résistances en traction en fonction de l'état de saturation des matériaux sont étudiées, au travers de tests en traction indirecte par fendage et d'essais préliminaires en traction directe, où essentiellement la présence de granulats aboutira à des comportements dissemblables.

Chapitre 1 – Organisation du travail de thèse

Ce chapitre introductif a pour rôle de guider le lecteur dans l'organisation du travail réalisé durant la thèse, ainsi que dans la forme sous laquelle il est présenté dans ce mémoire, notamment par le choix d'un découplage des différentes échelles. Un dernier paragraphe sera consacré à l'établissement du choix des matériaux testés dans notre étude.

1.1 – Objectifs du travail

1.1.1 - Cadre de l'étude

Les travaux de recherche présentés dans ce mémoire ont pour problématique la caractérisation des couplages hydro-mécaniques et chimiques dans les matériaux cimentaires. Ce type de comportement couplé est rencontré par une très grande majorité des ouvrages en béton au cours de leur vie. En effet, dès qu'ils sont soumis à un séchage, qui apparaît dès leur plus jeune âge, des variations dimensionnelles sont induites et peuvent aboutir à l'apparition de fissuration (chapitre 4). A long terme, une présence et une circulation au sein du réseau poreux de fluide, selon sa composition, peuvent également interagir avec les constituants de la matrice cimentaire, et de la même manière entraîner des modifications microstructurelles. Cela est particulièrement vrai par la dissolution chimique de calcium qu'une eau peu ionisée engendre lorsqu'elle est en contact avec l'ouvrage (chapitre 3). Ce cas de figure se rencontre par exemple sur des structures enterrées où une nappe phréatique est présente (tunnel, mur de soutènement, ...). En conséquence, des dégradations de résistance mécanique et une accélération des propriétés de transferts sont attendues, menant à une durée de vie ou de service réduite de l'ouvrage. La détermination des caractéristiques du réseau poreux est donc essentielle (chapitre 2), car il est intimement lié aux mouvements de fluide dans cette phase interstitielle, et plus particulièrement à la migration d'eau et au transport des espèces agressives pour le matériau cimentaire.

Un cas typique où ces couplages hydrique, chimique et mécanique se rencontrent est la problématique du stockage souterrain de déchets nucléaires en formations géologiques profondes. Le but est d'assurer le confinement de déchets radioactifs dans des galeries creusées dans des couches de roches très peu perméables, empêchant leur relargage dans l'environnement jusqu'à ce que leur dangerosité soit grandement réduite et/ou jusqu'à des techniques de retraitement soient développées pour les déchets à haute activité. A cet effet, plusieurs dispositions constructives sont mises en place et agissent chacune

comme une barrière de protection. Les bétons présentant des caractéristiques de très faible perméabilité et de diffusivité, ainsi que des résistances mécaniques intéressantes, leur utilisation dans ce cadre semble appropriée. Toutefois, la durée de vie d'un tel ouvrage dépasse grandement celle généralement rencontrée pour des structures habituelles telles que des ponts, tunnels ou bâtiments, qui est généralement inférieure au siècle, alors que le stockage souterrain nécessite la prise en compte des effets à long et très long terme (au-delà du millier, voire jusqu'au million d'années). La lixiviation du matériau, les retraits dus à la ventilation des galeries, la résistance et les déformations du matériau sous des états complexes de sollicitations mécaniques et thermiques, sont quelques uns des phénomènes physiques à déterminer et à quantifier, y compris les couplages qui peuvent exister entre eux.

Ainsi, le nombre de facteurs intervenants pour bien appréhender les comportements couplés du matériau cimentaire est très élevé. Une attention particulière est portée ici aux couplages qui peuvent exister entre deux types de sollicitations (liées à l'eau) et le comportement mécanique. Plus précisément, la première sollicitation hydrique est un séchage étudié au travers d'une désaturation par faibles paliers d'humidité, qui permet la détermination des isothermes de désorption. Dès lors, il n'engendre pas de gradients hydriques trop importants au sein de l'échantillon, autorisant la détermination de propriétés intrinsèques du matériau et non celles liées à la structure même de l'éprouvette. La seconde sollicitation repose sur celle liée à la lixiviation du matériau. Elle couple à la fois des phénomènes hydrique et chimique, par l'effet de dissolution du calcium et du transfert diffusif impliqués dans ce cadre. Ces deux sollicitations hydriques couvrent le comportement à court, moyen (séchage) et long terme (lixiviation) du matériau. Concernant les aspects mécaniques, l'accent est mis sur l'endommagement et l'apparition de fissures, les déformations du matériau et ses principales caractéristiques mécaniques que sont sa résistance uniaxiale et ses coefficients élastiques. Les couplages hydro-mécaniques étudiés prendront alors en compte l'effet d'une fissuration sur le comportement en séchage et en lixiviation, et inversement, l'effet de la saturation ou de la dégradation chimique sur l'apparition de fissures ou sur la modification des propriétés mécaniques.

1.1.2 - Utilité

Les résultats qui seront obtenus et présentés au cours de ce mémoire auront plusieurs utilités principales. La première, déjà évoquée, est de mieux cerner les phénomènes physiques couplés mis en œuvre dans ce comportement hydro-mécanique et chimique. La seconde est de fournir des données expérimentales exploitables pour la modélisation de ces phénomènes et pour une validation des modèles déjà développés. En particulier, l'aspect prédictif du retrait lié au séchage des matériaux cimentaires est abordé dans nos travaux expérimentaux par la formulation d'un modèle poromécanique simple, qui pourrait servir de base à des modélisations ultérieures plus complexes.

1.2 – Approche multi-échelles : avantages et limites

1.2.1 - Pourquoi une approche multi-échelles ?

Les approches habituellement développées pour l'étude des matériaux cimentaires, expérimentalement, reposent sur une observation et des mesures réalisées à l'échelle macroscopique. Elles font appel aux propriétés du matériau, supposées suffisamment homogènes pour autoriser leur détermination à l'échelle de l'éprouvette testée. Par exemple, les coefficients élastiques du matériau sont obtenus à partir d'une mesure macroscopique des déformations et contraintes moyennes sur un élément représentatif du matériau. La mesure de la perméabilité, ou encore de la diffusivité des ions entrent également dans ce type d'approche. Cependant, au vu de la complexité du matériau cimentaire, l'approche uniquement macroscopique révèle ses limites pour certaines sollicitations complexes. Ces propriétés macroscopiques étant reliées à la microstructure du matériau, qui n'est alors plus considérée comme homogène à ce niveau, l'étude à cette échelle plus fine peut apporter des éléments utiles à la compréhension et à la modélisation du comportement. La microindentation a ainsi pour objectif de mesurer les propriétés élastiques des différents constituants du béton et de sa matrice cimentaire, et peut être cataloguée comme une approche microscopique du matériau. La microtomographie, présentée au chapitre 3, est un autre exemple de caractérisation microstructurale du matériau, tout comme l'est la microscopie électronique à balayage entre autres. Enfin, une approche nanoscopique peut également être envisagée, et caractérise au niveau des atomes ou des molécules constitutives du matériau les mécanismes physiques entrant en jeu. La dynamique moléculaire peut être vue comme une telle approche, mais est essentiellement une méthode théorique et numérique à l'heure actuelle, des expériences à de tels niveaux nécessitant des moyens complexes et coûteux encore peu développés, surtout en génie civil.

Les expériences menées ici font appel aux approches macro et microscopiques pour étudier nos matériaux cimentaires, et se révéleront complémentaires. Les observations microscopiques aident à l'explication des phénomènes physiques intervenant, par exemple, dans l'accroissement de la porosité et de l'endommagement par lixiviation, ou encore pour mieux caractériser le réseau poreux au travers des désorptions de vapeur d'eau et les effets macroscopiques liés à ce réseau (retrait de dessiccation, modification du comportement mécanique en traction, ...). Une vision plus globale du comportement du matériau sera ainsi obtenue, d'un point de vue des différentes échelles utilisées.

1.2.2 - De la difficulté de définir les différentes échelles

La définition des différentes échelles évoquées dans le paragraphe précédent n'est pas évidente, car pouvant se baser sur l'échelle d'observation ou sur l'échelle du matériau observé notamment. Ainsi, la

première classification fait appel aux longueurs étudiées dans le matériau. L'échelle macroscopique est alors définie par des longueurs caractéristiques de l'ordre de ce qui est visible à l'œil nu, soit au-delà d'une centaine de micromètres. L'échelle microscopique est alors fixée par des longueurs d'observation variant de quelques nanomètres à quelques dizaines de micromètres. L'échelle nanoscopique est alors définie par une longueur de l'ordre de l'Angstrom.

La seconde classification possible repose sur la structure du matériau et son degré d'homogénéité, et peut dans certains cas être différente de la première décrite ci-dessus. L'échelle macroscopique considère le matériau comme un ensemble homogène, et où les propriétés physiques sont identiques en tout point. L'échelle microscopique quant à elle considère les différents constituants du matériau comme homogènes, leur assemblage étant hétérogène. Typiquement pour un béton, il s'agit de prendre en compte de manière distincte les granulats, la matrice cimentaire éventuellement décomposée en ses différents constituants et le réseau poreux ou de microfissures. On notera que le degré de raffinement peut être plus ou moins grand à cette échelle. En particulier, considérer ce matériau comme un assemblage d'une partie solide parcourue par un réseau de pores peut être vu comme une approche à une échelle plus fine que celle macroscopique, mais moins raffinée que celle microscopique (pas de séparation entre les granulats et la matrice cimentaire, ...). Elle peut alors être dénommée « approche mésoscopique ». Enfin l'approche nanoscopique est celle où l'on considère chacune des molécules ou atomes interagissant entre eux. Dans ce mémoire, le découpage des différentes échelles sera principalement basé sur cette seconde classification, qui semble plus adéquate.

1.2.3 - De la difficulté de découpler les différentes échelles

L'attention du lecteur est attirée sur le fait que découpler, comme cela est proposé dans ce rapport, l'échelle microscopique et macroscopique peut s'avérer délicat. En effet, la caractérisation du réseau poreux est réalisée à partir de mesures macroscopiques (variations de masse de l'éprouvette lors du séchage), mais apporte des éléments sur la microstructure qui lui vaudra d'être classifiée dans cette catégorie. De la même façon, l'approche poromécanique, plutôt mésoscopique d'après le §1.2.2 est regroupée avec l'approche macroscopique, car elle ne prend en compte que 2 « éléments » microscopiques (matrice solide et réseau poreux), et que les mesures sont réalisées à l'échelle de l'éprouvette. Enfin, ce découpage peut aboutir à ne pas présenter l'ensemble des résultats sur une même éprouvette dans le même chapitre, notamment en ce qui concerne celles utilisées à la fois pour la caractérisation microstructurale (chapitre 2) et les variations dimensionnelles, qui sont macroscopiques (chapitre 4). Toutefois, le découpage retenu donne une bonne vision de l'échelle étudiée par chacun des essais, et respecte dans l'ensemble les critères de classification édictés dans le paragraphe 1.2.2.

1.3 – A propos des matériaux testés

Le matériau cimentaire largement utilisé dans l'industrie du génie civil est le béton hydraulique, et l'on pourrait s'attendre à ce que les tests menés dans notre étude soient basés dessus. Cependant, ce matériau présente une structure très complexe, avec la présence de granulats de dimensions variables (de quelques millimètres à quelques centimètres), qui nécessitent alors l'utilisation d'éprouvettes dont les dimensions soient suffisantes pour constituer un volume élémentaire représentatif de ce matériau. Les sollicitations faisant l'objet des investigations présentées dans la suite de ce mémoire ont des cinétiques lentes. L'agrandissement des dimensions des échantillons engendre alors mécaniquement des essais dont la durée est relativement longue (plusieurs années). Cette première raison justifie en partie le choix de se porter sur des mortiers ou pâtes de ciment, en limitant la taille des éprouvettes.

D'autre part, pour essayer de bien mettre en évidence le rôle des différents constituants d'un béton, il peut être intéressant d'étudier une pâte de ciment, qui correspond à la matrice cimentaire du béton, et un mortier, qui par comparaison renseignera sur l'influence des granulats. Enfin le choix de composites ciment-billes de verre qui sera réalisé au chapitre 3 aura pour objectif de visualiser l'effet d'un granulats de forme déterminée et simple sur le comportement du matériau. Les mécanismes ainsi mis en œuvre seront plus aisés à interpréter que dans le cas d'un béton. Enfin, la plupart des matériaux testés (mortiers et pâtes de ciment) le sont sous deux formulations distinctes, où seule la proportion d'eau dans le mélange est modifiée, permettant d'étudier l'influence d'une porosité initiale plus ou moins grande.

Toutes les caractéristiques de conservation et de conditionnement des matériaux sont détaillées au long des différents chapitres pour chacune des campagnes expérimentales menées. En particulier, le paragraphe 2.2.2 explicite de manière complète les choix faits de types d'éprouvettes et matériaux, en récapitulant la formulation des divers mortiers (M05 et M08) et pâtes de ciment (C05 et C08) étudiés.

Chapitre 2 – Approche microscopique de la structure hydrique de matériaux cimentaires

2.1 – Introduction

Le chapitre précédent a permis de préciser l’articulation du travail dans l’objectif d’étudier les couplages hydro-mécaniques et chimiques au sein de matériaux cimentaires, et notamment les interactions entre désaturation, attaque chimique, propriétés mécaniques et fissuration.

Le comportement vis-à-vis de l’eau est un des maillons essentiels pour une bonne compréhension des phénomènes physiques au sein de ce type de matériau, par exemple dans l’optique d’évaluer la durabilité d’un ouvrage. En effet, l’eau fait partie de la structure du matériau, car intervenant dans le processus d’hydratation du ciment, et étant présente sous différentes formes dans le matériau durci (Baroghel-Bouny, 1994)

Ce chapitre aborde la structure hydrique des matériaux testés, par une caractérisation de leur porosité et de la distribution de cette dernière. Après avoir présenté les différents rôles et états de l’eau au sein de ces matériaux, une investigation expérimentale de cette structure jusqu’à une échelle microscopique est mise en œuvre au moyen de deux techniques distinctes. La première d’entre elle recourt aux isothermes de désorption de vapeur d’eau, la seconde utilisant la méthode de porosimétrie par intrusion de mercure. Une comparaison des mesures de porosité par ces deux techniques sera dressée, afin d’en déterminer leurs avantages et inconvénients respectifs.

2.1.1 - Hydratation du ciment

Les matériaux dits « cimentaires » regroupent l’ensemble des matériaux dont le liant est un ciment hydraulique, c’est-à-dire qui réagit en présence d’eau pour former une matrice stable, qui a pour rôle d’assurer la cohésion entre les granulats utilisés dans leur confection.

2.1.1.1 - Composition du ciment Portland

Le ciment Portland, créé au début du XIX^{ème} siècle est le plus couramment utilisé de nos jours, et se compose d’un mélange de clinker (obtenu par cuisson de calcaire et d’argile à haute température) et de gypse (régulant la prise du ciment) broyés finement. Les caractéristiques chimiques des argiles et

calcaires utilisés, la durée et les températures de cuisson, la finesse de mouture du clinker peuvent modifier assez fortement la composition du ciment, ses propriétés d'hydratation et ses caractéristiques mécaniques. Des cendres volantes, du laitier de haut-fourneau, des fillers,... peuvent être ajoutés à la formulation du ciment, selon les besoins (maniabilité, compacité, réaction pouzzolanique)

Le clinker est essentiellement constitué de silicate tricalcique (notée C3S) pour environ 60%, de silicate bicalcique (C2S - environ 20%), d'aluminate tricalcique (C3A - environ 10%) et d'alumino-ferrite tétracalcique (C4AF - environ 10%). Ces constituants ne sont pas totalement purs, par la présence d'ions étrangers dans leur composition. A cela s'ajoutent d'autres constituants en faible proportion (moins de 5%), ainsi que des impuretés (chaux libre,...).

2.1.1.2 - Processus d'hydratation

L'ajout d'eau au ciment anhydre engendre une hydratation de ses constituants, qui deviennent alors très peu solubles, ce qui aboutit à la création d'un liant stable et résistant d'un point de vue mécanique. Les réactions chimiques ayant lieu lors de cette hydratation sont nombreuses, et le mécanisme d'hydratation est proposé par Le Châtelier (reprise par Tazawa et al. 1995).

De manière générale, lors de la mise en contact avec l'eau, la surface des grains de ciment se recouvre de molécules d'eau. Les constituants du ciment se dissolvent alors, et se retrouvent sous forme d'ions (ions calcium, hydroxyle, aluminates, silicates et sulfate) en solution. Lorsque la concentration ionique dépasse le produit de solubilité, les ions précipitent sous forme d'hydrates. Ce phénomène se poursuit jusqu'à dissolution complète des constituants du ciment anhydre. La cinétique de cette hydratation diminue au fur et à mesure du temps, par l'effet d'une diminution de la diffusion de l'eau vers le ciment anhydre, ce dernier étant de plus en plus recouvert de couches d'hydrates. La période de maturation du matériau peut donc s'étendre sur plusieurs mois voire années.

Dans le cadre d'une hydratation d'un ciment dont le rapport eau sur ciment (E/C), définissant la proportion massique d'eau introduite en fonction de la quantité de ciment anhydre, est égal à 0,6 sans échange d'eau avec l'extérieur, la Fig. 2. 1, issue des travaux de (Jensen et Hansen 2001), donne l'évolution volumique des différentes phases constituant une pâte de ciment avec le degré d'hydratation, caractérisant la proportion du ciment ayant été hydraté, noté α . Au départ de cette réaction, seul le ciment anhydre et l'eau sont en présence. Puis, au fur et à mesure, l'eau capillaire réagit avec ce ciment pour former un gel d'hydrates (ici décomposé en sa fraction solide et sa fraction de liquide qu'il contient). Aucun apport d'eau extérieur n'étant réalisé, la consommation d'eau engendre la création de pores vides d'eau dans la structure de la pâte de ciment, le volume des produits d'hydratation étant plus faible que le volume des réactifs. Cette contraction « chimique » est dite de Le Châtelier, et a notamment été quantifiée par (Tazawa et al. 1995) à partir des relations stoechiométriques d'hydratation du ciment et par de mesures expérimentales. Une contraction de

l'ordre de 11% a été déterminée. La réaction prend fin lorsque toute l'eau capillaire a réagi pour former les hydrates (degré d'hydratation α_{\max} , ici égal à 1). Cette réaction peut s'avérer incomplète dans le cas où la quantité d'eau introduite dans le mélange initial n'est pas suffisante pour hydrater tout le ciment, comme cela se produit pour des pâtes de ciment à rapport E/C inférieur à une valeur de 0,42 (Hansen 1986) pour des ciments courants, même si cette valeur peut varier entre 0,39 (Brouwers 2004) et 0,44 (Taylor, 1997). Il est à noter que dans le cadre d'une conservation de ce matériau sous eau, les pores seraient remplis par ce liquide.

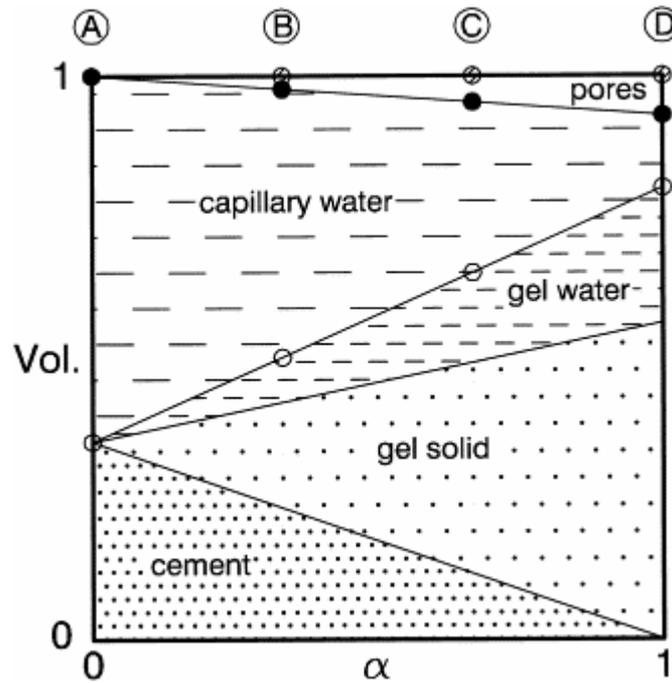


Fig. 2. 1 - Evolution des proportions volumiques des différents constituants au sein d'une pâte de ciment en fonction du degré d'hydratation (Jensen et Hansen 2001)

2.1.1.3 - Produits d'hydratation

Les principaux hydrates créés lors de la réaction d'hydratation sont les suivants, en accord avec les travaux de recherche réalisés par (Powers et Brownyard, 1947) :

- des silicates de calcium hydratés (notés « CSH »), qui constituent de 50 à 70% des hydrates formés
- de l'hydroxyde de calcium (ou Portlandite, notée « CH ») qui constitue environ 25% des hydrates
- des aluminates de calcium hydratés (plusieurs formes telles que C4AH13, C2AH8 et C3AH6)

Les CSH forment la partie principale des hydrates qui assurent la stabilité mécanique du matériau cimentaire. La structure exacte des CSH (minéralogique, arrangement moléculaire) est encore étudiée, du fait que les techniques d'observation généralement utilisées s'avèrent inopérantes ou provoquent des altérations dues au protocole même d'analyse. De nombreuses approches expérimentales ont été proposées dans le but d'avoir une compréhension de leur structure la plus exacte possible. Par exemple, une étude par le biais de résonance magnétique nucléaire a ainsi été conduite sur le gel d'hydrates et ses constituants afin d'en déterminer leur microstructure (Cong et Kirkpatrick 1996a et 1996b, Brough et al. 1994). Un suivi de l'hydratation a également été observé au moyen d'imagerie par microscopie électronique permettant de classer les produits d'hydratation issus du C3S (Jennings et al. 1981).

Les CSH se présenteraient sous forme de gels (faible cristallinité et grande proportion d'eau dans leur composition). La particule élémentaire du CSH serait un microcristal lamellaire, qui s'agrègerait en feuillets constitués de 2 ou 3 microcristaux liés par des liaisons ioniques covalentes ou des forces superficielles. La proportion minéralogique des constituants de ces CSH pourrait varier selon les conditions dans lesquels ils ont été formés, et principalement par l'effet du rapport C/S de la solution interstitielle et de l'état saturé en eau ou non de la pâte.

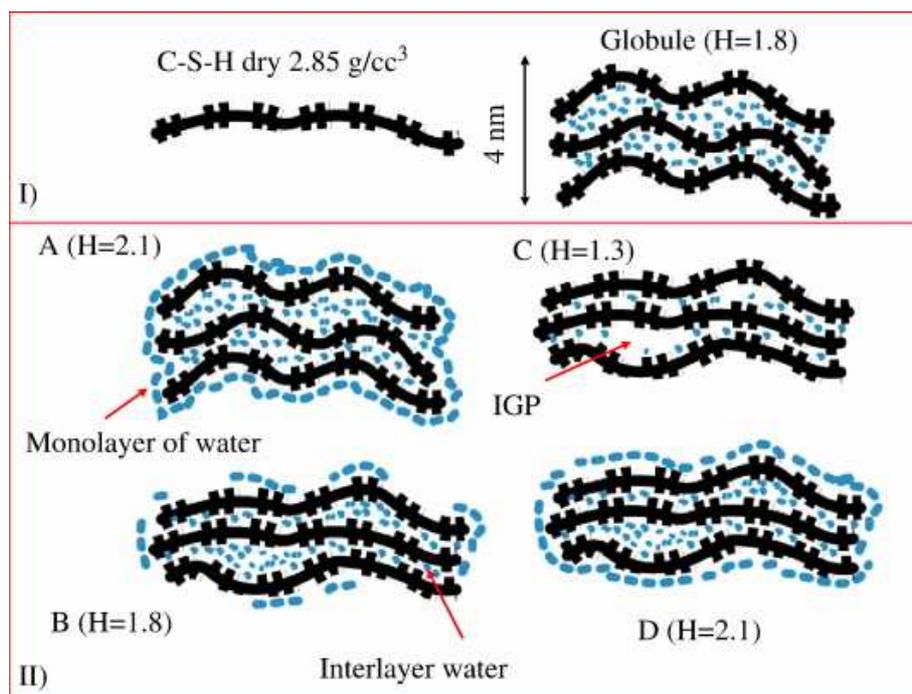


Fig. 2. 2 - Schéma d'un globule de CSH : I) Simple lamelle de CSH où l'eau évaporable est retirée (à gauche), globule sans eau adsorbée à la surface (à droite) II) Différents états de saturation d'un globule de CSH selon le degré de séchage (eau adsorbée à la surface du globule, eau inter-feuillets, eau continue dans les pores intraglobulaires (A-saturé, B-partiellement désaturé, C-quasi désaturé, D-resaturé). (Jennings, 2008)

Des nombreux modèles sur la structure des CSH ont été proposés (Feldman et Sereda 1970 Wittmann 1976, Taylor 1986), tenant compte des connaissances et observations expérimentales directes et indirectes, afin d'expliquer les mécanismes observables à l'échelle macroscopique (variations dimensionnelles avec le séchage, fluages,...). Ils s'appuient généralement sur une description du gel de CSH comme un arrangement de feuillets, avec de l'eau stockée entre ces feuillets ainsi qu'à leur surface. Le modèle de Jennings (Jennings 2000, Jennings 2008) décrit le gel de CSH comme des feuillets de CSH (Fig. 2. 2) liés entre eux sous forme de paquets de globules (Fig. 2. 3). Une variation de la densité de l'arrangement de ces globules conduit à la formation de CSH à faible densité (LD CSH) essentiellement dans les premières heures et jours de l'hydratation et à haute densité (HD CSH) au-delà. L'augmentation de la densité Ce modèle cherche notamment à expliquer les variations dimensionnelles observées lors d'une désorption ou d'une adsorption de vapeur d'eau.

L'hydroxyde de calcium (Portlandite) représente la deuxième part importante des hydrates formés, et se présente quant à elle sous forme de cristaux solides en forme de plaquettes hexagonales disposées principalement entre les grains de ciment partiellement hydratés, ainsi qu'en bordure des bulles d'air et dans les zones proches des granulats. L'analyse microtomographique de la microstructure de la pâte de ciment du chapitre 3 mettra bien en évidence ces plaquettes hexagonales au niveau des bulles d'air.

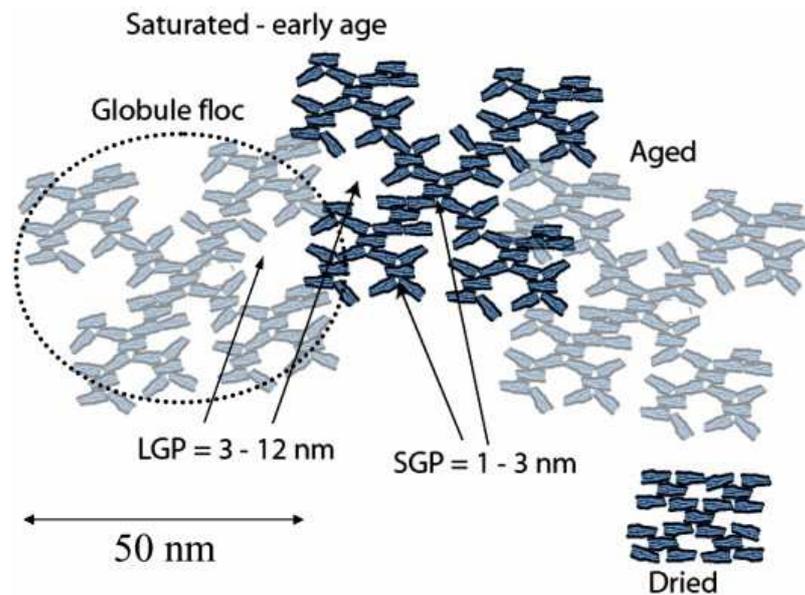


Fig. 2. 3 - Arrangement des globules de CSH à faible densité. Plusieurs types de porosité interne aux gels de CSH sont présents (LGP : Larger Gel Pores, SGP : Small Gel Pores). (Jennings, 2008)

Le reste des hydrates formés comprend les aluminates de calcium hydratés de différents types, qui ont des formes de plaquettes hexagonales ou de cristaux cubiques, des sulfo-aluminates de calcium

hydratés tels que l'ettringite, qui se présente sous forme d'aiguilles cristallisées à base hexagonale, ou de monosulfoaluminate de calcium hydraté (plaquettes hexagonales), que l'on trouve disséminés dans les lamelles de CSH (Baroghel-Bouny, 1994).

2.1.2 - Etats de l'eau présente au sein des matériaux cimentaires hydratés

L'eau présente dans les matériaux cimentaires intervient à différents niveaux, à la fois en tant que phase fluide dans le réseau poreux capillaire, ainsi qu'à la surface des feuillettes de CSH ou encore dans leur composition chimique. Les expériences de désorption de vapeur d'eau menées dans la suite permettront de mettre en évidence la porosité liée essentiellement à l'eau capillaire et adsorbée physiquement.

2.1.2.1 - Eau capillaire

Une partie de l'eau contenue dans les matériaux cimentaires se trouve sous forme de condensat dans des pores capillaires, au-delà des couches d'eau adsorbées (cf. 2.1.2.2 - Eau adsorbée). Ces pores résultent principalement de l'eau présente entre les grains de ciment, qui est au fur et à mesure consommée pour former des hydrates. Le volume de ces pores tend donc à diminuer à mesure que l'hydratation progresse. Cette eau est considérée comme libre et évaporable par un séchage à 105°C.

2.1.2.2 - Eau adsorbée

L'eau se trouve également sous forme adsorbée à la surface des CSH, et est due physiquement aux forces de Van der Waals. En reprenant le modèle de Jennings (Jennings 2008) présenté au paragraphe précédent, elle prend en compte l'eau à la surface des globules et l'eau contenue dans les pores internes aux globules (état II-C de la Fig. 2. 2 qui correspond à un séchage dit « séchage D », qui consiste en une mise en équilibre à la tension de vapeur de la glace portée à -79°C (Feldman et Swenson 1975), approximativement équivalent à un séchage à 105°C en étuve). Une autre adsorption, chimique, peut également apparaître, et se caractérise par des échanges électroniques entre la molécule d'eau et le solide. Cette eau est considérée comme non évaporable. L'eau inter-feuillettes appartient majoritairement à cette adsorption chimique.

2.1.2.3 - Eau chimiquement liée

Cette dernière forme d'eau est une partie intégrante de la composition des CSH, liée chimiquement lors des réactions d'hydratation aux hydrates. Cette eau n'est pas évaporable, sauf en soumettant le matériau à des températures élevées, mais cela aboutit alors à la modification de la nature même des hydrates (Chen et al. 2008).

2.1.3 - Séchage des matériaux cimentaires

L'eau contenue au sein des matériaux sous les formes citées précédemment est en équilibre avec les conditions ambiantes (pression, humidité relative, température) dans lesquelles l'échantillon est placé. Des transferts hydriques peuvent alors se produire dans le cas où ces conditions viennent à être modifiées. Pour une étude à température et pression usuelles fixées du séchage des matériaux cimentaires, le changement d'humidité relative (HR) est le facteur-clé de cet équilibre. Selon sa valeur, différents mécanismes physiques sont mis en œuvre dans les transferts d'eau au sein de l'éprouvette, comme montré par (Baroghel-Bouny 1994).

2.1.3.1 - Aux hautes humidités relatives

En partant d'un état totalement saturé du matériau cimentaire, un séchage à une humidité relative élevée ne rompt pas la continuité de la phase liquide contenue dans les pores. Un écoulement capillaire est alors engendré. Il est régi par la loi de Darcy par une différence de pression, et tend à entraîner l'eau de l'intérieur vers l'extérieur de l'échantillon.

2.1.3.2 - Aux humidités relatives intermédiaires

A mesure que l'humidité relative décroît, la continuité de la phase liquide n'est plus assurée, seuls les pores de faible diamètre possèdent encore de l'eau à l'état condensé. L'eau est donc présente sous forme liquide et gazeuse au sein du réseau poreux, et est donc soumise à des processus d'évaporation-condensation qui assurent le transport diffusif de l'eau vers l'extérieur.

2.1.3.3 - Aux faibles humidités relatives

Aux humidités les plus faibles, seule l'eau adsorbée à la surface des pores et la vapeur d'eau est encore présente. Des diffusions surfacique et gazeuse sont alors à l'origine des transferts d'eau. Si l'HR est encore diminuée, la phase adsorbée disparaît et seule la diffusion gazeuse persiste.

Il est à noter que ces variations d'humidité relative conduisent à des variations dimensionnelles du matériau cimentaire, par équilibrage des efforts au sein du matériau. Elles seront abordées au chapitre 4.

2.1.4 - Techniques d'investigation de la porosimétrie des matériaux cimentaires

La caractérisation de la structure porale des matériaux cimentaires peut s'effectuer par différentes techniques expérimentales, complémentaires entre elles. En effet, une technique à elle seule n'est pas en mesure de fournir une indication précise de la répartition de la porosité sur toute la gamme de

diamètre de pores, allant de quelques angströms pour la porosité interne aux feuillets de CSH à plusieurs dizaines de microns pour les pores capillaires ainsi que les bulles d'air.

Certaines techniques nécessitent un préconditionnement des éprouvettes à tester, notamment un séchage, ce qui peut induire des modifications du matériau étudié (apparition de fissures) et aboutir à une modification de la porosité et de sa distribution. La porosimétrie mercure, mais aussi l'adsorption de gaz ou de vapeurs, ainsi que la microscopie électronique à balayage font partie de ces méthodes.

D'autres méthodes ne nécessitant pas de préconditionnement dommageable pour le matériau ont été mises au point, telles que la diffusion aux petits angles des rayons X ou des neutrons (techniques dites S.A.X.S. et S.A.N.S (Allen et Livingston 1998, Jennings et al. 2006) qui s'appuient sur la différence de densité électronique ou de noyaux entre la solution interstitielle et la phase solide du matériau. Elles permettent la détection de la porosité (y compris occluse) pour des tailles de pores allant de 0,5 à 30 nm. Cependant, ces techniques sont difficilement exploitables quantitativement au vu de la complexité du matériau (Baroghel-Bouny 1994).

Une autre technique est la désorption de vapeur d'eau qui a pour avantage de donner une indication de la distribution porale sur un matériau sain. Elle possède cependant quelques défauts comme la non détection de la porosité occluse (de la même manière que l'intrusion de mercure), ou encore la durée de l'expérience.

En accord avec les travaux de (Baroghel-Bouny 1994), la distribution poreuse déterminée à partir d'isothermes de sorption de vapeur d'eau, d'intrusion de mercure ou encore de thermoporométrie, peut être regroupée autour de modes poreux, caractéristiques de la microstructure du matériau durci. Un premier mode situé autour de 20 à 40 nm de diamètre serait lié à l'architecture des amas d'hydrates, et serait constitué des vides entre ces amas. Un deuxième mode poreux à 6 nm caractériserait quant à lui la porosité relative au gel d'hydrate, et principalement liée aux CSH externes (à faible densité). D'autres modes poreux (à 3 nm, puis à moins d'1 nm) sont également présents et correspondraient à la porosité interne aux amas d'hydrates et située entre les cristallites du gel de CSH, ainsi qu'entre les différents feuillets de CSH.

Une comparaison entre les techniques de mesure de porosimétrie par intrusion de mercure et d'analyse d'images obtenues à partir de microscopie optique est effectuée par (Diamond 2000). L'utilisation du métal de Wood, qui est un alliage eutectique de 50% de bismuth, 26,7% de plomb, 13,3 % d'étain et 10% de cadmium (Milne 2004) comme liquide d'intrusion présente des avantages car son angle de contact est proche de celui du mercure, et ce métal peut être solidifié par refroidissement pour observation ultérieure au microscope électronique. Cet angle de contact statique est l'angle que fait une goutte liquide sur une surface solide, et en équilibre avec une phase vapeur. Il dépend donc des tensions superficielles aux interfaces solide/liquide, solide/vapeur et vapeur/liquide selon la loi de

Young-Dupré. La Fig. 2. 4 présente la confrontation de distribution porale obtenue par intrusion mercure et analyse d'image du matériau imprégné du métal de Wood. De grandes variabilités dans les dimensions caractéristiques des pores sont notables et mettent en évidence l'incohérence entre les 2 techniques concernant les tailles des pores au sein d'un même matériau. Ceci tend à montrer qu'aborder la porosimétrie sous un aspect quantitatif n'est pas aisé.

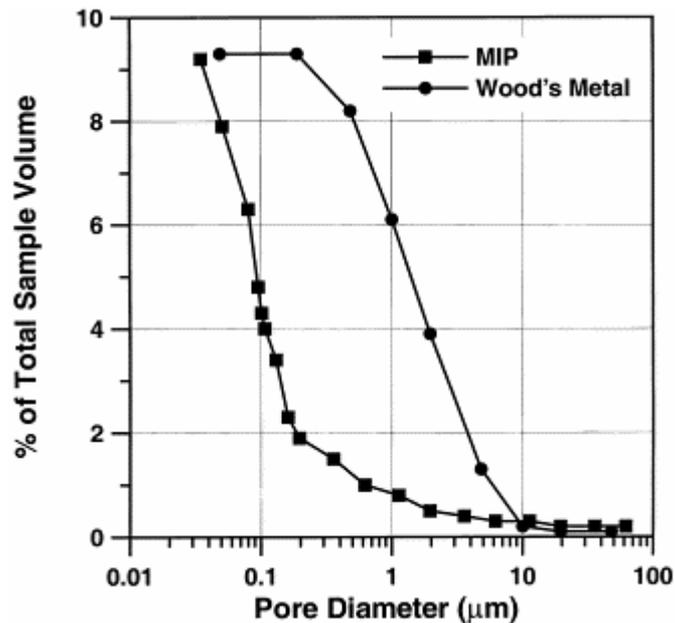


Fig. 2. 4 - Distribution des pores mesurée par analyse d'image d'un matériau rempli avec du métal de Wood et intrusion de mercure sur ce même matériau (Diamond 2000)

La caractérisation expérimentale de la structure hydrique de matériaux cimentaires proposée dans ce rapport recourt à deux techniques, l'une nécessitant un préconditionnement, l'autre autorisant une mesure de la porosité sur éprouvette saine. La porosimétrie mercure a été choisie du fait de sa très large utilisation, malgré ses limites évoquées dans le domaine de l'investigation des matériaux cimentaires, notamment à la quantification peu précise des diamètres des pores. Elle pourra néanmoins servir de base de comparaison entre nos matériaux. Pour la mesure sur éprouvettes non pré-traitées, la désorption de vapeur d'eau a été retenue, du fait que son champ de mesure recouvre en partie les diamètres de pores accessibles par intrusion de mercure, mais aussi par le fait qu'elle autorise la mesure des diamètres proches du nanomètre. Leur principe de mesure ainsi que les protocoles expérimentaux et les résultats sur nos matériaux sont détaillés dans les paragraphes suivants (cf. 2.2 – Caractérisation de la structure hydrique du matériau par isothermes de désorption de vapeur d'eau et 2.3 – Caractérisation de la structure hydrique par intrusion de mercure).

2.2 – Caractérisation de la structure hydrique du matériau par isothermes de désorption de vapeur d'eau

La première voie pour étudier la structure hydrique de matériaux cimentaires repose sur l'établissement d'isothermes de désorption de vapeur. L'objectif des expériences proposées est donc de mieux caractériser la structure de matériaux cimentaires, notamment vis-à-vis des transferts hydriques, en s'attachant aux effets des granulats et de la teneur en eau sur des éprouvettes représentatives. Les biais expérimentaux liés à la méthode de mesure seront limités (homogénéité de la teneur en eau au sein de l'éprouvette, limitation de la fissuration due à la méthode de préparation,...). Les cinétiques de séchage, ainsi qu'une distribution poreuse de ces matériaux seront ainsi présentées, et fourniront des informations utiles sur la morphologie du réseau poreux, primordiales dans une approche à long terme de la vie d'un ouvrage réalisé à base de matériaux cimentaires.

2.2.1 – Principes des isothermes de désorption de vapeur d'eau

Le principe général des isothermes de sorption repose sur l'adsorption d'un gaz sur un solide à température fixée. Cette adsorption peut être physique ou chimique, et provient de l'interaction entre les forces à la surface du solide et celles des molécules de gaz. L'adsorption se produit spontanément par minimisation de l'énergie superficielle du solide, qui traduit la moitié de l'enthalpie nécessaire pour cliver réversiblement une surface unité de solide, dans un plan parallèle à la surface considérée. Elle tient compte des différentes forces de cohésion régnant dans ce solide (ionique, polaire, dispersive,...). Ce processus est exothermique. Deux types d'adsorption sont considérés.

La première est la physisorption et repose sur les forces intermoléculaires d'attraction, constituées essentiellement des forces de Van der Waals. Ces forces sont liées à des interactions électriques entre atomes, par variations continues de la distribution des électrons. Elles vont amener à la condensation du gaz à la surface du solide. Les énergies mises en œuvre restent faibles et ne modifient pas la structure chimique des molécules ainsi adsorbées. Le processus est donc réversible (désorption) en fournissant une faible énergie au système (par exemple chauffage modéré). Cette adsorption peut se produire en couches multimoléculaires.

La seconde est l'adsorption chimique, qui implique une réaction entre l'adsorbant et l'adsorbat, par échange d'électrons. Les liaisons sont donc plus fortes et modifient la réactivité chimique de ces molécules adsorbées. La couche d'adsorbat est monomoléculaire, et la réversibilité de la réaction nécessite alors de fournir des énergies conséquentes.

Dans le cadre de notre étude, les phénomènes d'adsorption physique sont majoritaires, la chimisorption ne sera pas abordée. L'isotherme d'adsorption d'un point de vue thermodynamique,

dépend de la pression de gaz appliquée, de la température, et du couple gaz adsorbé/solide adsorbant. Nous utiliserons la vapeur d'eau comme gaz adsorbé, de par la facilité pour faire varier sa pression, ou plus exactement sa pression de vapeur relative en pilotant l'humidité relative (HR), i.e. sa pression ramenée à la pression de vapeur saturante à température donnée, qui est la pression où la vapeur d'eau est en équilibre avec sa phase liquide.

Les isothermes dépendent fortement de l'interaction solide/gaz et fournissent de nombreux renseignements sur le comportement hydrique du matériau, de par sa capacité à adsorber des molécules. Pour les matériaux cimentaires étudiés, l'eau comme nous l'avons évoqué peut être présente sous forme de condensat adsorbé sur la surface hydrophile de la pâte de ciment aux faibles HR, ou de condensat capillaire aux plus hautes HR, qui dépend de la distribution de la taille des pores. La désorption permet alors de caractériser les interactions entre la pâte de ciment et l'eau qu'elle soit sous forme liquide ou de vapeur, ce qui est l'objectif recherché par nos travaux. Des classifications ont été proposées tenant compte de la forme des isothermes. La Fig. 2. 5 présente une classification formulée par l'International Union of Pure and Applied Chemistry, où les isothermes sont classifiées en 6 types majeurs (I.U.P.A.C 1985). Le type I regroupe les solides microporeux (charbons actifs,...) où seule une adsorption monomoléculaire est possible. Plus le matériaux est saturé, plus le réseau poreux peut se remplir facilement, expliquant le palier aux hautes HR. Le type II correspond aux matériaux macroporeux, où l'adsorption mono puis multicouches est non restreinte. Le type III représente des matériaux peu adsorbants. Les différents paliers du type VI traduisent l'adsorption d'une nouvelle couche à la surface du matériau.

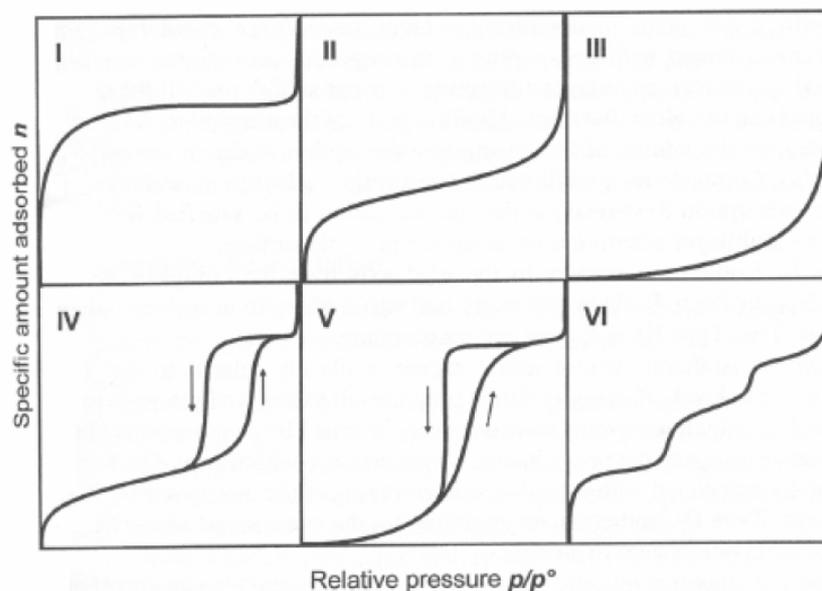


Fig. 2. 5 - Classification des isothermes selon leur type (I.U.P.A.C 1985).

Les matériaux cimentaires appartiennent généralement au type IV (le type V en est un dérivé assez rarement rencontré), qui correspond aux solides dont la porosité varie de quelques nanomètres (nm) au micromètre (μm) de diamètre. Elle se caractérise par une hystérésis entre les courbes de désorption et d'adsorption, due à la complexité du réseau poreux et ses interconnexions tridimensionnelles, et à la présence d'une condensation capillaire dans les pores. Il pourra être relevé qu'aux faibles HR, l'allure de cette isotherme est équivalente à celle du type II et est liée à l'adsorption mono puis multicouches. Au vu de la durée nécessaire à la réalisation des expériences, les résultats présentés dans le cadre de cette thèse seront limités à la première désorption du matériau. La suite de ce chapitre résume la campagne expérimentale menée sur la caractérisation hydrique de matériaux cimentaires, à une échelle micro et mésoscopique.

2.2.2 – Protocole expérimental de désorption

Le protocole expérimental établi pour la réalisation des isothermes de désorption sur matériaux cimentaires est détaillé par la suite, et explique la démarche qui a conduit à son établissement.

2.2.2.1 – Matériaux testés

Les courbes de désorption sont réalisées sur deux types de matériaux cimentaires, et pour deux valeurs du rapport Eau/Ciment (E/C), à savoir :

- Pâte de ciment rapport E/C =0,5, dénommée C05
- Pâte de ciment rapport E/C =0,8, dénommée C08
- Mortier rapport E/C =0,5, dénommée M05
- Mortier rapport E/C =0,8, dénommée M08

Le ciment utilisé est un ciment Portland usuel CEM II/B 32,5 R.

Le sable utilisé pour les mortiers est un sable normalisé de Leucate (France) conformément à la norme EN 196-1. Ce choix permet de fabriquer le mortier M05 selon cette même norme et peut servir de base de comparaison avec d'autres travaux effectués sur ce même matériau dans divers laboratoires. Par ailleurs, la granulométrie du sable est très peu variable, minimisant les variabilités induites lors de la réalisation de mortiers pour différentes gâchées. Le diamètre du plus gros grains de ce sable est de 2mm. Les proportions massiques des différents constituants sont données dans le Tableau 2. 1.

Tableau 2. 1 - Proportions massiques des constituants des matériaux

Matériau	Rapport Sable/Ciment	Rapport Eau/Ciment
C05	-	0,5
C08	-	0,8
M05	3	0,5
M08	3	0,8

L'étude à 2 rapports E/C différents, au-delà du seuil de 0,42 assurant une hydratation possible de tout le ciment entrant dans la composition, s'explique par la volonté de déterminer dans quelle proportion ce rapport influence la distribution de porosité au sein de ces matériaux. Ainsi, le supplément d'eau apporté dans les matériaux à E/C 0,8 par rapport à ceux à E/C 0,5 est supposé principalement augmenter la distance entre deux grains de ciment anhydre lors de la gâchée, et donc augmenter le diamètre des macropores (§2.1.2.1), sans radicalement changer la nature des CSH créés, les pâtes restant à saturation et le rapport C/S (proportion massique de ciment anhydre par rapport au sable introduit dans le mélange) de la solution interstitielle restant équivalent aux deux E/C testés (§2.1.1.3).

Par ailleurs, l'effet de l'introduction d'agrégats au sein d'une pâte de ciment est observable par comparaison, à un E/C donné, entre le mortier et la pâte de ciment. L'existence d'une auréole de transition à l'interface pâte/granulat pourrait alors être confirmée ou infirmée. En effet, cette auréole est supposée être mécaniquement moins résistante et induire une porosité supplémentaire (Ollivier et al. 1995), éventuellement détectable par cette technique de désorption de vapeur d'eau.

2.2.2.2 - Contraintes sur la confection des éprouvettes

2.2.2.2.1 - Dimensions de l'éprouvette

L'obtention d'un état d'équilibre hydrique à chacun des paliers d'humidité relative choisis, au vu de la faible perméabilité et diffusivité des matériaux cimentaires, est relativement long et impose la réalisation d'éprouvettes dont les dimensions sont les plus petites possibles. Cependant, afin d'assurer la réalisation d'une éprouvette représentative du matériau, des dimensions minimales sont nécessaires : une dimension minimale de 3 à 5 fois le diamètre du plus gros granulat est couramment admise comme suffisante. D'autre part, les déformations des éprouvettes seront également mesurées au cours de la désorption (§4.3) au moyen d'un déformètre, imposant dès lors une longueur minimale permettant une bonne précision de ces mesures. Il a donc été décidé de réaliser des éprouvettes prismatiques de dimensions 20*20*160 mm, qui répondent à ces contraintes, dans un coffrage en contreplaqué bakélinisé. Deux plots sont inclus aux extrémités de l'éprouvette pour la mesure des déformations linéiques.

2.2.2.2.2 - Réalisation des éprouvettes

Les éprouvettes sont réalisées en une gâchée pour chacun des matériaux à température ambiante ($19 \pm 1^\circ\text{C}$), à la même date. Les moules utilisés sont des moules $20*20*160$ mm réalisés en contreplaqué bakélinisé, préalablement saturé pour éviter l'absorption de l'eau de gâchage par ce dernier. 3 éprouvettes de chacun des 4 matériaux sont réalisées (Fig. 2. 6). Une fois coulées, les éprouvettes sont protégées d'une dessiccation prématurée par une bâche plastique et laissées à température ambiante pendant une journée, avant démoulage.

Il est à noter que dans le même temps, des blocs de ces matériaux (issus de la même gâchée) sont également réalisés (dimensions $100*100*100$ mm) afin de pouvoir y carotter par la suite des éprouvettes pour d'autres essais (étude poromécanique §4.2.2, mesure de porosité par étuvage, porosimétrie mercure §2.3).

Lors de la réalisation des éprouvettes à E/C 0,8, la très grande proportion d'eau par rapport au ciment entraîne l'apparition en surface des éprouvettes d'une petite quantité d'eau de ressuage. Le rapport E/C réel est donc légèrement moindre que 0,8 (celui visé). Il peut être estimé en comparant les dimensions réelles des éprouvettes C08 ou M08 par rapport à C05 ou M05, qui ne présentent pas d'eau de ressuage. Ces dimensions sont relevées au pied à coulisse. Le volume de l'éprouvette C08, mesuré au pied à coulisse) est en moyenne de 9% inférieur à celle de l'éprouvette C05. Cela équivaut alors à un E/C réel d'environ 0,7 pour les éprouvettes C08. Pour les mortiers M08, le E/C réel est d'environ 0,74.



Fig. 2. 6 - Photos des éprouvettes $20*20*160$ mm des pâtes de ciments C05 et C08

2.2.2.2.3 - Maturation des éprouvettes

Les réactions d'hydratation dans les matériaux cimentaires sont lentes et se poursuivent pendant plusieurs mois. Or, une évolution de l'hydratation du matériau engendre des modifications de sa microstructure (plus d'hydrates créés, moins de porosité,...). L'isotherme de désorption obtenue ne serait alors plus représentative du matériau à un état donné. Pour limiter ce problème, les éprouvettes

une fois démoulées sont conservées dans une piscine thermostatée à 20 +/- 1 °C saturée en chaux, afin de limiter les dissolutions de Portlandite et une décalcification de CSH qui aurait lieu dans de l'eau pure, pendant au moins 4 mois. Le poids des éprouvettes est relevé régulièrement durant cette maturation. La méthode de pesée est la suivante : l'éprouvette est extraite de la piscine thermostatée, est séchée sur sa surface au moyen d'un papier absorbant. Cette précaution permet d'obtenir un état de surface comparable entre les éprouvettes et évite la prise en compte dans la pesée du poids de l'eau en surface de l'éprouvette qui n'est pas représentative du matériau. La pesée s'effectue au moyen d'une balance de précision 0,1g, puis l'éprouvette est replacée en piscine. La Fig. 2. 7 présente le gain en poids de ces éprouvettes (moyenne de 3 éprouvettes pour chaque matériau) durant cette maturation, le poids de référence étant celui mesuré le jour du démoulage. A titre indicatif, le poids moyen des éprouvettes le jour du démoulage est donné dans le Tableau 2. 2.

Tableau 2. 2 - Poids saturé des différents matériaux

	Poids saturé (g)
C05	121,5
C08	101,4
M05	148,9
M08	144,3

Au bout de 130 jours, le poids est globalement stable pour l'ensemble des éprouvettes, indiquant que le processus d'hydratation est suffisamment lent pour être considéré comme négligeable. Ce point constitue l'état de référence saturé pour nos éprouvettes (HR=100%).

Dans la suite du protocole, seules 2 éprouvettes de chaque matériau seront utilisées pour la réalisation de l'isotherme de désorption (ainsi que le suivi des déformations dues au séchage, et qui seront présentées dans le chapitre 4). Il sera vérifié par la suite que les résultats obtenus lors de l'établissement d'une isotherme de désorption sont très peu dispersifs. Les résultats seront par ailleurs confrontés à une autre gâchée de ces mêmes matériaux (§4.6).

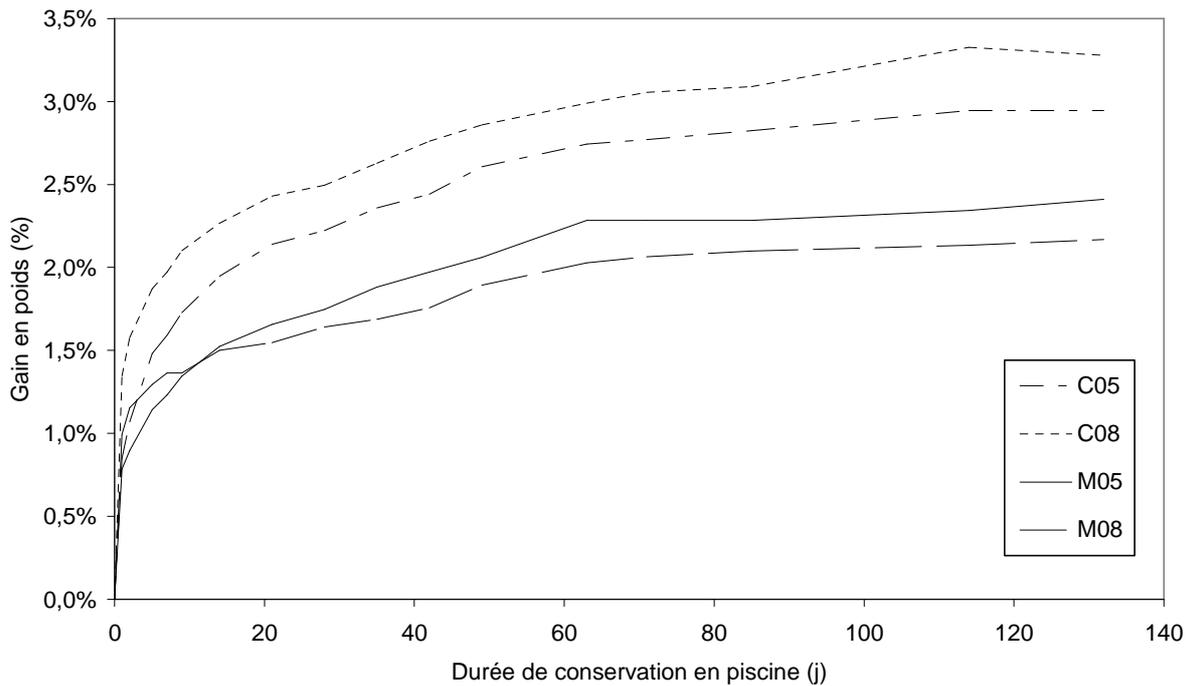


Fig. 2. 7 - Evolution du poids en fonction de la durée de maturation en piscine thermostatée (moyenne de 3 éprouvettes pour chacun des matériaux)

2.2.2.2.4 - Effets de la carbonatation

La durée prévisionnelle de l'essai, de plus d'un an, nécessite en outre de prendre en considération les effets dus à la carbonatation. Ce phénomène est dû à la présence de dioxyde de carbone dans l'air ou dissout dans la solution interstitielle du matériau, qui réagit avec l'hydroxyde de calcium et les CSH pour former en particulier du carbonate de calcium (Pihlajavaara 1968, Slegers et Rouxhet 1976). Ce processus tend à augmenter la masse de l'échantillon, à diminuer le volume poreux, ainsi que la diffusivité et la perméabilité des matériaux. La carbonatation est aussi intimement liée à l'humidité relative imposée et sa cinétique apparaît plus élevée entre 40 et 80% (Saetta et al., 1995) La détermination de l'isotherme de désorption pourrait alors être perturbée.

Toutefois, ce processus demeure très lent, bien que les matériaux à fort E/C soient ceux où la cinétique de carbonatation est la plus rapide. La Fig. 2. 8 (Villain et al. 2007) présente les concentrations molaires en dioxyde de carbone mesurées par thermogravimétrie couplée à une analyse chimique (TGA-CA) et gammadensimétrie (Gamma) dans 3 bétons de E/C différents, soumis à une carbonatation accélérée. La gammadensimétrie consiste à soumettre l'éprouvette de matériau à une source radioactive de césium 137. Suivant la loi de Lambert, la mesure du nombre de photons incidents dans l'air et du nombre de photons traversants le matériau, connaissant les dimensions de

l'épaisseur du matériau et son coefficient massique d'absorption, permet de déterminer la densité du matériau. La thermogravimétrie quant à elle consiste à soumettre un broyat du matériau étudié à une élévation de température régulière. Le suivi du poids de ce broyat en fonction de la température permet de mettre en évidence les quantités des différents constituants du matériau cimentaire (hydrates carbonatés, portlandite), la valeur de la température aboutissant à leur décomposition étant différente. Elle est couplée à une analyse chimique qui permet de précisément déterminer la teneur en ciment et en sable du béton étudié, et d'éliminer les effets parasites lors de la thermogravimétrie engendrés par la présence de calcite au sein des granulats calcaires. Ces résultats sont issus des recherches de (Villain et al., 2007). Le béton B25 possède un rapport E/C de 0,84, le B40 de 0,62 et le B50 de 0,48. Le front de carbonatation peut être détecté par la diminution brutale de la concentration en dioxyde de carbone ou encore par la détection d'une différence de pH entre la zone saine et carbonatée au moyen d'un indicateur coloré (phénolphtaléine). Elle met clairement en évidence le rôle de ce rapport E/C sur la cinétique de la réaction, avec une profondeur de l'ordre de 3 cm pour un matériau à fort E/C, alors qu'elle est réduite à environ 1 cm pour le B50 après une carbonatation accélérée de 14 jours.

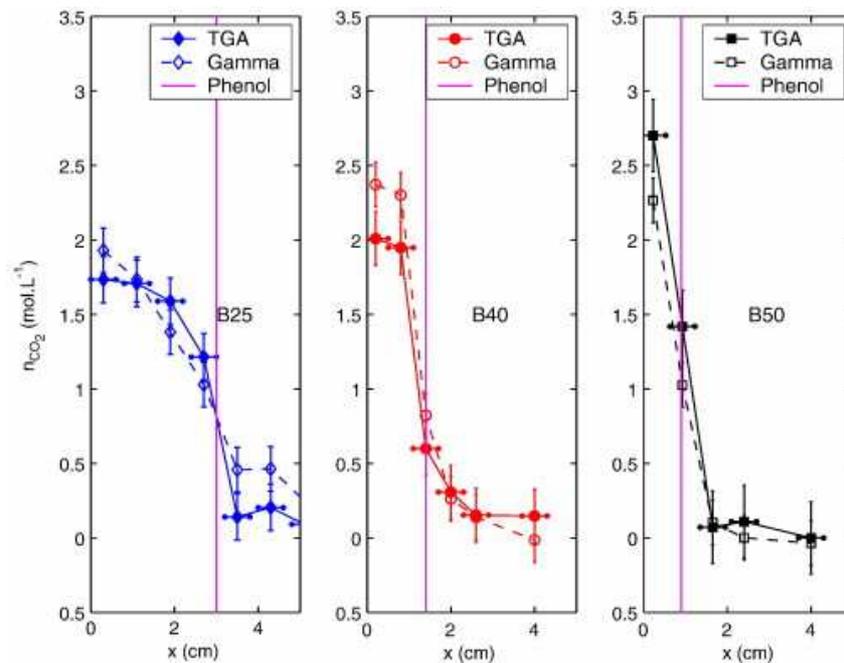


Fig. 2. 8 - Evolution de la profondeur de carbonatation sur 3 bétons à E/C différents (Villain et al., 2007)

Dans le cadre d'une carbonatation « naturelle », i.e. à des concentrations de dioxyde de carbone habituelles et à température ambiante, les profondeurs carbonatées sont bien moindres. (Duval, 1992) évoque des profondeurs de l'ordre de 1 mm pour un béton à E/C de 0,45, et de 4 mm pour un E/C de 0,8 au bout d'un an. Avec le protocole de désorption retenu (durée d'environ 1 an et demi de séchage à

divers paliers d'HR), une profondeur de carbonatation de l'ordre du millimètre est probable pour nos matériaux à E/C de 0,5. Au vu des dimensions de l'éprouvette (au minimum 10mm entre le cœur de l'éprouvette et la surface), l'effet est supposé négligeable. Il pourrait se révéler en revanche plus conséquent pour nos matériaux à E/C de 0,8. Une analyse de cette hypothèse sera détaillée dans la suite, par la comparaison de la valeur de la porosité mesurée à la fin de l'obtention de l'isotherme de désorption (au bout de plus d'un an de séchage lent) et de celle mesurée sur une éprouvette séchée rapidement. Une étude de la profondeur de carbonatation sera également menée au chapitre 4 sur les éprouvettes testées en traction par fendage à différents états de saturation.

2.2.2.3 – Température et paliers d'humidité retenus

La mise en désaturation par paliers d'humidité relative (HR) des éprouvettes à l'issue de la cure en piscine nécessite de définir les valeurs d'HR auxquelles elles seront soumises ainsi que la température à laquelle l'isotherme de désorption souhaite être réalisée.



Fig. 2. 9 - Photo de l'enceinte climatique Binder © utilisée

La température est fixée à 20°C, l'ensemble des expériences conduites dans ce travail cherchant à établir des propriétés pour des matériaux cimentaires dans des conditions ordinaires, n'ayant pas subi de variation de température. Ainsi, du jour du coulage à la réalisation du test, la température reste constante à 20°C, limitant fortement les variations dues à la température. En outre, cette température

est facilement atteignable avec des moyens peu sophistiqués et peu coûteux (climatisation, résistance chauffante, radiateur) car très peu différente de celle existante dans le laboratoire.

Concernant les paliers d'humidité relative, la méthode généralement utilisée recourt aux solutions salines saturées (Baroghel-Bouny 2007, Anstice et al. 2005, Linnow et Steiger 2004). Elle consiste à placer les éprouvettes dans un récipient hermétique au dessus d'une solution saturée en sel. Cette solution impose par équilibre avec la pression de vapeur partielle d'eau une humidité dépendante du sel considéré. Une dizaine d'humidités différentes peuvent ainsi être obtenue à 20°C, dans une gamme allant de 3% d'HR (sel utilisé : gel de silice) à 100% (eau pure). Cette méthode a montré sa stabilité dans le temps. Cependant, elle nécessite un appareillage volumineux (dessiccateurs), et au vu des autres expériences décrites dans le chapitre 4 qui font également appel à cette désorption par paliers, et du nombre d'éprouvettes testées, une autre technique a été retenue.

La température et l'humidité relative sont alors contrôlées au moyen d'une enceinte climatique Binder® (Fig. 2. 9). Ce type de matériel permet d'imposer des humidités relatives sur une très large gamme. A 20°C, il est ainsi possible de fixer des HR dans une gamme de 95 à 25 % de manière stable (à plus ou moins 1% d'HR près). Le choix des paliers a été réalisé en tenant compte que :

- le temps alloué pour la désorption ne doit pas excéder 2 ans
- l'équilibre doit être atteint pour chaque palier, et peut nécessiter plusieurs mois
- les pores capillaires sont très sensibles à la moindre désaturation, nécessitant des paliers plutôt resserrés dans les hautes HR
- l'isotherme de désorption doit être réalisée avec un nombre de points suffisants pour être précise

De ces contraintes ont été choisis les 6 paliers suivants : 95%, 90%, 80%, 65%, 50%, 30%. Par ailleurs, un 7^{ème} palier à 12% d'HR complétant l'isotherme de désorption dans les basses humidités relatives, et donc dans le porosité fine, sera réalisé au moyen d'une solution saline saturée de chlorure de lithium, cette valeur ne pouvant être atteinte par l'enceinte climatique utilisée.

Le poids des éprouvettes est relevé régulièrement au moyen d'une balance de précision 0,1g, en rapprochant les mesures lors d'un changement de palier d'humidité, et en les espaçant ensuite lors de l'attente de la mise à l'équilibre de ce poids. Une stabilisation du poids traduit l'équilibre hydrique au sein de l'éprouvette. Le critère de stabilisation a été fixé de telle manière que sur une période de 7 jours, la variation en poids soit inférieure à 0,1 % pour toutes les éprouvettes. La validité de ce critère sera discutée au §2.2.3.

2.2.2.4 – Achèvement de l'état sec

Un état de référence sec (saturation nulle) pour les matériaux se doit d'être défini. Une possibilité serait de soumettre l'éprouvette à une HR très faible (3% pouvant être obtenu par un gel de silice). Toutefois, le temps imparti pour la réalisation de ces essais nous a conduit à préférer un séchage accéléré en étuve. En outre, un tel séchage, également utilisé pour le conditionnement des éprouvettes pour la porosimétrie mercure ou lors de la mesure de porosité par séchage rapide, servira de point de référence comparable d'un état sec, simple et rapide à mettre en oeuvre. La littérature indique qu'un séchage à 105°C peut être retenu, mais il pourrait légèrement modifier la structure du matériau cimentaire. Le séchage en étuve pour l'obtention d'un état sec de référence sera donc réalisé à une température légèrement moindre, de 90°C, jusqu'à l'équilibre du poids. A cette température, l'humidité relative mesurable est très faible, proche de 0%. Pour la réalisation des isothermes de désorption, le point sera pris arbitrairement à 3%, n'ayant pu être précisément mesuré.

2.2.3 – Résultats expérimentaux de désorption de vapeur d'eau

La durée effective de la réalisation de l'essai de désorption a été de 130 jours pour la maturation des matériaux, plus 500 jours de séchage aux différents paliers d'humidité relative imposés. Les cinétiques de séchage et les isothermes de désorption de vapeur d'eau sont présentées et analysées dans ce paragraphe.

2.2.3.1 – Cinétiques de séchage

La Fig. 2. 10 présente la perte en poids des pâtes de ciment C05 et C08 en fonction du temps de désaturation en enceinte climatique. La perte en poids est définie comme la variation de poids rapportée au poids de référence à l'état saturé. Chaque point représente la mesure d'une éprouvette (notées C05-i et C08-i où i est le n° d'éprouvette), la courbe représentant la moyenne de deux éprouvettes (notées « moy C05 » et « moy C08 »). En partie inférieure des courbes sont indiquées les valeurs de l'humidité relative imposée dans l'enceinte. De manière similaire à la Fig. 2. 10, la Fig. 2. 11 présente la perte en poids en fonction du temps de désaturation pour les mortiers.

La première remarque porte sur la représentativité des mesures sur les 2 éprouvettes de chaque matériau testé. La dispersion des valeurs de pertes en poids demeure très faible pour les matériaux C05, M05 et M08, les points représentant chacune des valeurs sur une éprouvette étant pratiquement confondus pour un même matériau (la variation moyenne des mesures sur l'ensemble de la désaturation est inférieure à 1% par rapport à la moyenne des 2 mesures), et ce sur l'ensemble de la durée de la désaturation et aux divers paliers appliqués. Les éprouvettes C08 exhibent une dispersion sensiblement plus grande des valeurs (variation moyenne de l'ordre de 2%), mais qui reste cependant

très limitée. Elle pourrait s'expliquer par une plus grande variabilité intrinsèque du matériau dû au E/C plus important, notamment induite par la quantité d'eau de ressuage qui pourrait différer. Les 2 éprouvettes utilisées apparaissent donc représentatives pour caractériser la structure hydrique des matériaux.

En outre, cette très faible dispersion observée valide le protocole expérimental d'obtention des isothermes : les conditions de maturation, de pesée et de désaturation aux différents paliers d'HR (notamment l'homogénéité de l'humidité relative au sein de l'enceinte climatique) ne semblent pas induire de différences notables entre deux éprouvettes d'un même matériau. Les biais expérimentaux sont donc négligeables.

Concernant les cinétiques de séchage à proprement parler, l'établissement de l'équilibre hydrique s'avère plus lent pour les matériaux à E/C 0,5 que pour les 0,8. Cela est d'autant plus visible sur la Fig. 2. 10 au niveau des paliers à 65, 50 et 30% d'HR, pour la pâte de ciment C05. A 30% d'HR, les éprouvettes C08 atteignent une valeur stable au bout de 50 jours après le début du palier, alors que les C05 évoluent encore sensiblement (mais inférieurement au critère de stabilité de 0,1% de variation de poids en 7 jours) après plus de 90 jours. Un phénomène similaire est observable sur la figure 2.5 entre les mortiers M05 et M08. Cette observation confirme les résultats attendus, à savoir que des matériaux à plus fort E/C ont des capacités de transferts hydriques (diffusivité, perméabilité) plus élevées, ce qui amènerait dès lors à une durabilité moindre.

Les durées pour l'obtention d'une stabilité sont difficilement comparables, étant donné que les paliers ne sont pas espacés également (de 5 à 20 % d'écart entre deux paliers successifs). Cependant, aux hautes HR, les durées de mise à l'équilibre demeurent relativement courtes, pour l'ensemble des matériaux. Ainsi, 25 jours sont nécessaires pour la mise à l'équilibre au palier de 95% HR. Le deuxième palier (90%) est d'une durée similaire.

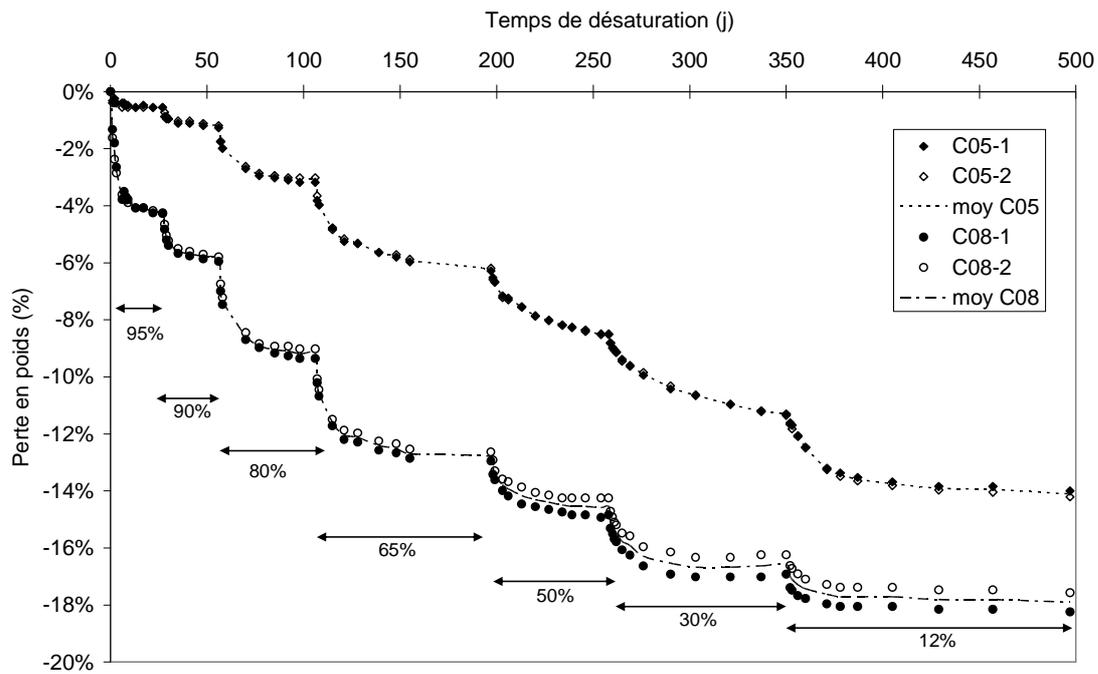


Fig. 2. 10 - Evolution de la perte en poids en fonction du temps de désaturation pour les pâtes de ciment. Les paliers d'HR imposés correspondants sont indiqués.

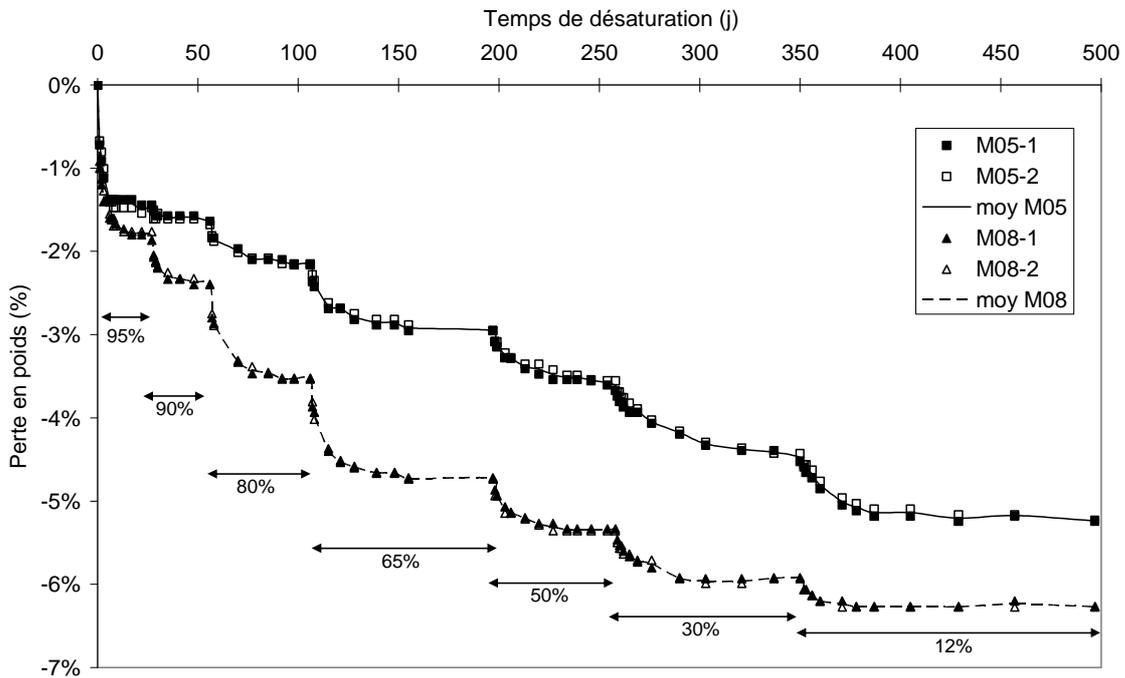


Fig. 2. 11 - Evolution de la perte en poids en fonction du temps de désaturation pour les mortiers. Les paliers d'HR imposés correspondants sont indiqués.

2.2.3.2 – Isothermes de désorption

Les isothermes de désorption de vapeur d'eau représentent l'évolution de la teneur en eau du matériau en fonction de l'humidité relative, lorsqu'il est dans un état d'équilibre hydrique. La teneur en eau w_l^{HR} à une humidité HR donnée est définie par l'équation 2.1 :

$$w_l^{HR} = \frac{m^{HR} - m^{sec}}{m^{sec}} \quad (2.1)$$

où m^{HR} est la masse de l'éprouvette stabilisée lorsqu'elle est soumise au palier d'humidité relative HR et m^{sec} est la masse de l'éprouvette dans son état sec de référence (séchage en étuve à 90°C jusqu'à poids constant).

Les Fig. 2. 12 et Fig. 2. 13 présentent respectivement les isothermes de désorption de vapeur d'eau pour les pâtes de ciment et les mortiers. Comme dans les figures précédentes, chaque point est la valeur pour une éprouvette, la courbe étant une moyenne de deux éprouvettes.

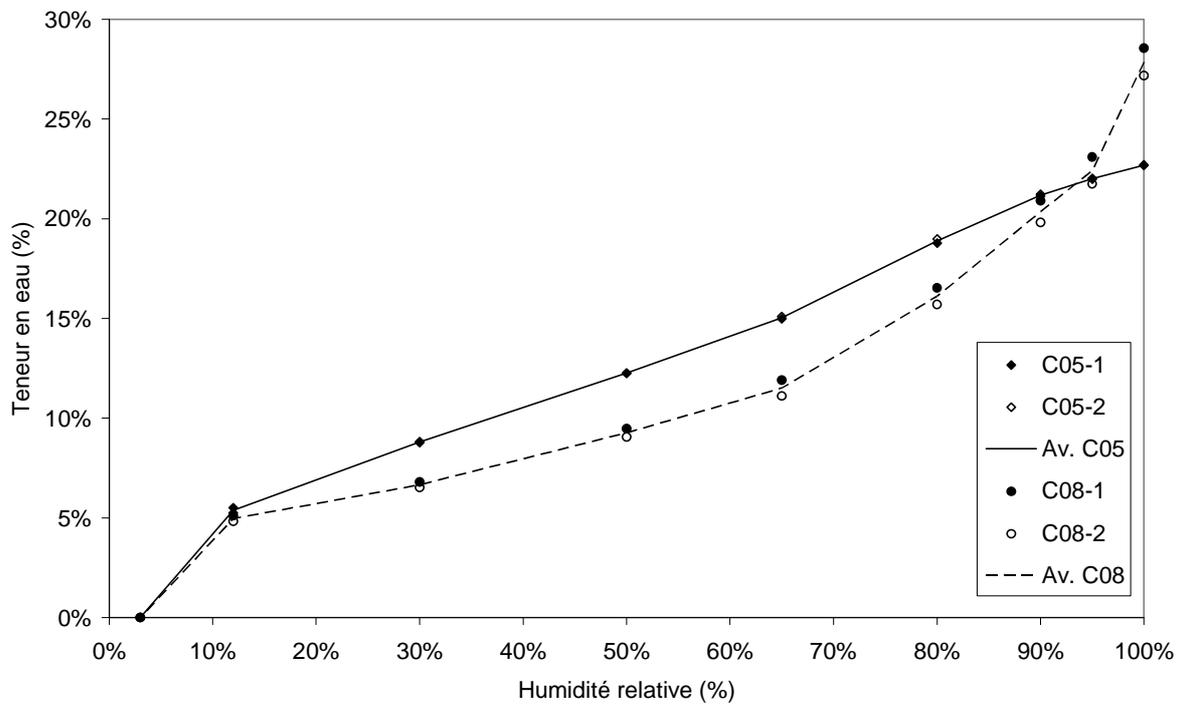


Fig. 2. 12 - Isothermes de désorption de vapeur d'eau des pâtes de ciment

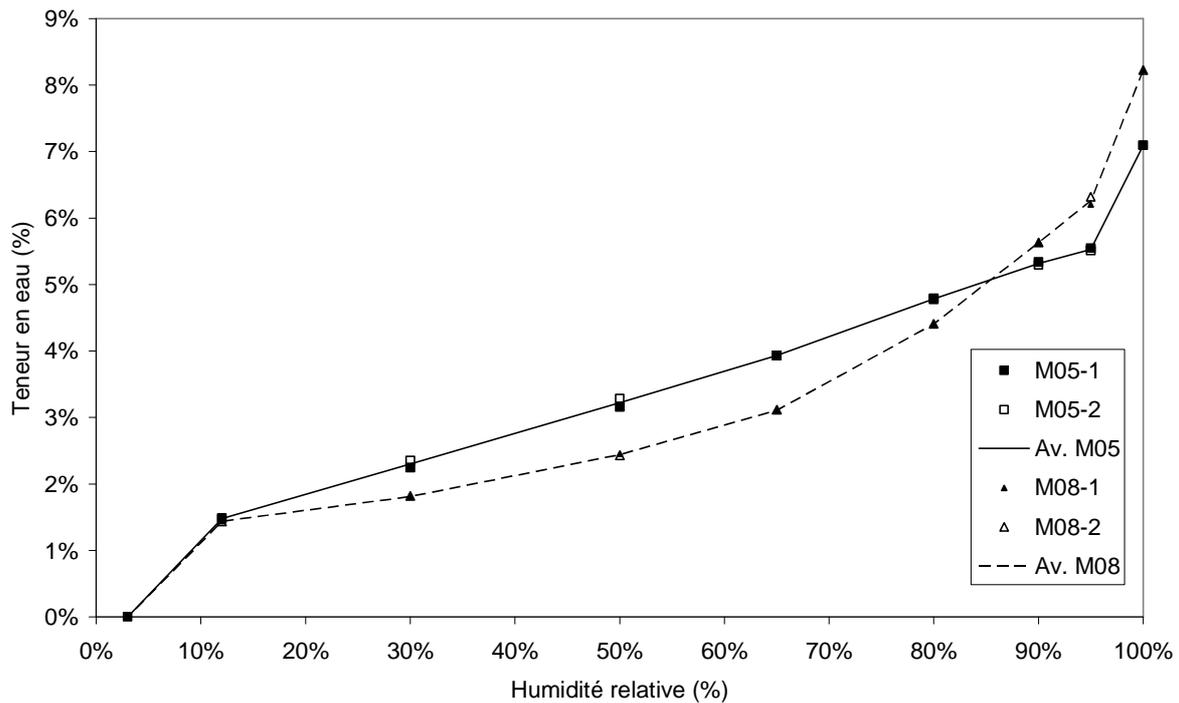


Fig. 2.13 - Isothermes de désorption de vapeur d'eau des mortiers

La première constatation est que, à E/C donné, les mortiers et les pâtes de ciment ont une forme d'isotherme semblable qualitativement. Ce résultat tend à prouver que, dans nos matériaux, la présence ou non de granulats ne modifie pas notablement le comportement hydrique et l'« hygrostructure ». Ce résultat peut être expliqué par le fait que les granulats utilisés sont siliceux et très peu poreux, donc très peu sensibles aux variations d'HR. Toutefois, la présence de granulats au sein de matériaux cimentaires, selon certains auteurs, induit l'apparition d'une auréole de transition à l'interface entre la matrice cimentaire et les grains des granulats. Cette auréole est plus poreuse que la matrice cimentaire « loin » des granulats. Une modification de la forme de l'isotherme de désorption pourrait donc être attendue. Une étude plus approfondie de la distribution poreuse sera menée au § 2.2.4, dans le but de déterminer quantitativement si cette auréole de transition peut être détectée par la méthode de désorption de vapeur.

Une deuxième remarque peut être émise sur l'effet de l'augmentation du rapport E/C sur la forme des isothermes de désorption. Pour les mortiers ou les pâtes de ciment, cette augmentation conduit à une diminution plus rapide de la teneur en eau aux hautes HR. Une inversion de cette tendance se produit entre 65 et 50% d'HR.

Par ailleurs, tous les matériaux, hormis la pâte de ciment C05, exhibent une très forte diminution de leur teneur en eau lors de la désaturation entre 100 et 95% d'HR. Cela montre l'importance des

conditions de cure durant la maturation des matériaux. Elle peut être profondément modifiée si le matériau est conservé dans un environnement à 95% d'HR, plutôt qu'à 100%. De même, la conservation au dessus d'une solution d'eau pure, qui peut être légèrement différente de 100%, aboutirait à des désaturations partielles assez conséquentes. Concernant les éprouvettes C05, la faible diminution de teneur en eau dans ce premier palier de désaturation se révèle complexe à analyser. En effet, les mortiers M05, dont la matrice cimentaire a une structure hydrique proche de celle-ci, ne permettent pas d'aboutir à la même constatation. Une connectivité moindre du réseau poreux des C05, due à une absence de granulats et donc d'auréole de transition qui pourrait aider à accroître cette connectivité, pourrait expliquer en partie ce phénomène.

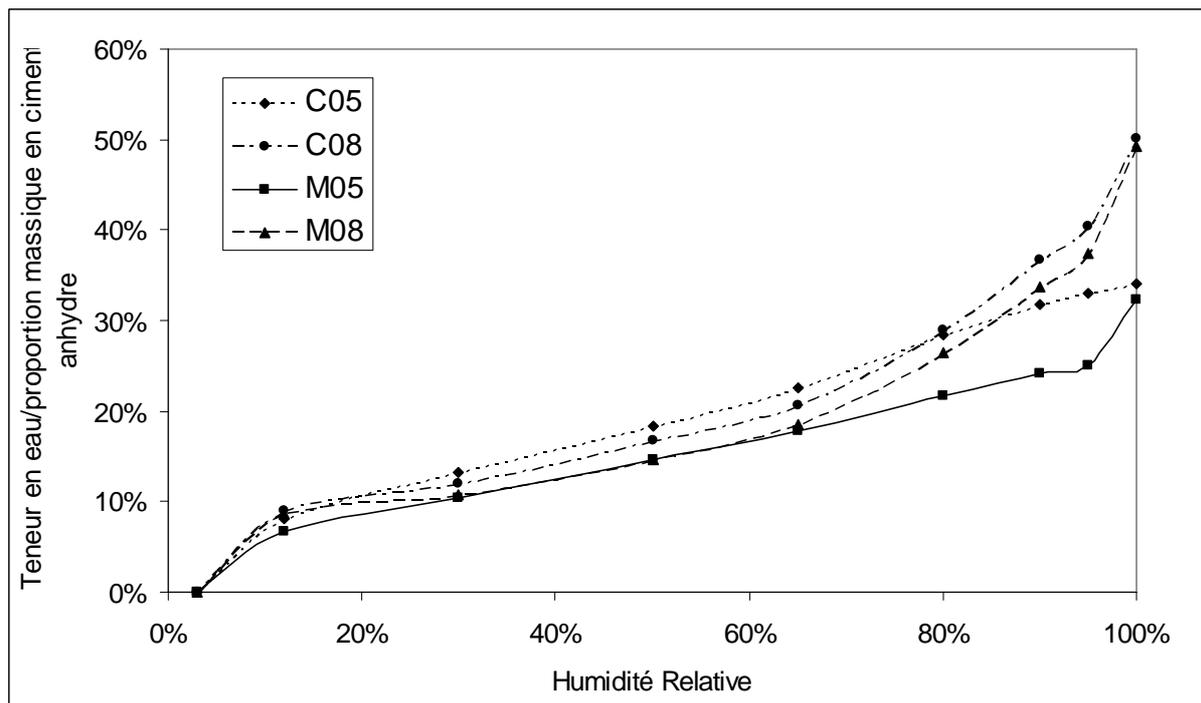


Fig. 2. 14 - Variations de la teneur en eau rapportée à la proportion massique de ciment anhydre dans la composition du matériau en fonction de l'humidité relative pour l'ensemble des matériaux testés

La courbe de teneur en eau ne permet pas une comparaison aisée de nos matériaux, au vu des différences dans leur composition. Etant donné que seule la matrice cimentaire des matériaux testés est supposée avoir un effet sur l'isotherme de désorption, il s'avèrerait utile de ramener les teneurs en eau à une valeur caractéristique du matériau dépendant de sa matrice cimentaire et des hydrates qui la compose. Une idée suggérée par (Baroghel-Bouny 1994) est de ramener les teneurs en eau à l'unité de masse de pâte de ciment durcie sèche contenue dans le matériau. Nos matériaux étant supposés tous suffisamment matures et hydratés après la cure de 4 mois en piscine thermostatée, la proportion massique de ciment contenue dans la composition peut être choisie, car la quantité d'hydrate formée,

si tout le ciment est hydraté, dépend de cette proportion de ciment. La Fig. 2. 14 propose donc les variations de teneur en eau ramenée à la proportion de ciment dans la composition du matériau en fonction de l'humidité relative. Les proportions de ciment calculées pour chacun des matériaux sont les suivantes : 0,67 pour les C05, 0,56 pour les C08, 0,22 pour les M05 et 0,17 pour les M08

Il est remarquable qu'à une HR inférieure à 12%, pour les 2 rapports E/C testés et pour les mortiers et pâtes de ciment, la teneur en eau rapporté au ciment anhydre soit très similaire. En revanche, à des HR plus élevées, les teneurs en eau relatives au ciment anhydre sont dissemblables, même si en deçà de 50% d'HR, toutes les courbes tendent à converger. Aux faibles humidités, comme observé par (Baroghel-Bouny 2007), la teneur en eau se révèle assez indépendante du rapport E/C.

2.2.4 – Etude de la distribution de porosité

Les isothermes présentées au paragraphe précédent sont de première importance pour la connaissance du comportement vis-à-vis de la rétention d'eau des matériaux cimentaires, ainsi que dans la base de données qu'elles constituent pour la modélisation des phénomènes de couplages hydro-mécaniques. Une autre utilité de ces isothermes est que, moyennant certaines hypothèses explicitées par la suite, une distribution de la porosité au sein des matériaux peut en être déduite. Les apports de cette répartition sont la connaissance des modes poreux, ainsi que la structuration des hydrates et de la porosité qu'ils induisent au sein des matériaux cimentaires.

2.2.4.1 – Hypothèses retenues

L'établissement d'une courbe de distribution de porosité à partir des isothermes de désorption nécessite de prendre en compte certaines hypothèses simplificatrices.

Le réseau poreux de ces matériaux est supposé être un réseau de pores capillaires cylindriques tous également accessibles. La loi de Kelvin-Laplace est alors valable pour l'eau contenue dans ces pores, et permet de calculer le diamètre d du plus petit pore désaturé à une humidité relative HR, donné par (Eq. 2.2) :

$$d = -\frac{4\gamma.M}{R.T.\rho.\ln(RH)} \quad (2.2)$$

avec γ la tension superficielle de l'eau, M la masse molaire de l'eau, R la constante des gaz parfaits, T la température, ρ la masse volumique de l'eau.

Par ailleurs, l'épaisseur des couches d'eau adsorbées sur les surfaces solides, variant en fonction de l'humidité relative imposée, comme cela est documenté dans la méthode B.J.H. (Barrett et al. 1951), n'est pas prise en compte ici, incluant un biais dans la répartition obtenue. Cela engendre une sous-

estimation du diamètre des pores, car la perte en poids mesurée entre deux paliers d'humidité successifs correspond pour une part à l'eau capillaire vidée et à la diminution de l'épaisseur du film d'eau adsorbé dans les pores déjà vidés de cette eau capillaire. A titre indicatif, selon (Badmann et al. 1981), l'épaisseur statistique du film adsorbé est de 2 nm à 95% d'HR, 0,8 nm à 50% et 0,4 nm à 10%. Cependant, l'hypothèse que les pores sont cylindriques est forte et ajouter un phénomène physique complexe supplémentaire ne paraît pas opportun.

L'égalité d'accessibilité d'une famille de pore de diamètre d prise comme hypothèse se doit aussi d'être commentée. Elle implique qu'à une humidité donnée, l'ensemble des pores de diamètre supérieur à d calculé par l'équation 2.2 sont effectivement vides d'eau. Cependant à cause de la structure même du réseau poreux dans les matériaux cimentaires, certains pores de diamètre supérieur à d peuvent être rendus « inaccessibles » par la présence de pores plus fins, limitant ou empêchant leur vidange. Cet effet aura également tendance à faire apparaître la porosité plus fine qu'elle ne l'est en réalité, et influera sur l'hystérésis entre désorption et adsorption. Des modèles de prise en compte de ce problème des pores « en bouteille d'encre » ont été proposés par (Espinoza et Franke, 2006), mais comme pour la méthode B.J.H., l'utilisation d'un tel modèle n'est pas indispensable pour des comparaisons entre les matériaux testés, l'effet de « bouteille d'encre » étant supposé avoir des répercussions semblables sur nos différents matériaux.

La distribution de porosité obtenue à l'aide des isothermes de désorption demeure un moyen comparatif intéressant entre nos matériaux. Afin de réaliser ces comparaisons, les variations de composition entre les différents matériaux testés et principalement l'influence des différents E/C et d'ajouts de granulats doivent être prises en compte. Comme au §2.2.3.2 pour les isothermes de désorption, il pourrait être envisagé de fournir une distribution porale ramenée à la proportion massique de ciment anhydre du matériau considéré. Une répartition de porosité fonction de la saturation du matériau autorise aussi une bonne base de comparaison, car elle fournit la proportion de pores d'un certain diamètre par rapport à la porosité totale, basé sur des mesures réelles et non sur une proportion massique théorique d'un composant. Toutefois, une comparaison directe entre différents E/C se révèle plus complexe en termes quantitatifs.

La répartition r , fonction de l'humidité relative HR, de la porosité est calculée par l'équation 2.3 :

$$r(HR^{i+1}) = \frac{S_i(HR^i) - S_i(HR^{i+1})}{HR^i - HR^{i+1}} \quad (2.3)$$

où HR^i représente la valeur de l'humidité relative imposée au palier i et S_i est la saturation en eau du matériau à l'humidité relative considérée, définie par l'équation 2.4 comme étant :

$$S_l(HR) = \frac{m^{HR} - m^{sec}}{m^{sat} - m^{sec}} \quad (2.4)$$

où m^{HR} est la masse de l'échantillon à l'humidité HR, m^{sec} le poids de l'échantillon à l'état sec de référence (étuvage à 90°C) et m^{sat} le poids de l'échantillon à l'état saturé de référence.

Etant donné que la loi de Kelvin-Laplace a été supposée applicable à nos matériaux, il est alors possible d'obtenir une répartition de la porosité en fonction du diamètre de pore désaturé d . Par analogie avec la présentation habituelle des résultats de porosimétrie obtenues par intrusion de mercure, l'équation 2.3 est réécrite sous la forme suivante (Eq 2.5) :

$$r(d^{i+1}) = \frac{S_l(HR^i) - S_l(HR^{i+1})}{\log(d^i) - \log(d^{i+1})} \quad (2.5)$$

avec d^i le diamètre de pore désaturé au i -ème palier de désaturation (*i.e.* à l'humidité relative imposée HR^i)

Le diamètre des pores à une humidité relative de 100% n'est pas défini, et englobe l'ensemble des pores du matériau. En accord avec les mesures de porosimétrie effectuée par intrusion de mercure (§2.3) qui mettent en évidence que la quasi-totalité des pores sont de diamètre inférieur à 100 nm, c'est ce diamètre qui est alors retenu pour l'état totalement saturé.

2.2.4.2 – Distributions de porosité des matériaux étudiés

La Fig. 2. 15 présente la répartition de porosité r en fonction du diamètre des pores pour les 4 matériaux testés, calculée selon l'équation 2.5.

Trois pics de porosité peuvent être relevés, comme cela a été mesuré par (Vocka et al. 2000). Un premier pic apparaît aux alentours d'un diamètre de pore d'environ 40 nm (au cours du passage du palier 100% à 95% d'HR), pour tous les matériaux, sauf les éprouvettes C05. Ce premier pic engloberait les macropores de la matrice cimentaire. Ce premier pic est cependant très dépendant de l'hypothèse prise au §2.2.4.1 de considérer que la quasi totalité des pores sont inférieurs à 100 nm de diamètre.

Le deuxième pic apparaît à deux diamètres différents et semble dépendre du rapport E/C du matériau considéré. Ainsi, les matériaux à E/C de 0,8 exhibent un pic lors du passage d'une humidité de 80 à 60%, donc pour des pores de diamètre compris entre 10 et 5 nm. Les matériaux à E/C 0,5 ont un pic localisé entre 3 et 2 nm, lors du passage entre 50 et 30% d'HR. Une diminution du rapport E/C entraîne une diminution du diamètre moyen des pores de ce type de porosité. Cette dernière est liée à la manière dont les hydrates sont arrangés entre eux, un plus grand rapport E/C aboutissant à un

arrangement différent des amas d'hydrates entre eux (distance moyenne deux à deux plus importante,...)

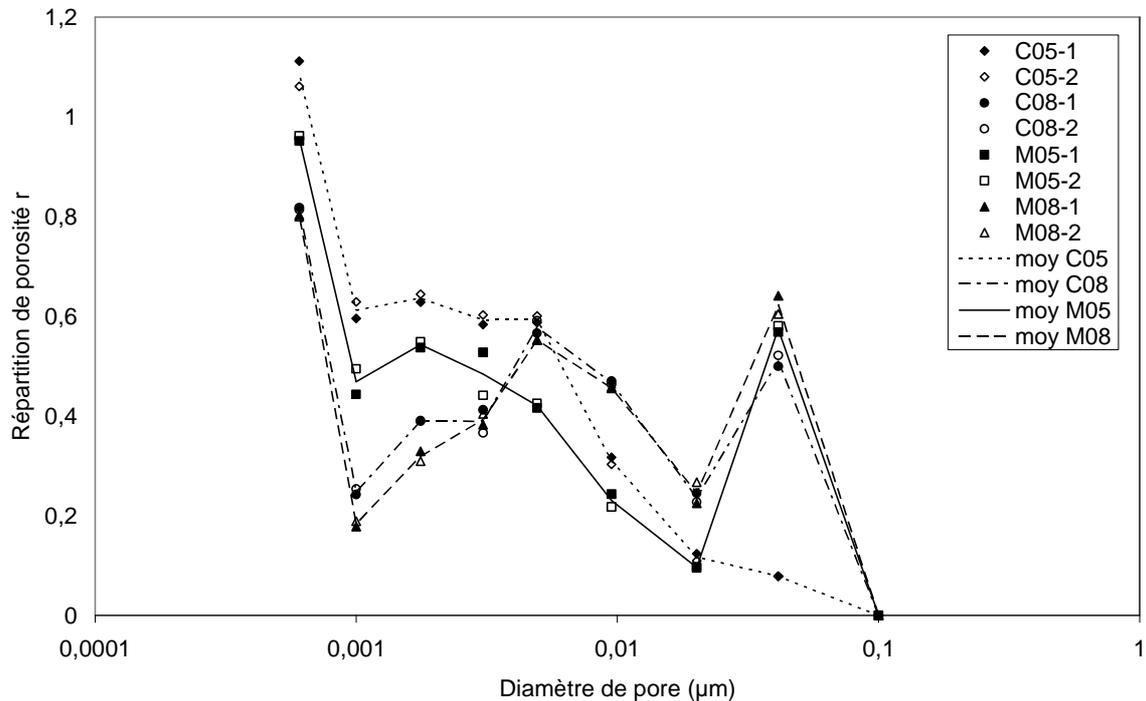


Fig. 2. 15 - Répartition r de porosité issue des isothermes de désorption en fonction du diamètre des pores pour les matériaux testés. Chaque point représente une éprouvette, les courbes étant la moyenne des deux éprouvettes d'un même matériau

Enfin un troisième pic est discernable lors du passage à un état sec (étuvage à 90°C) des matériaux. Il inclut les pores internes aux hydrates. La variation du rapport E/C ne semble pas modifier sensiblement l'allure de ce pic, même si une meilleure discrétisation de la désaturation en ajoutant des paliers d'HR intermédiaires aurait pu renforcer cette hypothèse. Toutefois, l'obtention de plusieurs HR distinctes à de si faibles valeurs n'est pas aisément réalisable. Il est à noter que ce dernier pic peut être surestimé par l'effet du gradient thermique inhérent au séchage en étuve. En effet, des déformations différentielles au sein de l'éprouvette peuvent se produire, et engendrer une fissuration qui augmente la connectivité du réseau poreux et aboutissant à une prise en compte dans ce pic d'une partie de porosité occluse.

Qualitativement, les proportions des différents types de porosité pour tous les matériaux sont équivalentes, excepté l'absence notable du premier pic pour les éprouvettes C05. Il paraît confirmé au travers de l'analyse de cette figure que les granulats jouent un rôle négligeable dans la structuration de la porosité du matériau.

Quantitativement, le tracé d'une proportion de pores, non pas dépendant de l'état de saturation mais de la teneur en eau ramenée à la proportion massique de ciment anhydre introduite dans le mélange, pourrait être intéressante dans le but de comparer la structure des hydrates formés (plus poreux ou non, ...). Cette méthode est semblable à celle proposée au §2.2.3.2 lors de la comparaison des isothermes de désorption. La Fig. 2. 16 présente cette nouvelle répartition. Les répartitions, ramenées au ciment anhydre introduit, mettent en évidence que la quantité de porosité fine (inférieure à 5 nm) est globalement équivalente pour l'ensemble des matériaux testés.

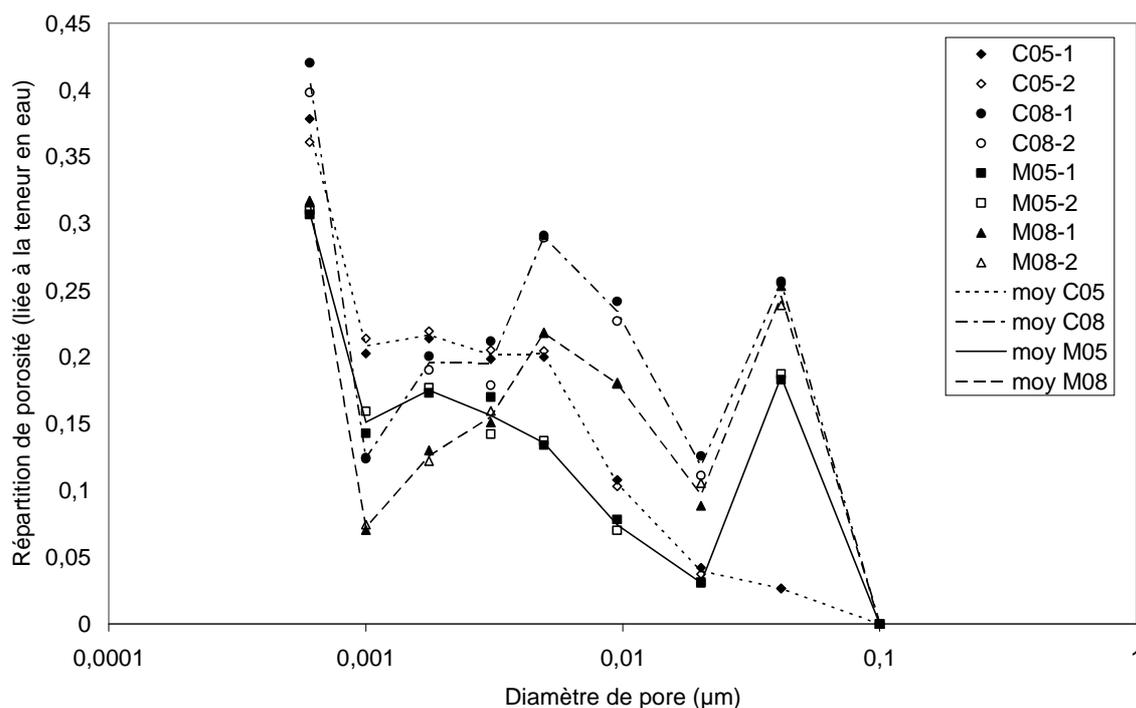


Fig. 2. 16 - Répartition de porosité calculée en fonction de la teneur en eau ramenée à la proportion massique de ciment anhydre introduite dans la composition du matériau

2.2.4.3 – Porosité totale mesurée au travers des expériences de désorption

Pour conclure sur la caractérisation de la structure poreuse des matériaux cimentaires étudiés, le Tableau 2. 3 fournit les valeurs de porosité mesurées pour les échantillons testés. Cette mesure est effectuée à partir des éprouvettes utilisées pour l'établissement des isothermes de désorption, en relevant leur poids à l'état sec de référence, i.e. après un étuvage jusqu'à poids constant à 90°C. Comme attendu, les matériaux à fort E/C ont une porosité plus grande, de par l'augmentation de l'inter distance moyenne entre deux grains de ciment notamment. Toutefois, la porosité de M08 semble être plus faible que celle observée dans la littérature, de l'ordre de 25%. Le §2.3.3 traitera de cet aspect, par

comparaison de cette porosité à celle mesurée par un séchage direct à 90°C sans passer par les différents paliers.

Tableau 2. 3 - Porosité mesurée à l'état sec (étuvage à 90°C) sur les éprouvettes ayant servi à la détermination des isothermes de désorption

Matériaux	Porosité
C05	37%
C08	42%
M05	16%
M08	18%

2.3 – Caractérisation de la structure hydrique par intrusion de mercure

Pour étayer les conclusions dressées dans le paragraphe précédent, une analyse de la microstructure hydrique des matériaux est réalisée au travers d'une technique différente des isothermes de sorption : l'intrusion de mercure. Bien qu'elle soit, selon (Diamond 2000), inadaptée à la quantification de l'espace poral, car tendant à surestimer la proportion des pores de petits diamètres, elle permet d'accéder à une comparaison de la distribution porale entre les 4 matériaux testés, résultats qui pourront être confrontés à ceux obtenus précédemment.

2.3.1 – Protocole expérimental de l'intrusion de mercure

Les 4 matériaux précédemment étudiés (C05, C08, M05, M08) servent de base à l'étude porosimétrique, menée par l'Ecole des Mines de Douai. Les échantillons utilisés sont des rondelles cylindriques (diamètre 36 mm, épaisseur de 10 mm) sciées à l'intérieur d'éprouvettes cylindriques carottées dans les blocs 100*100*100 mm coulés le même jour que les éprouvettes ayant servi à la désorption. Ces blocs ont subi le même processus de maturation à 20°C en piscine thermostatée remplie d'eau saturée en chaux. La rondelle est extraite dans la partie centrale de l'éprouvette carottée, évitant les effets de bord qui pourraient se produire.

Les rondelles, considérées comme saturées, sont étuvées à 60°C jusqu'à poids constant avant le test à proprement parler. Une telle température a été retenue pour deux raisons : elle évite de trop grands

gradients hydriques lors du séchage au sein du matériau, ce qui diminue la fissuration produite par un tel séchage. L'autre raison tient au fait que l'intrusion de mercure ne permet pas d'accéder à tous les diamètres de pores, notamment les plus fins, et 60°C reste une valeur suffisante qui autorise le vidage des pores accessibles par intrusion de mercure.

Le principe de la porosimétrie mercure consiste à injecter un liquide non mouillant (angle de contact θ du mercure de 130° avec la surface solide du pore), qui pénètre dans les pores de plus en plus fins lorsque sa pression d'injection augmente. Le diamètre d des pores atteints à une pression de mercure P est donné par l'équation de Washburn (Eq. 2.6) :

$$d = -\frac{4\gamma \cos \theta}{P} \quad (2.6)$$

où γ est la tension superficielle du mercure (485 mN/m). Le porosimètre utilisé permet d'atteindre des pressions d'injection de 200 MPa, correspondant à des pores d'un diamètre de 6 nm en théorie. Il est à noter que l'utilisation de telles pressions peut entraîner une compaction de l'éprouvette, ainsi que des ruptures internes, pouvant modifier le réseau poreux étudié par interférence avec la méthode de mesure.

L'éprouvette est placée sous un vide de 50 μ mHg pendant 5 minutes, puis est remplie à basse pression (3kPa). Ensuite la pression est augmentée par paliers avec une durée d'équilibrage de 20 secondes pour chacun d'entre eux. Le volume de mercure injecté en fonction de la pression d'injection est alors enregistré, et permet d'obtenir la distribution poreuse. Enfin, le mercure est extrait en diminuant cette pression.

2.3.2 – Distribution de porosité des matériaux étudiés

Le résultat de la mesure de porosité par injection de mercure pour le mortier M05 est présenté sur la Fig. 2. 17. 3 courbes y sont tracées. La première en bleu clair (losanges) définit le volume de pores cumulé en mL/g de matériau en fonction du diamètre des pores (échelle de droite). La courbe en bleu foncé (carrés) représente les mêmes valeurs physiques mais lorsque le mercure est extrait. Une hystérésis entre les 2 courbes est notable, et correspond au mercure qui reste « piégé » dans le réseau poreux après extrusion. Ce phénomène est à mettre en relation avec la structure du réseau poreux, qui peut aboutir à une hystérésis entre adsorption et désorption de vapeur d'eau du fait de sa complexité, et que tous les pores d'un certain diamètre ne sont pas également accessibles. Enfin, la courbe rouge (triangles) représente l'accroissement du volume de pores rapporté au logarithme décimal de la taille du pore, et fournit visuellement une représentation de la distribution de la porosité dans le matériau (échelle de gauche). La quasi totalité du réseau poreux aurait un diamètre compris entre 200 et 10 nm, avec un mode poreux dominant aux environs de 75 nm. Cette valeur semble cohérente avec les valeurs

rencontrées dans d'autres travaux de recherche où l'intrusion de mercure est utilisée pour quantifier la porosité. On rappellera néanmoins que ces tailles obtenues sont essentiellement indicatives et comparatives entre différents matériaux, et ne constituent pas une mesure correcte de la porosimétrie car négligeant les effets dus au réseau et la connectivité de ce dernier (Vocka et al. 2000) dans le calcul des diamètres. Les données de porosimétrie pour les autres matériaux sont fournies en annexe 1.

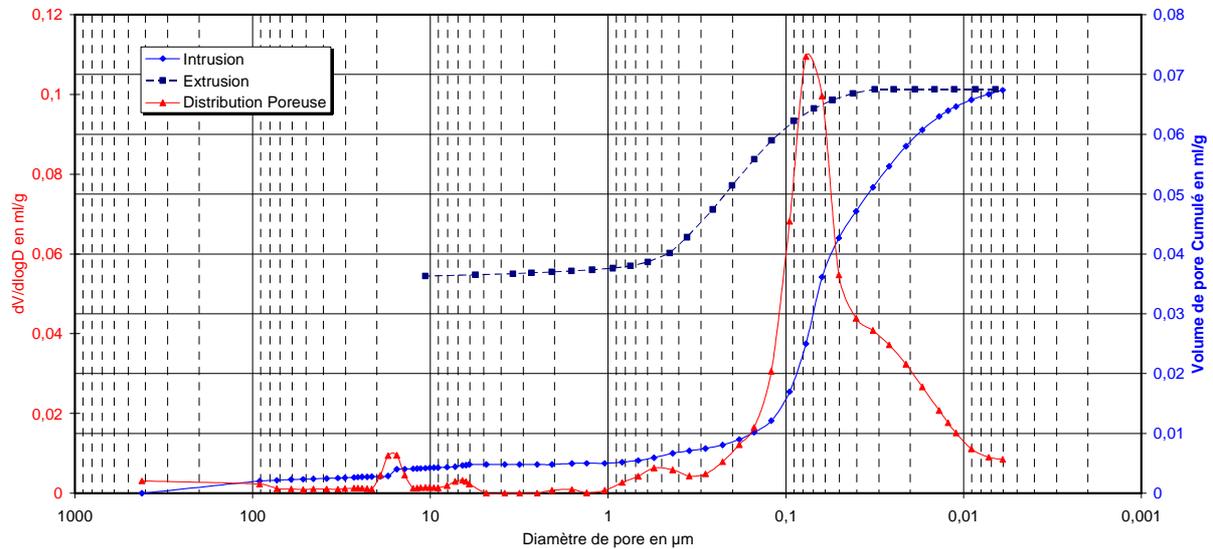


Fig. 2. 17 - Courbes résultant de l'essai d'intrusion de mercure sur un mortier M05

L'ensemble des distributions poreuses est récapitulé dans la Fig. 2. 18. La répartition de pores est calculée en ramenant le volume introduit au volume total injecté à la pression maximale (i.e. saturation en mercure du matériau) pour tous les matériaux, afin d'obtenir une courbe comparable à celle obtenue par désorption de vapeur d'eau. Les pores non représentatifs supérieurs à 1 µm n'y sont pas figurés.

La première remarque qui peut être dressée concerne la très importante similitude de ces distributions pour les 4 matériaux testés, avec un pic fortement marqué aux environs de 60 à 100 nm qui correspondrait aux pores entre les hydrates, puis un second pic à environ 20 nm qui pourrait être la porosité la plus grande interne aux hydrates. L'effet de l'addition de granulats ou de variation du rapport E/C modifie légèrement la distribution mesurée (étude plus en détail dans le paragraphe suivant). Ainsi l'augmentation du rapport E/C tend à décaler le premier pic vers les plus grands diamètres, que ce soit pour les mortiers ou les pâtes de ciment.

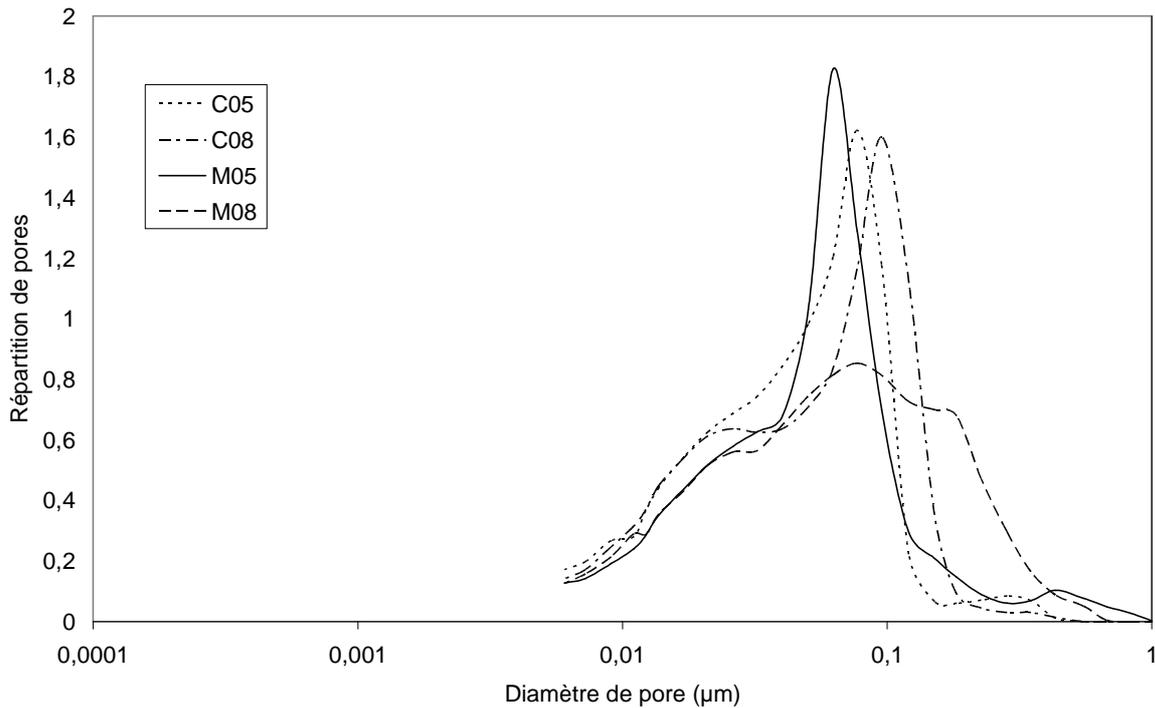


Fig. 2. 18 - Distribution de porosité pour l'ensemble de matériaux testés par intrusion de mercure

Au niveau du deuxième pic, la même tendance apparaît, même si elle est moins visible. Concernant l'ajout d'inclusions, le mortier M05 présente un premier pic à 62 nm tandis que pour le C05 il se situe à 77 nm. L'analyse de ce phénomène est plus délicate, le premier pic du M08 ayant une allure distincte du C08. Il pourra être remarqué que pour le M08, le premier pic semble se décomposer en 2 « sous-pics », l'un peu marqué à 150 nm et l'autre principal à environ 75 nm. Ceci serait un artefact dû à une mauvaise connectivité du réseau poreux, et ils ne constitueraient ensemble qu'un seul pic caractéristique.

2.3.3 – Comparaison avec la distribution obtenue par désorption de vapeur d'eau

Le premier point de comparaison intéressant repose sur la valeur de la porosité mesurée par désorption d'eau, par intrusion de mercure, mais également par étuvage direct à 90°C sur l'ensemble des matériaux. Le Tableau 2. 1Tableau 2. 4 regroupe l'ensemble de ces valeurs.

Tout d'abord, les porosités à l'issue de la désorption de vapeur d'eau et par séchage rapide à 90°C semblent cohérentes pour les C05 et M05, malgré la durée de l'essai de désorption. Ainsi pour ces matériaux, la carbonatation resterait limitée. En revanche pour le M08 (et dans une moindre mesure le

C08), l'écart est légèrement supérieur : il est probable que le front de carbonatation ait progressé plus en profondeur. Les isothermes de désorption pour les matériaux à E/C de 0,8 ont donc tendance à quelque peu sous-estimer la quantité de porosité, d'autant plus que le diamètre des pores est fin (durée plus longue pour obtenir la valeur). Le choix de conduire la désorption sur des éprouvettes dont la plus petite dimension est de 20 mm s'avère donc utile pour limiter le biais expérimental lié à la carbonatation.

Tableau 2. 4 - Porosité mesurée selon divers moyens

	Par désorption	Séchage direct à 90°C	Intrusion mercure
C05	37%	38%	29%
C08	42%	44%	35%
M05	16%	17%	14%
M08	18%	23%	20%

Si l'on compare maintenant la porosité mesurée par séchage à 90°C et par intrusion mercure, il est notable que l'ensemble des matériaux apparaît moins poreux par porosimétrie mercure. Cet effet est conforme aux attentes, le mercure ne pouvant infiltrer l'ensemble du réseau poreux désaturé par l'étuvage à 90°C. La saturation en mercure du matériau n'est donc pas égale à 1 lorsqu'il est injecté à la pression maximale de 200 MPa, comme considéré en première approximation. D'autre part, une compaction sous pression hydrostatique, liée à l'intrusion de mercure, peut aboutir à la compaction de la porosité non accessible (Burlion 1997), ou à un endommagement de la structure poreuse (Olson et al. 1997). Pour comparer les distributions poreuses, il est proposé de corriger cela en prenant comme porosité la valeur mesurée par séchage rapide à 90°C (Fig. 2. 19).

Une correspondance entre les premiers pics est obtenue, malgré un décalage vers les plus petits diamètres dans le cadre des isothermes de désorption. L'approximation effectuée consistant à ne pas considérer les molécules d'eau adsorbées à la surface (seuls les rayons capillaires sont pris en compte) pourrait l'expliquer en partie. De plus, l'intrusion de mercure sous pression exerce des contraintes au sein du réseau poreux tendant à « dilater » la matrice, alors que le départ d'eau tend au contraire à la rétracter (cf. §4.1). Les pores auraient tendance à paraître plus grands qu'ils ne le sont en réalité dans le cas de la porosimétrie mercure. D'autre part, l'absence de premier pic pour le C05 en désorption n'apparaît pas en intrusion de mercure. Le séchage préalable de l'éprouvette faciliterait la connectivité du réseau poreux dans ce matériau, très faible dans un état sain. L'intrusion de mercure permettrait

également de mieux distinguer les petites variations dues à l'introduction d'inclusions rigides, ou à la modification du rapport E/C, qui demeurent peu sensibles par isothermes de désorption.

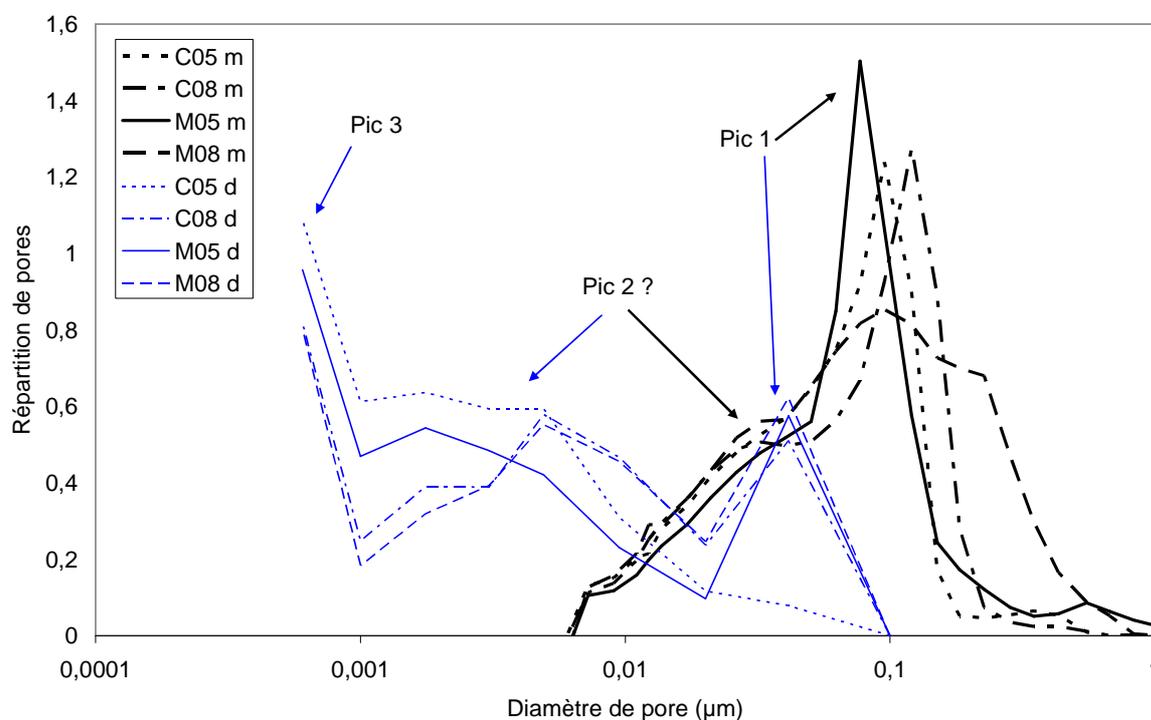


Fig. 2. 19 - Répartition de porosité comparée suivant la méthode d'obtention. La technique utilisée est représentée dans la légende par un « d » pour la désorption (trait normal), et « m » pour l'intrusion de mercure (trait gras).

Le pic n°2 est également mesurable avec les 2 méthodes, tel qu'indiqué sur la Fig. 2. 19, même si le décalage subsiste. Toutefois, l'attention est attirée sur le fait que relier ces 2 pics n'est pas aisé et reste une interprétation des résultats obtenus. En effet, le deuxième pic observé par intrusion mercure n'est pas autant marqué que celui obtenu par désorption, et le net décalage entre les matériaux à fort et faible E/C dans ce type de porosité n'apparaît pas clairement par intrusion de mercure. Les 2 pics observables sont peut être en réalité complètement découplés, le pic n°2 par désorption étant inaccessible par intrusion mercure. Nous ne concluons pas définitivement, des investigations supplémentaires devant être réalisées.

Enfin, le dernier pic est uniquement visualisable par désorption d'eau (séchage final à 90°C, correspondant à une HR aux environs de 3%). La porosimétrie par désorption fournit une estimation de la porosité plus fine dans les pores les plus étroits (en deçà de 10 nm). A l'inverse, la porosimétrie

mercure est plus adaptée pour l'étude des pores de diamètre supérieur à 50 nm, mettant en évidence une légère influence du rapport E/C et des inclusions sur la distribution porale.

2.4 - Conclusions

En conclusion de ce chapitre, nous proposons un retour sur le modèle proposé par (Jennings 2008), présenté au §2.1.1, pour le confronter aux résultats de nos investigations de la microstructure hydrique au moyen des isothermes de désorption et de porosimétrie mercure.

Dans ce modèle, il met en évidence des pores nommés SGP (small gel pores) d'une taille de 1 à 3 nm, liés à l'arrangement des hydrates au sein des globules. Au travers de nos expériences, un pic aux alentours de 1 nm a été mesuré, et qui ne dépendrait pas du rapport E/C ni de la présence ou non d'inclusions rigides. Ceci s'avérerait compatible avec cette porosité, l'addition d'eau ne modifiant pas fortement la structure des hydrates.

Des pores de diamètre compris entre 3 et 12 nm (LGP - Large gel pores) sont évoqués, et sont le résultat de l'arrangement des flocculats de globules. Le deuxième pic mesuré par désorption s'étale, selon les matériaux, dans une même gamme de diamètre (entre 2 et 8 nm). Ce pic est sensible au rapport E/C, mais pas à la présence de granulats. La plus grande quantité d'eau introduite pourrait modifier la distance moyenne entre les globules (par effet dilutif). De plus, l'indépendance vis-à-vis des inclusions rigides tend à renforcer l'idée que le type de porosité mise en jeu concerne uniquement la matrice cimentaire.

Enfin, des pores entre les gels d'hydrates, développés autour des grains de ciment anhydre initialement introduits dans la composition des matériaux sont également présents. Ces derniers correspondent au premier pic de porosité, déterminé par intrusion de mercure et dans une moindre mesure par la désorption de vapeur d'eau, à une valeur approximative de 60 à 100 nm. En effet, cette porosité est légèrement sensible au rapport E/C (effet de dilution des grains de ciment dans le mélange initial), ainsi qu'à la présence de granulats, qui engendreraient des zones de transition à l'interface pâte/granat, décrites comme plus poreuses que la matrice cimentaire.

L'ensemble des résultats de caractérisation microstructurale réalisés dans ce chapitre tendent ainsi à valider le modèle proposé par Jennings, qui est en accord avec les différents modes poreux mesurés. L'utilisation des isothermes de désorption, malgré la durée des essais, se révèle un choix judicieux pour l'étude de la microstructure de ces matériaux cimentaires, en fournissant en outre des données sur les cinétiques de séchage sans influence notable de la fissuration habituellement rencontrée lors de séchage « rapides » à 60, 90 ou 105 °C. La porosimétrie mercure, malgré les problèmes inhérents à la méthode pour la quantification de la porosité dans les bétons et mortiers, renseigne sur la distribution qualitative des pores dont le diamètre est supérieur à 50 nm, et en cela est plus performante que la

sorption de vapeur d'eau, où le pilotage de l'humidité relative dans les zones proches de 100% s'avère très délicat.

Chapitre 3 – Approche microscopique du comportement hydro-mécanique de matériaux cimentaires par attaque chimique

3.1 – Introduction

Le chapitre précédent a permis une meilleure connaissance de la structure hydrique des matériaux poreux, notamment au niveau de leur distribution de porosité et de leur cinétique de séchage, au travers de l'étude de leurs isothermes de désorption de vapeur d'eau.

L'étude du lien entre comportement hydrique et réponse mécanique au sein de ces matériaux, dans une optique d'une étude de la durabilité, peut être abordé par l'effet d'une circulation d'eau dans l'espace poral. Cet écoulement aboutit à des altérations de la matrice cimentaire, principalement par une dissolution du calcium contenu dans l'hydroxyde de calcium (Portlandite) et les silicates de calcium hydratés (CSH), à une augmentation de la porosité, de la perméabilité, et à une diminution des caractéristiques mécaniques et de durabilité du matériau à plus ou moins long terme selon la composition de l'eau dans la phase interstitielle. Il est donc crucial, pour prédire le comportement THMC d'une structure en béton à très long terme (entre 5000 ans et 1 million d'années), de connaître et modéliser précisément les liens entre la microstructure, son évolution et les comportements macroscopiques observés usuellement.

Ce chapitre présente un protocole expérimental original d'observation non destructive à l'échelle microscopique de l'effet d'une dissolution du calcium de la matrice cimentaire sur l'apparition de fissures en son sein : la microtomographie par rayons X. Les résultats seront confrontés à une simulation numérique simple, dont le but est de mettre en évidence les phénomènes physiques pouvant expliquer la création de fissures, ainsi que de servir de base à des modélisations futures de ces phénomènes. Le rôle de la taille des granulats et les influences d'une préfissuration due au séchage sur la cinétique de dissolution font également l'objet d'investigations.

Le point crucial dans l'expérience est le choix de la méthode d'observation de la microstructure d'un béton, qui s'avère très complexe. Il existe peu de méthodes expérimentales d'observation et de mesure, à l'échelle micrométrique, qui n'interagissent pas avec le matériau lui-même. L'utilisation d'un microscope électronique à balayage environnemental, qui est l'une des techniques existantes les plus utilisées à l'heure actuelle, nécessite la création de fracture fraîche, et ne permet d'accéder qu'à la

surface de l'échantillon. Il s'agit donc d'une méthode destructive qui n'autorise pas d'étudier l'évolution d'une même éprouvette lors d'une dissolution de calcium ou d'un séchage.

Les méthodes expérimentales classiques dans l'étude de la lixiviation et de ses effets (Carde et al. 1996, Gérard 1996) conduisent souvent à découpler les processus de lixiviation du matériau de celui étudié : par exemple, dans l'étude de l'influence de la lixiviation sur le comportement mécanique, on procède par séquence en lixiviant le matériau dans un premier temps puis en le sollicitant mécaniquement. De même, il reste très difficile d'obtenir l'évolution de la fissuration en fonction de la lixiviation, car l'observation de cette fissuration à l'intérieur même de l'éprouvette est généralement impossible par les moyens destructifs habituels.

A l'image de ce qui se fait dans le milieu médical, une démarche prometteuse d'analyse est la tomographie par rayons X : l'étude de l'absorption des rayons X par le béton permet de reconstruire numériquement sa microstructure tridimensionnelle. Le paragraphe suivant aborde plus en détails cette méthode d'investigation expérimentale, avec ses avantages mais aussi ses limites d'utilisation et de mise en œuvre.

3.2 – Principes généraux de la microtomographie

3.2.1 - Tomographie par absorption de rayons X

3.2.1.1 - De la radioscopie 2D...

Le principe de base de la tomographie par absorption de rayons X est de soumettre une éprouvette représentative du matériau à tester à un faisceau de rayons X et de se servir des propriétés d'absorption de ce rayonnement par les différents constituants des matériaux cimentaires. En effet, la loi de Beer-Lambert permet de déterminer le rapport entre le nombre de photons transmis N et incidents N_0 sur un trajet s . Ce rapport est fonction du coefficient d'absorption μ du matériau, qui peut varier en fonction du trajet si le matériau n'est pas homogène, ce qui est le cas de nos matériaux cimentaires (Eq. 3.1) :

$$\frac{N}{N_0} = \exp\left(-\int \mu(s) ds\right) \quad (3.1)$$

L'absorption dépend de l'énergie des photons utilisés. Elle est d'autant plus forte dans un matériau que l'énergie des photons incidents est faible. L'analyse de matériaux cimentaires sur des éprouvettes représentatives et donc « massives », nécessite alors l'emploi d'un faisceau de photons à haute énergie capables de traverser le matériau.

Si le faisceau de rayons X utilisé est monochromatique (comme cela sera le cas dans les expériences décrites dans ce chapitre), l'ensemble des photons est donc supposé avoir la même énergie conformément à la loi de Planck (Eq 3.2) :

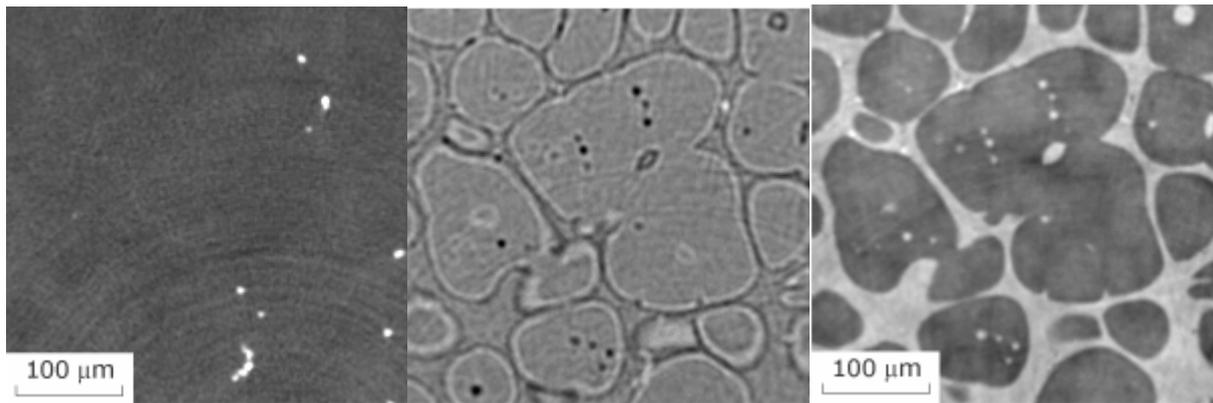
$$E = \hbar \nu \quad (3.2)$$

où ν est la fréquence des photons utilisés, E l'énergie de ces photons et \hbar la constante de Planck. Le détecteur de photons, placé en arrière de l'objet irradié permet sous ces conditions d'obtenir une cartographie 2D des différentes valeurs de la proportion de photons transmis par rapport aux photons incidents pour les différents trajets suivis par les photons au sein de l'éprouvette, qui dépend notamment de l'épaisseur de matériau traversé, mais qui est indépendante de l'énergie du faisceau, identique en tout point. Cette cartographie dépend également des coefficients d'absorption des différents constituants des matériaux cimentaires (porosité, ciment non hydraté, granulats,...) rencontrés par les photons le long du trajet s . Son interprétation s'avère donc complexe, d'autant plus que la résolution de la radioscopie est petite par rapport à la complexité de la microstructure étudiée, à la différence d'une radioscopie médicale 2D usuelle.

3.2.1.2 - ... à la tomographie 3D

Une amélioration de cette radioscopie 2D est apportée par le principe de la tomographie. Une multitude de radiographies sont réalisées pour une même éprouvette, mais sous un angle légèrement différent à chaque fois. L'ensemble de ces données permet, par reconstruction numérique grâce à un algorithme de type rétroprojection filtrée (filtered backprojection algorithm) (Natterer 1999) de connaître le coefficient d'absorption local en chaque « point » de l'éprouvette. La taille du « point », appelé voxel (pixel tridimensionnel), dépend principalement de la résolution du système d'imagerie, et peut être inférieure au micromètre (0,3 μm pouvait être atteint en 2004 sur la ligne ID19 de l'ESRF).

Une observation tridimensionnelle non destructive de l'éprouvette est ainsi rendue possible à l'échelle de sa microstructure, et une même éprouvette peut être tomographiée après différents traitements et ou sollicitations (sous compression, traction, après divers temps de séchage ou de lixiviation,...), ce qui en fait une méthode d'investigation novatrice et très intéressante dans l'optique de notre étude du comportement des matériaux cimentaires sous sollicitation chimique.



(a)

(b)

(c)

Fig. 3. 1- Reconstructions microtomographiques d'un alliage d'aluminium par contraste d'atténuation (a), par contraste d'atténuation avec détection des bords par contraste de phase (b) et par holotomographie (c) - (Maire et al. 2004)

Par ailleurs, afin que l'image 3D obtenue soit exploitable, un bon contraste entre les coefficients d'absorption des constituants des matériaux cimentaires testés doit exister. Dans le cas contraire, l'utilisation d'un contraste de phase peut se révéler utile. Il se base sur le déphasage des rayons X qui peut survenir au cours de la traversée de l'échantillon et de ses différents constituants. Ainsi, un déphasage peut être engendré entre deux faisceaux parallèles qui se propagent de part et d'autre de l'interface entre deux constituants (par exemple entre un granulats et la matrice cimentaire). Les interférences entre ces deux faisceaux peuvent alors être enregistrées par le détecteur, et constitue une autre méthode de visualisation et peut aider à renforcer le contraste entre constituants. L'holotomographie en est une amélioration et permet de reconstruire une image 3D de l'indice de réfraction, utile pour l'étude de composites aluminium-silicium par exemple. La Fig. 3. 1 montre pour une même éprouvette d'un alliage d'aluminium de moulage des reconstructions tomographiques par contraste d'atténuation (a), par contraste d'atténuation avec détection des bords par contraste de phase (b) et par holotomographie (c) obtenus par (Maire et al. 2004). Le choix du mode de visualisation est donc important, et pour une même résolution, peut aboutir à des résultats plus ou moins net et plus ou moins aisément exploitables.

3.2.2 - Microtomographie par rayons X : données techniques sur l'acquisition

Les principes généraux de la tomographie ayant été exposés précédemment, une description plus technique de l'acquisition est maintenant présentée, en abordant les avantages de l'utilisation d'un

rayonnement synchrotron monochromatique comme source de rayons X, et les dispositifs mis en œuvre pour l'acquisition des radiographies.

3.2.2.1 - Source de rayons X monochromatiques

La première méthode de génération du rayonnement X provient de l'utilisation de tubes à rayons X avec microfoyer. Celui-ci s'avère cependant peu puissant (faible flux de photons) et limite fortement la résolution pouvant être atteinte. Le rayonnement synchrotron pallie ce problème majeur par la fourniture d'un faisceau très intense où le nombre de photons par cm^2 est très élevée, limitant dès lors les temps de pose pour que le détecteur mesure suffisamment de photons transmis, pour que les données soient exploitables. Cette caractéristique est appelée « brillance » et est inhérente à la provenance même de ces photons. En effet, ils sont générés à partir d'électrons portés à des vitesses relativistes stockés dans un anneau au moyen de champs magnétiques puissants qui viennent courber leur trajectoire. Ces champs magnétiques provoquent une émission de rayonnement synchrotron de manière tangente à la courbure de la trajectoire. Le faisceau obtenu est alors très peu divergent et très cohérent spatialement, permettant d'assurer une trajectoire quasi parallèle de tous les photons, et donc des exploitations (notamment les reconstructions numériques) facilitées.

D'autres caractéristiques des photons issus du rayonnement synchrotron s'avèrent primordiales. L'énergie des photons varie dans une large gamme de quelques keV (kilélectron-volt) à plus de 200 keV, et est adaptée pour une très grande variété de matériaux, qu'ils soient peu ou très absorbants. La brillance du faisceau autorise aussi l'utilisation de monochromateurs qui sélectionnent une faible bande spectrale sans rallonger outre mesure les temps d'expositions. La monochromaticité du faisceau simplifie, comme évoqué dans le paragraphe précédent, la physique du problème d'absorption, et aboutit à la mesure quantitative du coefficient linéique d'absorption en chaque point de l'échantillon testé. En outre, les monochromateurs utilisés (basés sur le principe de la diffraction de Bragg) ne modifient pas sensiblement les caractéristiques du faisceau (cohérence et uniformité).

Deux synchrotrons permettant d'obtenir un tel rayonnement sont en exploitation en France, l'un en collaboration européenne à Grenoble (ESRF - European Synchrotron Radiation Facility), l'autre à Saclay (SOLEIL - Source Optimisée de Lumière d'Energie Intermédiaire du Laboratoire pour l'utilisation du rayonnement électromagnétique). L'ESRF est constitué d'un anneau de stockage où sont conservés à des vitesses proches de celle de la lumière des particules. Les aimants destinés à courber le trajectoire de ces particules engendrent un rayonnement synchrotron dans une large gamme de longueurs d'onde, dont des rayons X. Ce rayonnement est émis tangentiellement au rayon de courbure de l'aimant et peut être exploité pour l'étude de la structure des matériaux par exemple. Les « lignes de lumières » dont le rayonnement provient de ces aimants sont appelées « BM » pour Bending Magnet. La Fig. 3. 2 présente une photographie de la ligne BM05 utilisée pour les

expériences décrites dans ce chapitre. D'autres manières de produire ce rayonnement synchrotron existent, par l'insertion dans les portions rectilignes de l'anneau de dispositifs faisant osciller les particules perpendiculairement à leur déplacement. Ces lignes sont appelées « ID » pour Insertion Device. 4 lignes de lumière au sein de l'ESRF sont plus particulièrement dédiées à la tomographie, chacune d'entre elle ayant des caractéristiques différentes, selon les matériaux à étudier et la résolution requise.

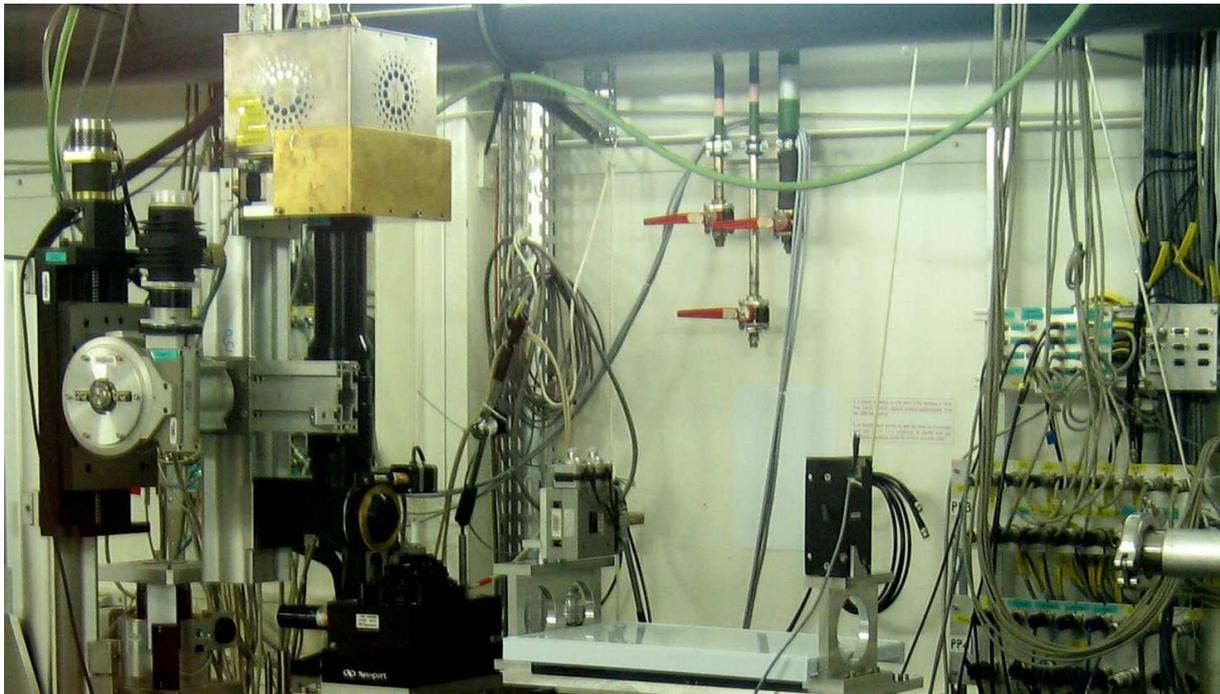


Fig. 3. 2 - Photographie de la ligne de lumière BM05

3.2.2.2 - Scintillateur et acquisition des radiographies

La détection des photons transmis après irradiation du matériau est un point clé pour l'obtention de clichés à haute résolution par microtomographie. Le faisceau utilisé étant parallèle, l'image est agrandie uniquement par l'optique du détecteur. Cependant, la mise au point de lentilles pour rayons X demeure problématique, même si des progrès ont été réalisés. La conversion des rayons X en lumière visible, afin que l'utilisation de lentilles optiques d'agrandissement soit possible, s'effectue au moyen d'un scintillateur. Toutefois, cette conversion en lumière visible limite la résolution à 500 nm à cause de la diffraction. Des développements techniques dans des optiques agissant sur les rayons X directement sont actuellement en cours. Cette lumière visible est ensuite enregistrée au moyen d'une caméra CCD (Charged-Coupled Device). Sous ses conditions, des résolutions de l'ordre du micron peuvent aisément être obtenues. La Fig. 3. 3 présente un schéma récapitulatif de l'ensemble du

principe d'acquisition microtomographique. Un faisceau de rayons X est issu du synchrotron, passe par un monochromateur qui permet de sélectionner l'énergie du faisceau, puis vient frapper l'éprouvette sous un angle donné. Les photons transmis passent ensuite par un scintillateur pour les convertir en lumière visible, qui est agrandie par un dispositif optique. L'enregistrement des radiographies 2D s'effectue alors au moyen de la caméra CCD. Le même processus est renouvelé avec le faisceau qui vient frapper l'éprouvette sous d'autres angles. L'ensemble des radiographies 2D obtenues permet une reconstruction tridimensionnelle du coefficient d'absorption aux différents points de l'éprouvette.

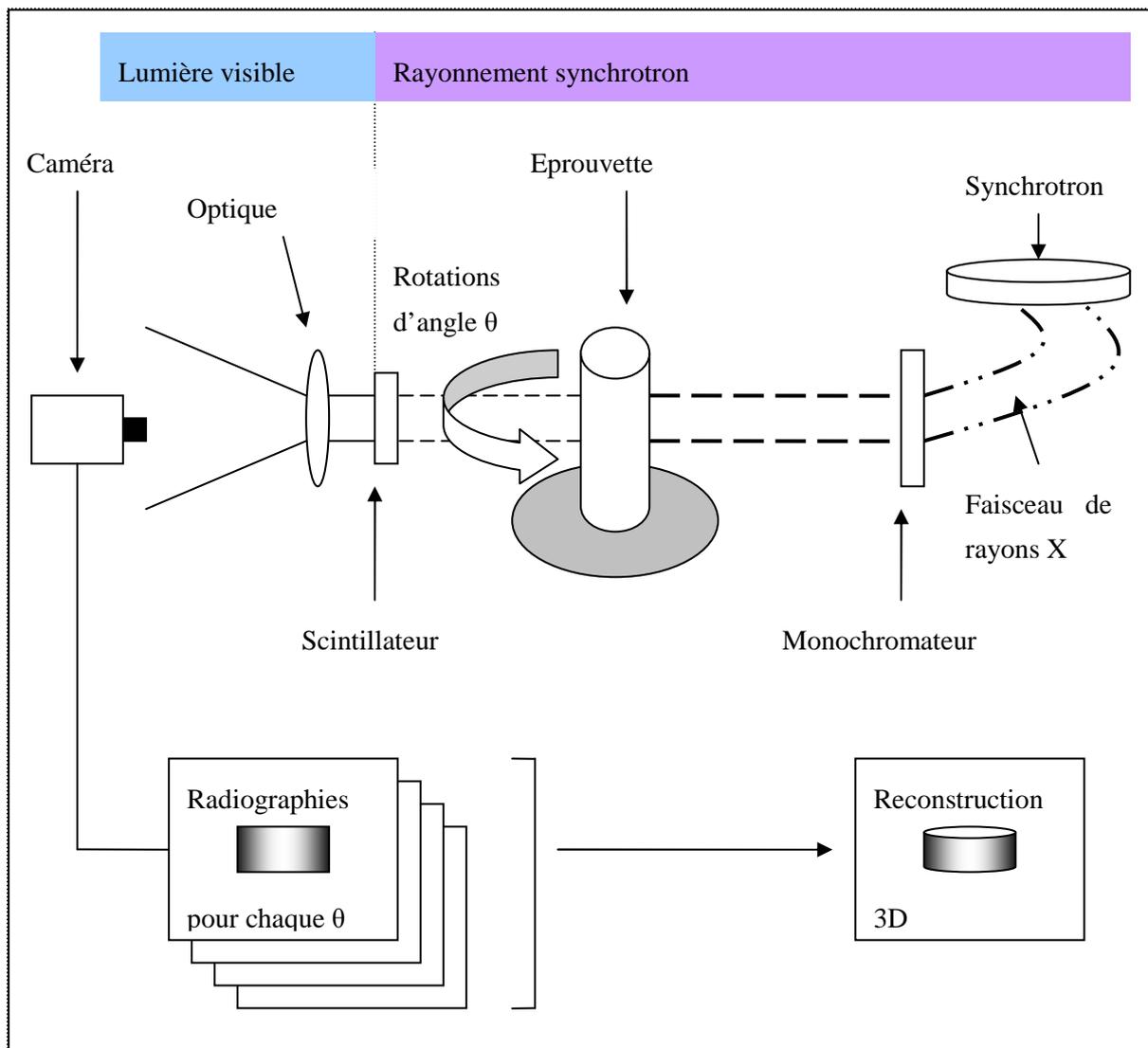


Fig. 3. 3 - Schéma de principe d'une acquisition microtomographique

3.2.3 - Exemples d'utilisation de la microtomographie pour les matériaux du génie civil

L'objectif de notre étude expérimentale étant l'observation de changements microstructuraux dans les matériaux cimentaires soumis à une attaque chimique, une recherche préalable sur l'adéquation de la microtomographie par rayons X pour ce type d'observations se doit d'être conduite, en s'attachant notamment à la possibilité d'étudier des matériaux cimentaires, ainsi que l'apparition et l'évolution d'une fissuration.

L'application de la microtomographie à l'étude des matériaux cimentaires est très récente et les recherches conduites jusqu'à présent à l'aide de cette technique restent peu nombreuses. Celles menées par (Lu et al. 2006) peuvent être relevées et mettent en évidence la faisabilité de l'étude de la microstructure de bétons par le biais de la microtomographie. Une vision 3D de cette structure est donnée (Fig. 3. 4a), d'où des coupes 2D peuvent être extraites (Fig. 3. 4b). Cette figure permet aisément de distinguer les particules de ciment non hydratées, les régions où la matrice cimentaire est plus ou moins dense, ainsi que les vides et les grains des granulats, le tout à une résolution d'ordre micrométrique.

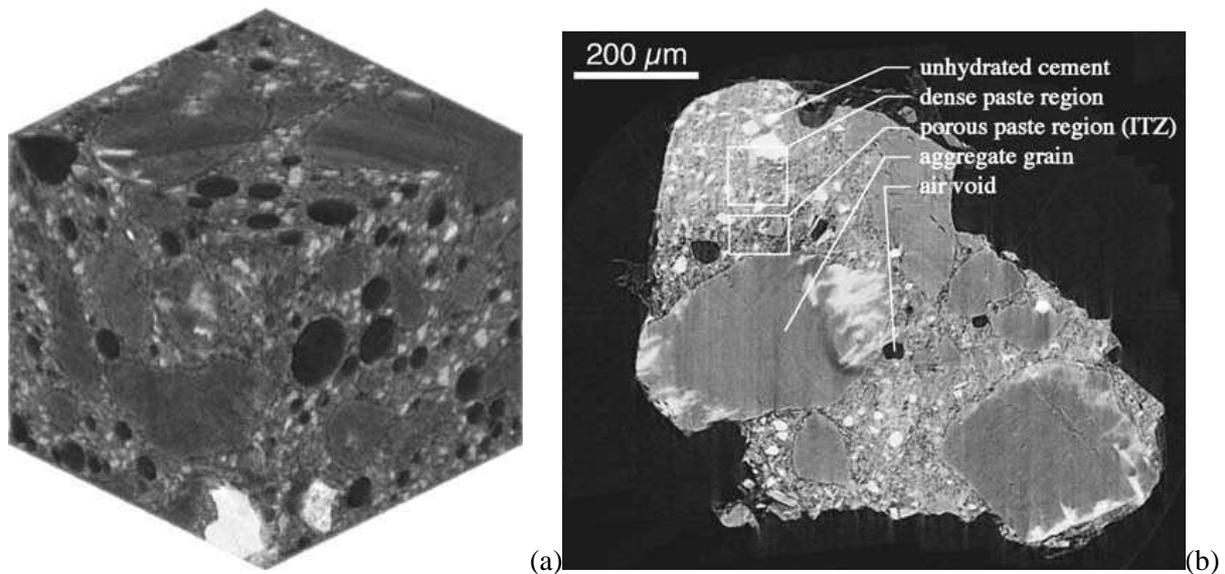


Fig. 3. 4 - Reconstruction 3D des données tomographiques (a) et coupe issue de cette reconstruction (b) (Lu et al. 2006)

En outre, les données obtenues étant digitales, une détermination, au moyen de méthodes d'analyse d'images, de la distribution et de la connectivité du réseau poreux s'avère réalisable, et constitue une alternative à la porosimétrie par intrusion de mercure, même si les dimensions de pores accessibles

restent plus limitées (de l'ordre de quelques nanomètres en MIP contre quelques micromètres en tomographie).

D'autres expériences utilisant la microtomographie par rayons X peuvent aussi être évoquées et confirment l'utilité de cette méthode. Ainsi, (Landis et al. 2006, Landis et Nagy 2000) ont étudié la fissuration, l'endommagement et la rupture dans des matériaux cimentaires, pour des éprouvettes chargées en compression, et ont montré la capacité de la microtomographie dans l'étude de la microstructure (Gallucci et al. 2007) et la fissuration en 3D (Landis et Nagy 2003). Des acquisitions ont aussi été réalisées en traction (Trtik et al. 2007). Les expériences décrites permettent de suivre l'évolution de la fissuration au cours du chargement (Fig. 3. 5) et fournissent des résultats utiles à l'établissement d'une variable scalaire d'endommagement telles que le nombre total de vides, leur volume et leur surface. (Elaqra et al. 2007) ont mené une étude semblable sur des mortiers avec différents rapports de sable sur ciment.

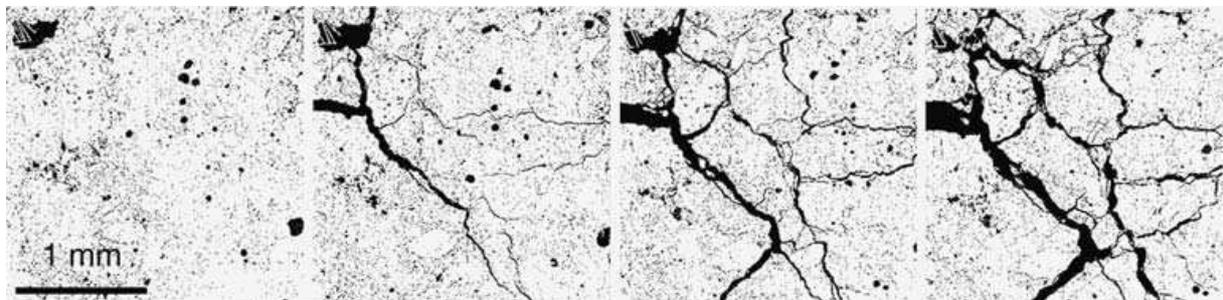


Fig. 3. 5 - Images de l'éprouvette à différents états d'endommagement (Landis et al. 2006)

D'autres types de sollicitations sur matériaux cimentaires, telles que le suivi de l'attaque sulfatique d'une pâte de ciment (Stock et al. 2002) ou la lixiviation sur un mortier (Burlion et al. 2006) ont également été réalisées en ayant recours à la microtomographie. Elle est également utilisée dans d'autres types de matériaux et pour diverses mesures, tels que le transport dans un grès (Auzerais et al. 1996), l'évolution d'une fissuration par traction sur des composites modèles (Buffière et al. 1999, Babout et al. 2001, Babout et al. 2004) ou bien encore les évolutions microstructurelles lors d'un frittage (Bernard et al. 2005) ou l'étude générale des matériaux poreux (Bernard et al. 1999). Il est à noter que l'utilisation de l'absorption de rayons X, sans reconstruction 3D, peut être adoptée pour l'étude du séchage de ciments et mortiers (Hu et Stroeven 2003).

La microtomographie apparaît donc comme appropriée aux études d'apparition de fissuration et de modifications microstructurelles sur des matériaux cimentaires que nous souhaitons conduire, de par sa non destructivité, sa possibilité de fournir des images 3D d'éprouvettes à une résolution d'ordre micrométrique, et la possibilité d'étudier une évolution temporelle.

3.3 – Influences de la lixiviation sur la fissuration

La méthode d'observation par microtomographie étant adéquate pour nos expériences, ce paragraphe présente maintenant de manière détaillée les protocoles expérimentaux utilisés pour l'étude à l'échelle microscopique des effets d'une sollicitation chemico-hydrrique sur la microstructure de matériaux cimentaires.

3.3.1 – Protocoles expérimentaux

3.3.1.1 – Choix des matériaux testés

Le choix de la taille des échantillons est dicté par l'analyse microtomographique. La taille maximale admissible était de $2048 \times 5,1 \mu\text{m}$ (nombre de pixels de la caméra CCD multiplié par la résolution souhaitée, cf. §3.3.1.3), soit environ 10 mm maximum. Pour cette étude, des composites constitués de pâte de ciment (ciment CEM II/B 32,5, rapport E/C de 0,5) et de 35 % de billes de verre ou de polystyrène ont été confectionnés (Fig. 3. 6). Le diamètre des billes utilisées pour chacun des composites était de 1, 2, 4 ou 6 mm pour les composites à billes de verre, et de 2 ou 3 mm pour les composites à billes de polystyrène. Ce type de composite, proposé initialement par (Bisschop et Van Mier 2002), permet d'étudier un matériau simplifié où les granulats ont une forme sont parfaitement sphériques et d'une seule taille. Cela a pour effet de rendre plus aisé l'observation et la compréhension du matériau cimentaire, et de pouvoir mettre en évidence les principaux mécanismes entrant en ligne de compte lors du phénomène de lixiviation.



Fig. 3. 6 - Différents échantillons (diamètre de 8 mm) de composites ciment-billes de verre après différents processus de dégradation (lixiviation, séchage, effet thermique) servant à l'analyse microtomographique.

Les échantillons cylindriques testés ont un diamètre de 8 mm pour une hauteur d'environ 30 mm. Ils sont confectionnés par carottage depuis des échantillons plus volumineux (prismes 40*40*160 mm) conservés 28 jours dans l'eau saturée en chaux à 20°C, puis protégés de la dessiccation par un film d'aluminium pendant 6 mois, afin d'assurer que le matériau soit suffisamment mature. Durant cette conservation, le matériau n'est donc soumis qu'à du retrait endogène.

Les composites avec des billes de verre de 1 et 2 mm peuvent être considéré comme représentatif du composite étudié, la plus grande dimension du granulat étant au minimum 4 fois inférieur à la plus petite dimension de l'éprouvette.

3.3.1.2 – Sollicitation hydrique accélérée par lixiviation au nitrate d'ammonium

La lixiviation des bétons résulte principalement de l'attaque d'un fluide (eau pure ou eau à pH très inférieur à celui du fluide interstitiel) conduisant à l'hydrolyse des hydrates de la pâte de ciment (Carde et Francois 1999, Carde 1996,) et donc à sa décalcification. Cette hydrolyse, qui se développe depuis la surface par diffusion des espèces agressives dans le matériau et des produits de dégradation hors du matériau, induit une augmentation importante de la porosité de la pâte de ciment, une augmentation des propriétés de transport (Bentz et Garboczi 1992, Hagua et al.2005) et une dégradation importante des propriétés mécaniques (Gérard 1996, Schneider et Chen 1998, Nguyen et al. 2007a, Heukamp *et al.* 2001, Le Bellego *et al.* 2000,

Pour étudier dans un temps assez court les effets de cette lixiviation, qui est un phénomène très lent pour une structure réelle, sur la durabilité d'un matériau, il est nécessaire de recourir à des techniques permettant d'accélérer ce phénomène. Une possibilité est d'utiliser une solution concentrée de nitrate d'ammonium (Carde et al. 1997) qui décalcifie le matériau avec une cinétique de l'ordre de 300 fois plus grande que par une eau pure. De plus, l'utilisation du nitrate d'ammonium aboutit au même type de dégradation qu'avec de l'eau pure, sans modifications notables du type des constituants résultants de cette lixiviation par l'une ou l'autre des méthodes (Chen et al. 2006).

La lixiviation du matériau agit de plusieurs manières sur le matériau cimentaire. Elle s'attaque notamment aux espèces contenant du calcium, dont font partie la portlandite (C-H) qui est le premier cristal à être décalcifié, ainsi que le gel de C-S-H dans un deuxième temps (Agostini et al. 2007, Carde et al. 1996, Carde 1996). La dissolution de ces espèces conduit à une très nette augmentation de la porosité du matériau, le calcium étant acheminé hors du matériau sous forme d'ions par un phénomène diffusif.

Cette porosité plus importante va de paire avec une perméabilité plus grande, qui va entraîner une plus grande sensibilité du matériau à de futures attaques, et donc à une fragilisation et une réduction de sa durée de vie.

Par ailleurs, cette augmentation du volume des vides diminue d'autant le volume effectivement résistant du matériau, et a donc pour conséquence macroscopique une moindre résistance mécanique. Il est à noter que la décalcification de la matrice cimentaire provoque une chute radicale de la cohésion de la pâte de ciment, qui peut diminuer d'un facteur 10 (Heukamp *et al.* (2003)).

En revanche, le nitrate d'ammonium n'attaque pas les granulats siliceux (billes de verre) utilisés dans les composites étudiés, et reproduit donc bien l'effet d'une décalcification par une eau pure qui n'agit que sur la matrice cimentaire.

Dans notre protocole, les éprouvettes seront lixiviées dans une solution de nitrate d'ammonium (NH_4NO_3) dosé à 480g par kg d'eau de la solution. Au bout d'une certaine durée, l'éprouvette est sortie du bain de lixiviation et est rincée à l'eau pour retirer le nitrate d'ammonium restant en surface afin de stopper au maximum l'attaque chimique. Elle est ensuite scannée par microtomographie puis replongée dans le bain de nitrate d'ammonium pour une nouvelle durée de lixiviation. Le même processus est réalisé plusieurs fois pour chaque éprouvette, jusqu'à lixiviation complète de l'échantillon. A titre indicatif, les acquisitions microtomographiques pour le composite à billes de 2mm sont réalisées après 0, 1, 4, 11, 18, 21 et 24 heures de lixiviation.

Il est à noter que le bain de lixiviation est renouvelé fréquemment afin d'assurer une quasi constance du dosage de nitrate d'ammonium dans la solution.

3.3.1.3 – Acquisition microtomographique

L'acquisition des données de microtomographie a été réalisée sur la ligne de lumière BM05 de l'ESRF de Grenoble (European Synchrotron Radiation Facility) en mars 2006. L'énergie du faisceau frappant l'échantillon est de 30 keV. Le détecteur est une caméra CCD FRELON d'une résolution de 2048*2048 pixels. A chaque étape de lixiviation, l'échantillon est soumis à 900 acquisitions avec un pas de rotation de 0,2 degré, permettant sa reconstitution en trois dimensions, avec une résolution obtenue de 5,1 μm . La méthode d'acquisition repose uniquement sur le contraste d'atténuation, suffisante pour différencier les granulats, la matrice cimentaire saine ou lixiviée, ainsi que les fissures. Au vu de la hauteur des échantillons testés (§ 3.3.1.1), deux séries d'acquisitions sont nécessaires : l'une réalisée en partie supérieure (scan « haut ») où le front de lixiviation progresse à la fois radialement et par la partie haute de l'éprouvette, et l'autre en deçà de cette première zone (scan « bas ») où le front ne progresse que radialement. Cette zone pour le second scan se situe en partie centrale de l'éprouvette. Une zone de recouvrement des deux acquisitions est prévue pour faciliter leur mise « bout à bout » afin de reconstituer la totalité de l'éprouvette. Un schéma simplifié du protocole expérimental est donné sur la Fig. 3. 7, pour une meilleure compréhension.

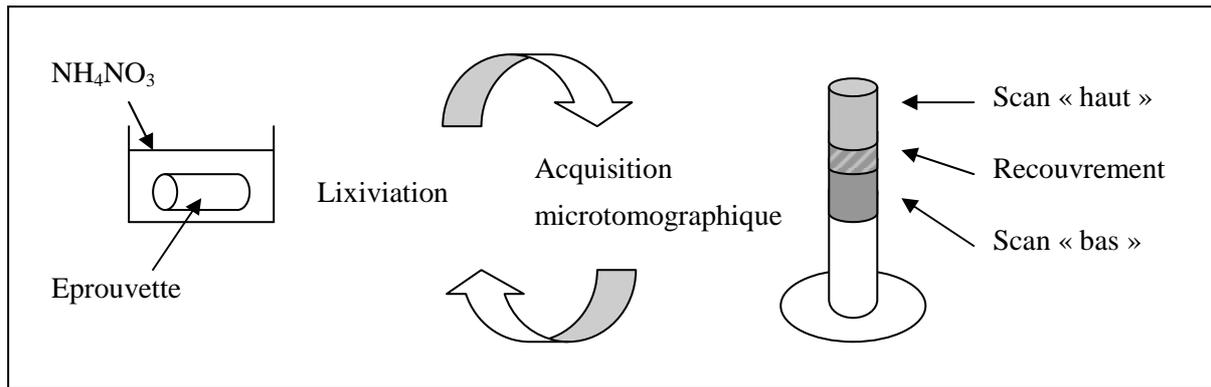


Fig. 3. 7 - Récapitulatif du protocole expérimental de lixiviation et d'acquisition tomographique

Une attention est portée au léger séchage qui pourrait survenir en surface de l'éprouvette lors de l'acquisition microtomographique (durée : environ 40 minutes). Pour le limiter, la surface de l'échantillon n'est pas essuyée après le nettoyage à l'eau, afin de la laisser le plus longtemps possible recouverte d'une fine pellicule d'eau.

3.3.2 – Résultats expérimentaux de l'influence de la lixiviation sur la fissuration

Les résultats des essais expérimentaux sont présentés dans ce paragraphe, en s'attachant tout d'abord au composite réalisé avec des billes de verre de 2mm, puis à l'influence du diamètre de ces billes sur la fissuration observée.

3.3.2.1 - Remarques préalables sur les résultats

Les données microtomographiques obtenues lors des essais fournissent, après reconstruction, une image tridimensionnelle de l'éprouvette. Ainsi, des coupes au sein de cette image peuvent être effectuées à n'importe quel endroit de l'éprouvette. Pour une présentation simple des résultats, les coupes réalisées sont perpendiculaires à l'axe de révolution de l'échantillon.

D'autre part, suivre l'évolution de la microstructure d'une éprouvette au cours de la lixiviation impose de pouvoir comparer des reconstructions localisées au même endroit dans cette éprouvette. Or, du fait de leurs manipulations inhérentes au protocole expérimental (sortie puis remise dans le bain de lixiviation), il est impossible d'assurer un placement strictement identique de l'éprouvette pour les différentes acquisitions tomographiques qu'elle subit. En effet, elle est posée sur le plateau tournant du microtomographe le plus verticalement possible, mais une légère différence entre l'axe de révolution de l'éprouvette et l'axe de ce plateau subsiste. Son positionnement en hauteur n'est de même pas contrôlable totalement. Il devient nécessaire de trouver, pour chacun des scans d'un même échantillon,

la translation et la rotation nécessaires pour trouver la correspondance entre une position au scan i , et la position au scan $i+1$. Ce recalage se révèle complexe du fait de la géométrie de la microstructure et du relatif faible contraste entre la matrice cimentaire et les billes de verre. Ainsi, l'utilisation des billes de verre comme « points fixes » pour le recalage n'est pas optimal. La mise au point d'un algorithme performant autorisant un recalage optimal, afin de pouvoir effectuer par exemple des différences d'images pour visualiser l'évolution très précise (de manière quantitative) de la microstructure lors de la lixiviation fait actuellement l'objet de recherches au sein du laboratoire. Les coupes présentées par la suite sont donc réalisées manuellement sur des scans non recalés, et sont approximativement localisées à des endroits semblables d'un même composite.

3.3.2.2 – Observations pour un composite avec billes de 2mm de diamètre non lixivié

La Fig. 3. 8 présente la coupe effectuée au sein d'une reconstruction d'un composite confectionné avec des billes de 2 mm de diamètre avant toute lixiviation. Cette coupe est issue du scan « bas » de l'éprouvette.

Les divers constituants à l'échelle microscopique du composite se révèlent discernables sur cette figure, par différence de contraste induit par leurs différents coefficients d'absorption. Plus le point est clair, plus son coefficient d'absorption est grand, traduisant une grande densité du matériau. Tout d'abord, les billes de verre sphériques apparaissent sous forme de cercles (ou parties de cercles) d'un gris moyen sensiblement homogène. Ils sont de dimensions variables, bien que toutes les billes de verre aient un diamètre de 2 mm.

La matrice cimentaire est visible sous forme d'un gris « moucheté » légèrement plus clair que pour les billes de verre, et moins homogène. Cela provient de la structure même de la matrice cimentaire qui est notamment constituée d'un arrangement de portlandite, de C-S-H plus ou moins denses et de pores. A cette échelle, cette « sub-microstructure » ne peut facilement être analysée, un pixel de la coupe représentant une moyenne du coefficient d'absorption des composants de la matrice cimentaire. Toutefois, une partie des ces constituants sont visibles : les grains de ciment anhydre. Ils apparaissent sous formes de tâches très blanches, traduisant leur grande densité vis-à-vis du ciment hydraté, et donc leur grand coefficient d'absorption. Seules les grains non hydratés dont les dimensions sont plus grandes que la résolution de l'acquisition peuvent être discernés.

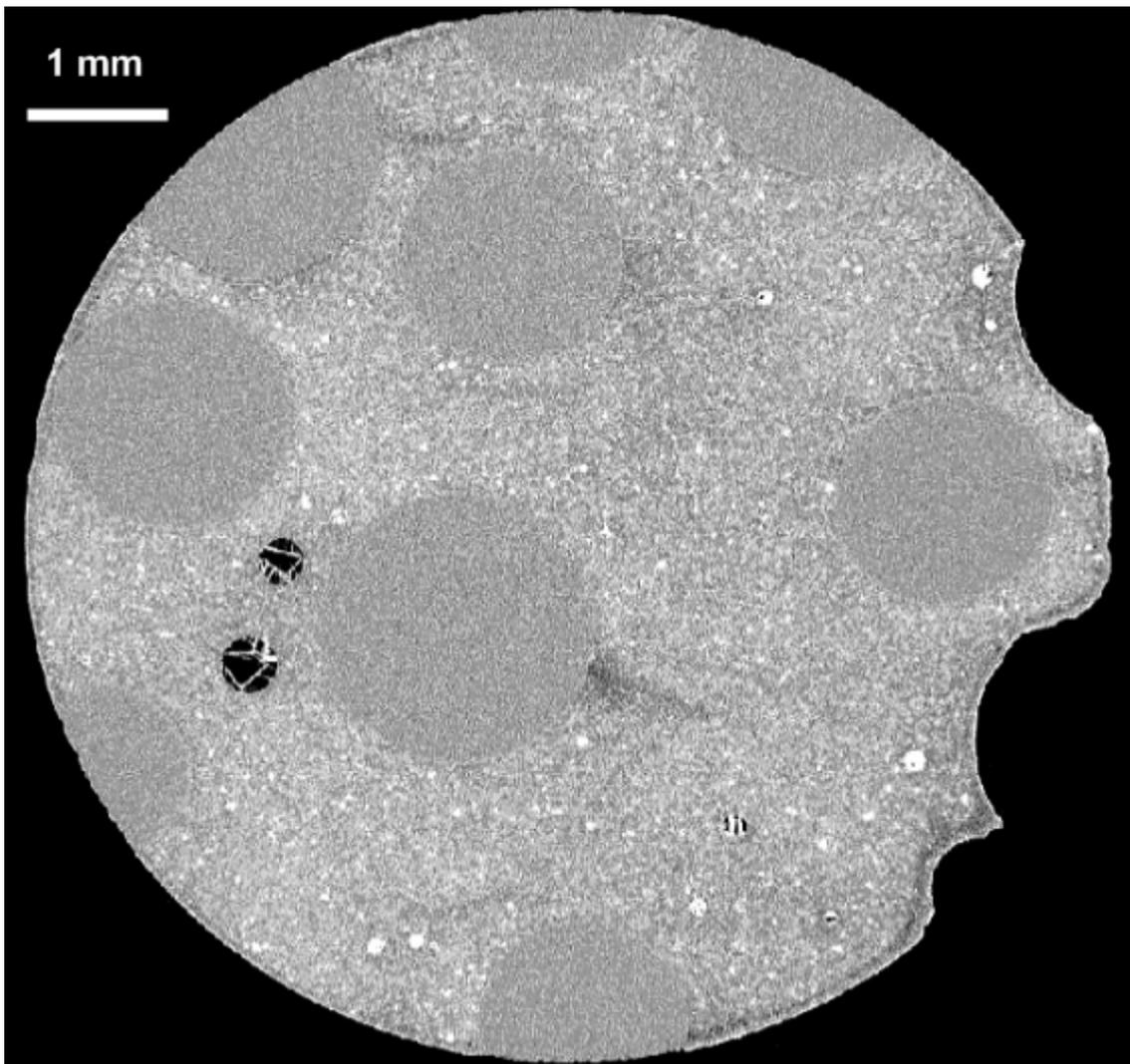


Fig. 3. 8 - Coupe microtomographique avant lixiviation d'un composite avec billes de 2mm

Les bulles d'air (remplies d'eau) sont le dernier élément aisément discernable, de par leur très faible coefficient d'atténuation, et apparaissent sous formes de cercles noirs. Des cristaux de portlandite en leur sein sont parfois présents, car elles constituent des lieux où leur précipitation est possible.

A l'échelle d'observation, sur ce matériau sain (non lixivié), aucune fissure n'est visible. Des fissures de dimensions plus faibles que la résolution utilisée ($5,1 \mu\text{m}$) peuvent cependant exister. Dans les résultats suivants, celles qui apparaîtront seront donc dues à l'effet de la lixiviation. L'absence de fissuration visible tend également à indiquer que le carottage des éprouvettes n'a pas créé de contraintes trop importantes. Les irrégularités à la surface de l'éprouvette cylindrique, qui se présentent sous forme de concavités de forme globalement circulaires, sont induites par des départs de billes de verre lors de ce carottage.

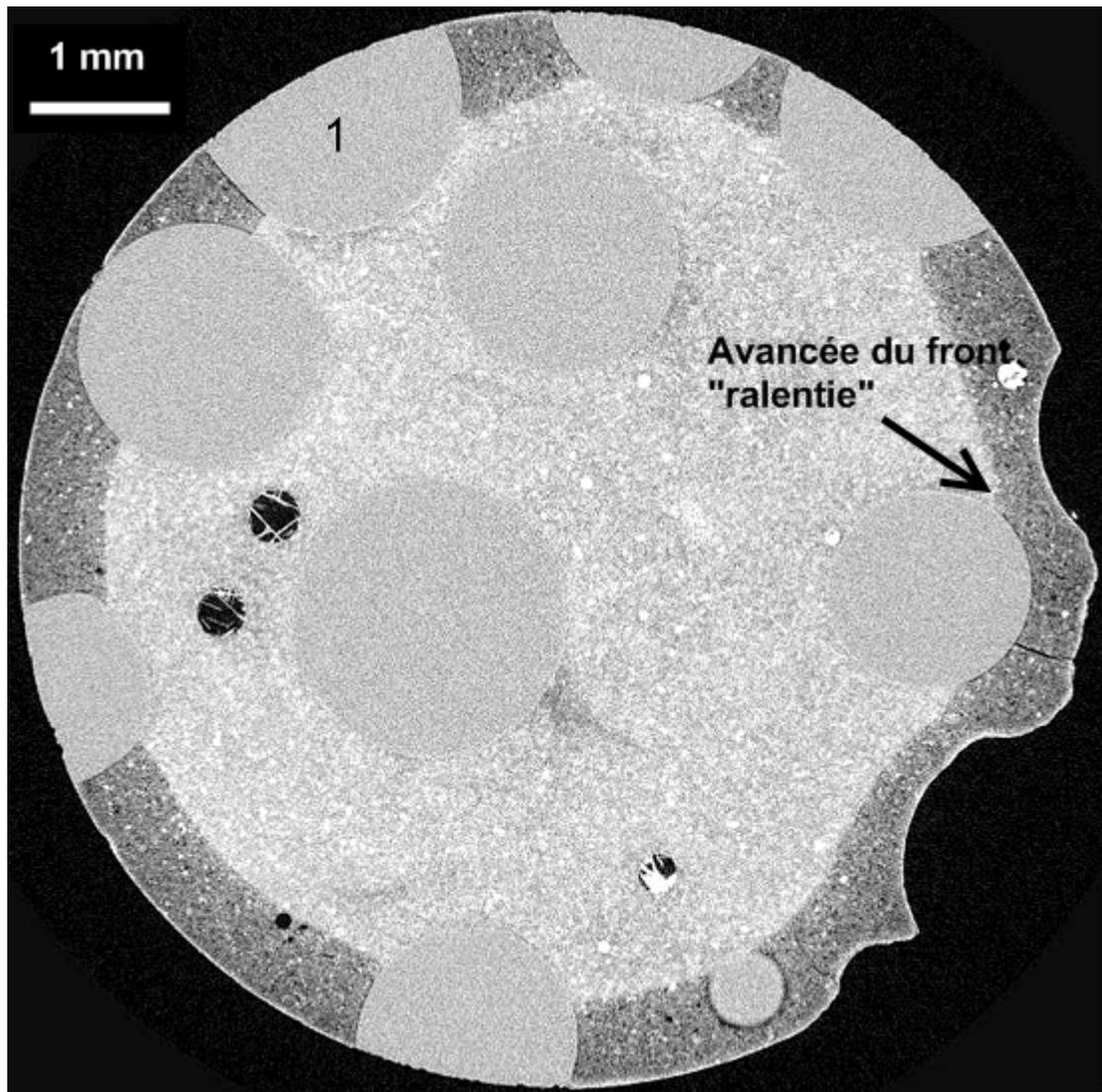


Fig. 3. 9 - Coupe microtomographique après 11 heures de lixiviation du même composite

3.3.2.3 - Observations pour un composite avec billes de 2 mm en cours de lixiviation

La Fig. 3. 9 présente la coupe dans le composite réalisé avec des billes de verre de 2 mm de diamètre après une lixiviation de 11 heures dans la solution de nitrate d'ammonium. La disposition des billes de verres et des bulles d'air, qui peuvent servir de point de repère, est semblable à celle de la Fig. 3. 8, traduisant la proximité de la localisation de la coupe avec la précédente. On pourra noter qu'une partie de bille, située en bas à droite de la Fig. 3.8, fait son apparition par rapport à la figure précédente. Le décalage de la coupe s'avère donc assez faible.

L'attaque chimique par le nitrate d'ammonium de la matrice cimentaire se caractérise sur la Fig. 3. 9 par l'apparition d'une différence de contraste entre la partie saine et la partie lixiviée. Comme décrit

dans le paragraphe précédent, la lixiviation attaque le calcium contenu dans la portlandite et les CSH. La matrice lixiviée voit donc sa densité diminuer, ce qui se traduit par un coefficient d'absorption plus faible, qui aboutit à une teinte plus sombre de la partie attaquée.

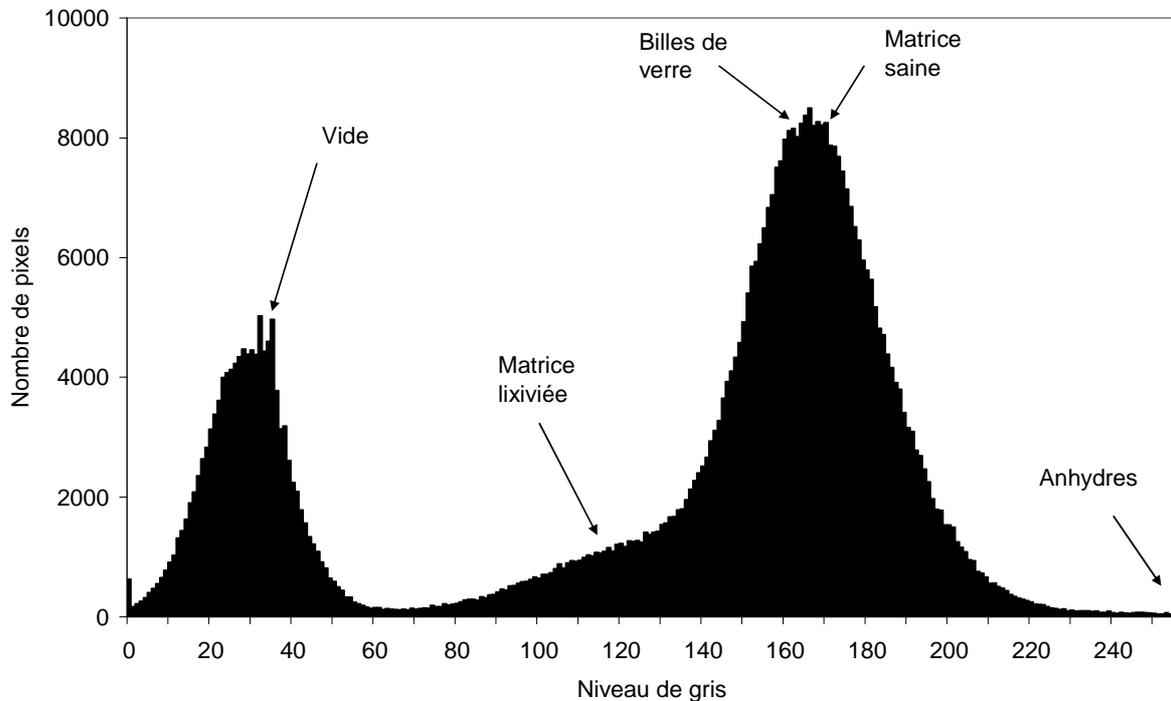


Fig. 3. 10 - Distribution de l'intensité des niveaux de gris dans la coupe de la Fig. 3. 9

L'histogramme de la distribution des niveaux de gris dans cette coupe est donné dans la Fig. 3. 10. Plusieurs pics y sont clairement visibles et traduisent les différents constituants de l'éprouvette. Tout d'abord le premier pic est à une intensité de gris moyenne de 28 et représente l'absence de matière solide, qui correspond à l'air environnant lors de l'acquisition microtomographique. Le deuxième pic (intensité moyenne de 115) représente la matrice lixiviée. Comparativement à la matrice saine (troisième pic), l'intensité moyenne est bien inférieure due à la décalcification progressive du matériau et à une diminution de sa densité. Toutefois, ce troisième pic est une réunion de deux constituants distincts que sont la matrice saine et les billes de verre. Une analyse plus précise révèle que les inclusions rigides ont une intensité moyenne de 160, tandis que celle de cette matrice saine est plus proche de 170. La proximité de ces 2 valeurs résulte dans une superposition de leur contribution, qui apparaît sous forme d'un pic unique à une intensité moyenne d'environ 165. Enfin, un quatrième pic, au-delà de 250 d'intensité, traduit la présence du ciment non hydraté (anhydres).

Le front de lixiviation est nettement marqué, ce qui permet de manière précise une détermination de la cinétique de dissolution au sein du matériau par la mesure de sa profondeur de pénétration. Cette avancée est globalement radiale. Une ligne de coupe est réalisée afin de mettre en évidence l'avancée du front de lixiviation. La Fig. 3. 11 présente l'intensité des niveaux de gris en fonction de la distance en pixels sur cette coupe (NB : la coupe étant sous-échantillonnée, 1 pixel représente 10,2 μm). On y retrouve bien les valeurs moyennes des différents constituants que sont la matrice saine, la matrice lixiviée et l'air ambiant. Deux remarques supplémentaires peuvent être apportées grâce à cette coupe. Le front de dissolution, marqué par le passage du matériau sain au matériau dégradé, s'étend sur une largeur d'environ 50 μm . Cette largeur correspond à l'étendue du lieu où les phénomènes physiques de dissolution du calcium ont lieu, et principalement celle de l'hydroxyde de calcium. D'autre part, la matrice lixiviée présente une intensité qui n'est pas constante, mais qui diminue linéairement à mesure que l'on s'éloigne du lieu de la dissolution (l'intensité décroît de 125 à 120). Ainsi, l'attaque par le nitrate d'ammonium décalcifie fortement le matériau au niveau du front de dissolution. Elle se poursuit ensuite dans la partie déjà dégradée, même si ses effets deviennent plus limités. Cet état correspondrait alors à la dissolution des éléments restants de Portlandite, ainsi que l'attaque des CSH.

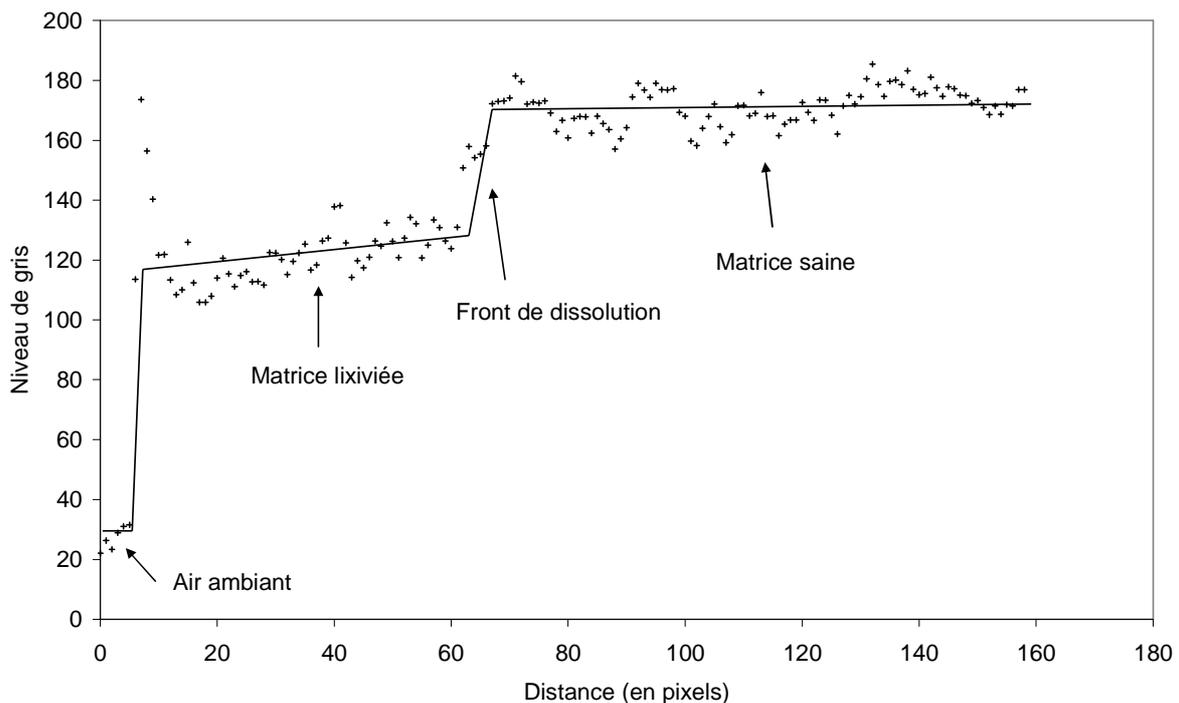


Fig. 3. 11 - Evolution de l'intensité de gris selon une ligne de coupe orientée de l'extérieur vers l'intérieur de l'éprouvette (composite lixivié pendant 11 heures).

La présence des billes de verre modifie cependant l'avancée de ce front en le ralentissant, les billes ayant un effet protecteur pour la matrice située plus en profondeur. Cela est particulièrement visible au niveau des deux billes situées en haut à gauche de la Fig. 3. 9.

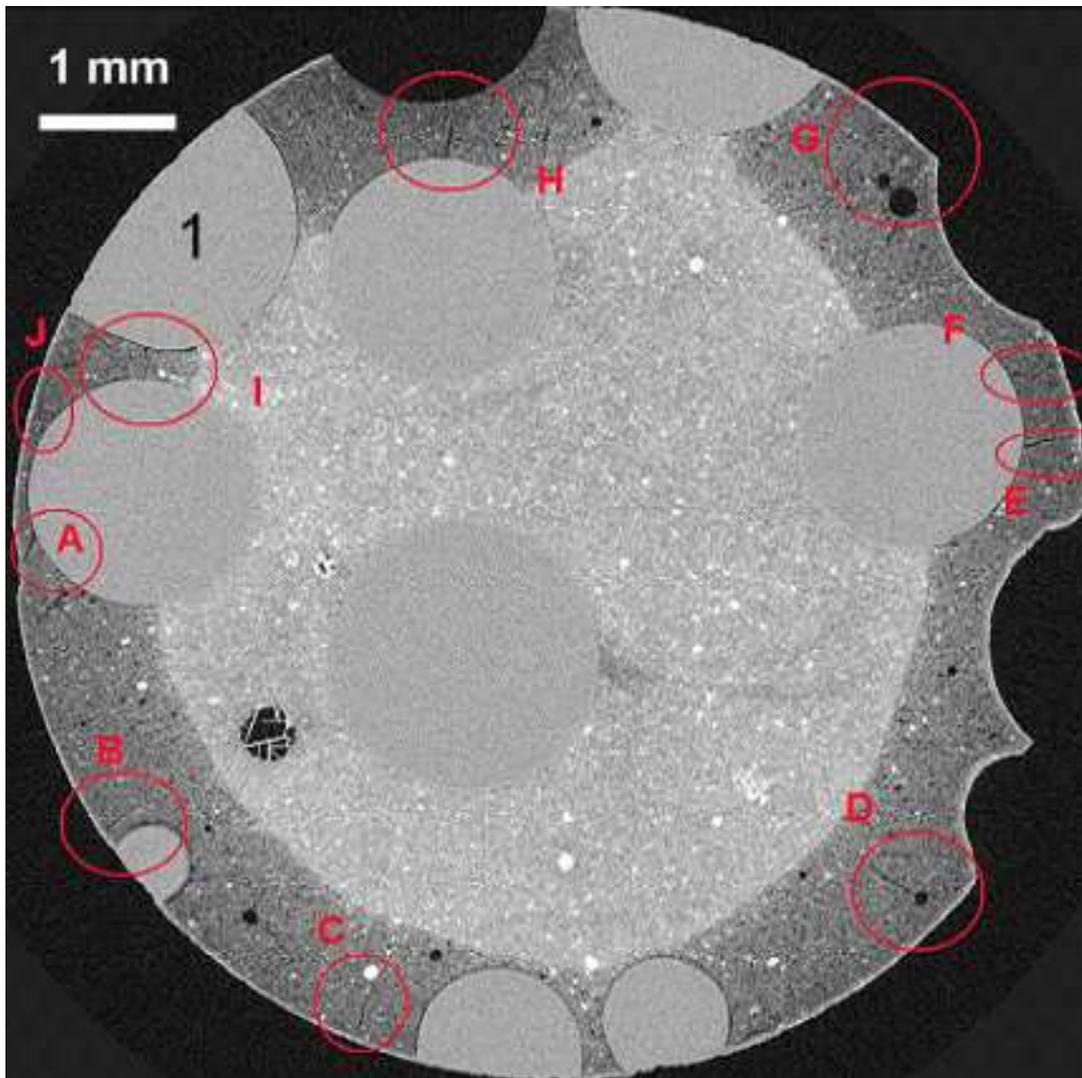


Fig. 3. 12 - Coupe microtomographique après 18 heures de lixiviation du même composite (de A à J : fissures principales)

Les irrégularités de surface perturbent également cette avancée, comme cela peut être noté au niveau du côté droit de la coupe présentée sur la Fig. 3. 9. Le front y progresse légèrement plus vite du fait de la plus faible épaisseur de matrice cimentaire. On peut toutefois relever que la distance entre le front de lixiviation et le bord externe de l'éprouvette au niveau des irrégularités de surface est plus faible qu'aux endroits où il n'y a pas ces irrégularités. Cela peut s'expliquer par l'apparition d'un gradient orthoradial (perpendiculaire au front d'avancée de la lixiviation essentiellement radial) de

concentration en calcium aux interfaces entre zones où le bord de l'éprouvette est régulier et les zones qui présentent des irrégularités. Ce gradient tendrait à accélérer la cinétique de l'attaque en faveur d'une progression orthoradiale par rapport à l'avancée purement radiale en ces endroits. Cet effet homogénéisateur de l'avancée du front de lixiviation se retrouve bien sur les Fig. 3. 12 et Fig. 3. 13 qui présentent la coupe du même échantillon après respectivement 18 et 24 heures de lixiviation, où l'effet de ces irrégularités de surface devient presque indiscernable. La différenciation des différents fronts de lixiviation (dus uniquement à la dissolution de la portlandite, ou à la dissolution des CSH), n'est pas aisée de prime abord.

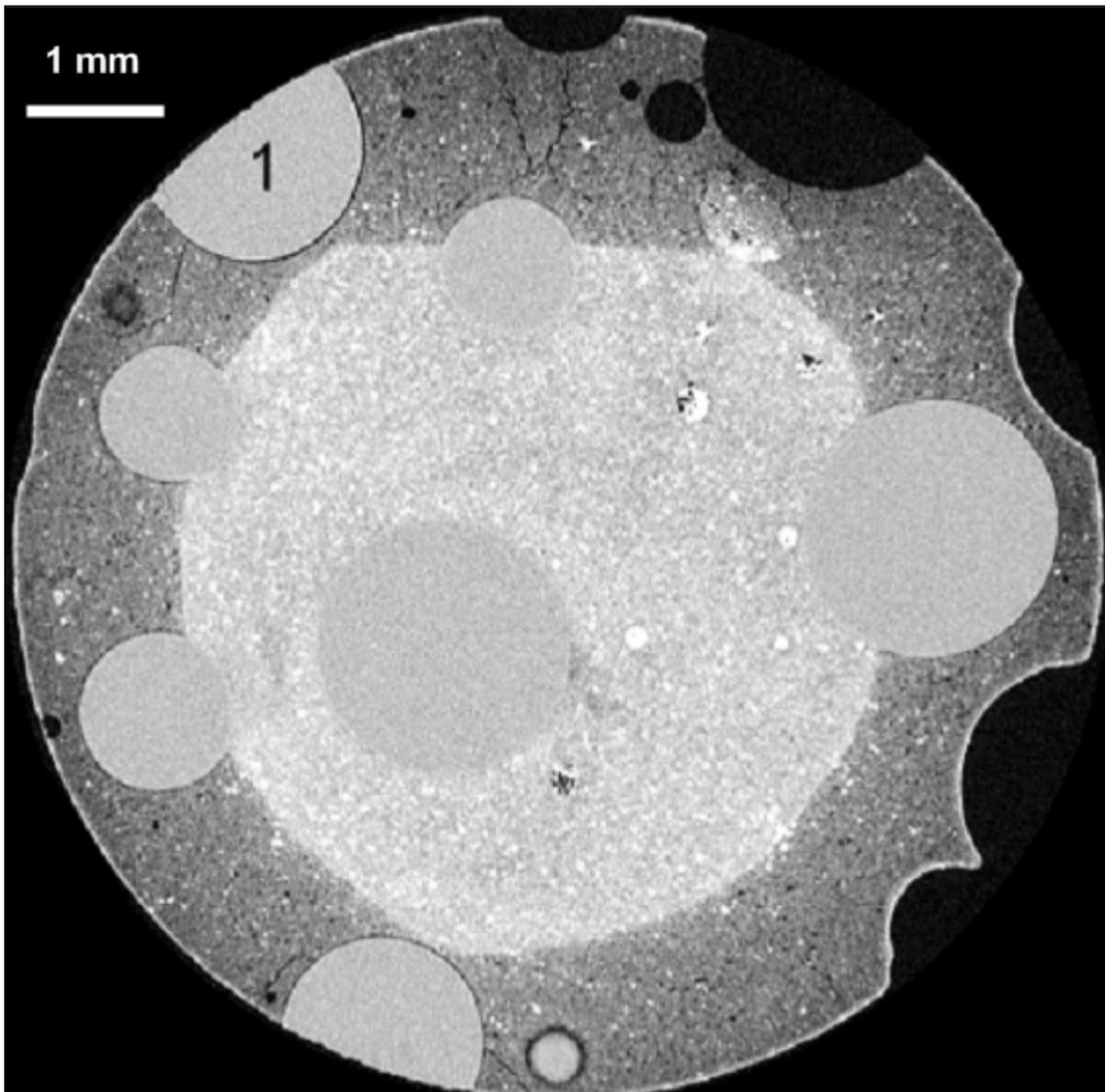


Fig. 3. 13 - Coupe microtomographique après 24 heures de lixiviation du même composite

De même, l'effet protecteur des billes tend à disparaître une fois que le front de lixiviation a complètement attaqué la matrice cimentaire située à leur proximité, ce qui est lié au caractère diffusif de l'attaque. Ainsi la bille numérotée 1 sur les Fig. 3. 9, Fig. 3. 12 et Fig. 3. 13 limite tout d'abord l'avancée du front de lixiviation à proximité. Au bout de 24 heures, le front de lixiviation est au-delà de cette bille, et apparaît comme très légèrement perturbé par cette bille. Ceci pourrait à nouveau traduire l'effet de l'apparition d'un gradient orthoradial de concentration en calcium, aboutissant à une certaine homogénéisation de l'avancée radiale du front.

Les changements de composition microstructurale de la pâte de ciment sous l'effet de l'attaque chimique sont donc aisément observables au moyen de la microtomographie, qui fournit de nombreux renseignements sur cette attaque, notamment sa cinétique et les avancées du front de lixiviation. En calculant la moyenne de la progression du front de lixiviation dans les zones relativement loin des billes de verre et/ou des irrégularités de la surface de l'échantillon, au bout de 11 heures de lixiviation, la profondeur mesurée est de 0,65 mm. A 18 heures, elle est d'environ 1 mm et à 24 heures, elle est de 1,2 mm. La progression est donc de plus en plus lente à mesure que le temps de lixiviation augmente, ce qui avait déjà été observé sur de précédentes expériences menées sur des mortiers (Burlion et al. 2006), et qui est caractéristique de ce phénomène de lixiviation qui suit plutôt une cinétique de progression linéaire en fonction de la racine carrée du temps, caractéristique des phénomènes diffusifs. Cette progression s'observe aisément sur la Fig. 3. 14, qui présente d'une manière analogue à la Fig. 3. 11 l'intensité du niveau de gris le long d'une ligne de coupe radiale de la périphérie vers le cœur de l'éprouvette lixiviée. La distance reportée est exprimée en pixels (ici 1 pixel = 10,2 μm). 4 courbes présentent l'évolution des intensités en fonction de la durée de lixiviation (0, 11, 18 et 24 heures). L'avancée du front de lixiviation y est nettement visible. On notera à une distance de 25 pixels environ, qui est situé en sub-surface de l'échantillon, et qui va donc être très rapidement attaqué, la diminution de l'intensité du niveau de gris demeure faible à mesure que le temps de lixiviation progresse. Ainsi, la densité du matériau évolue peu à ce niveau entre 11 et 24 heures de lixiviation, l'affaiblissement de cette densité se produisant majoritairement entre l'état sain et 11 heures de lixiviation. Les propriétés mécaniques décroissent rapidement après le passage du front de lixiviation (dissolution de la portlandite), puis de manière plus lente au-delà (dégradation des CSH notamment). Dans la simulation proposée au §3.4 pour valider l'origine de la fissuration observée, le fait que l'augmentation de porosité soit très rapide lors du passage du front de lixiviation pourra justifier l'approche pragmatique consistant à considérer la matrice cimentaire dans 2 états uniquement : sain ou dégradé.

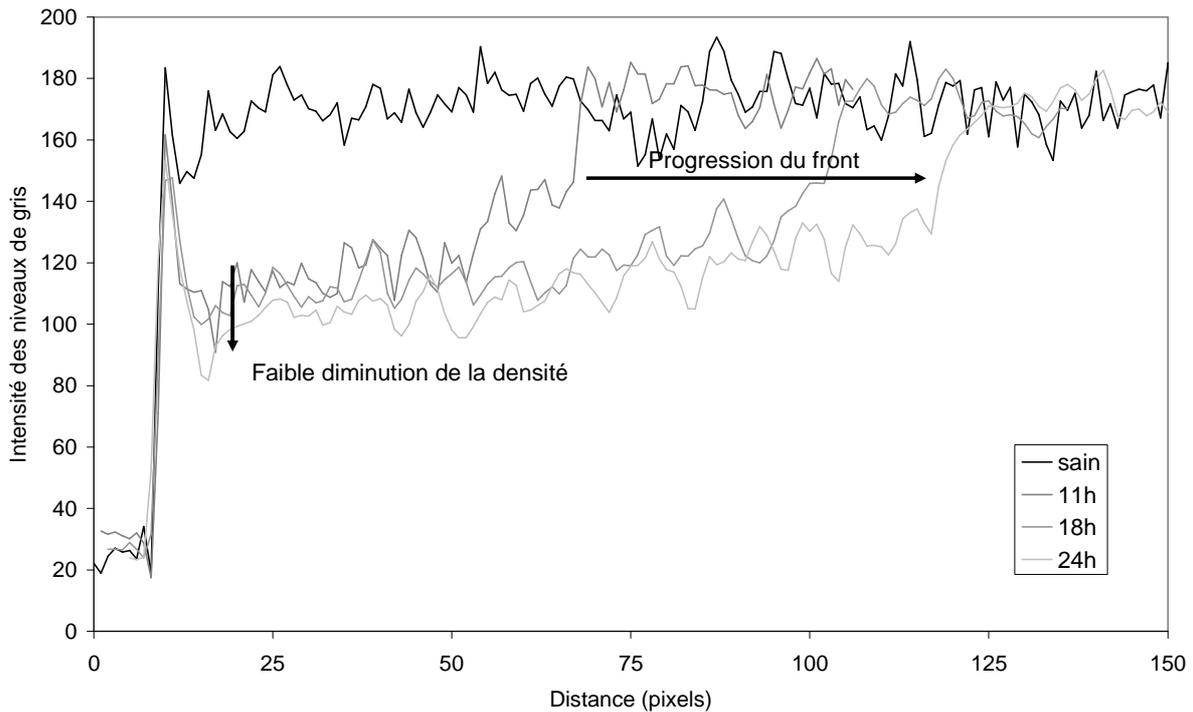


Fig. 3. 14 - Evolution de l'intensité des niveaux de gris sur une ligne de coupe radiale dans l'éprouvette à l'état initial, puis dégradé par lixiviation pendant 11, 18 et 24h

Au niveau de la microstructure, d'autres changements sont notables avec l'apparition progressive de fissures au sein de la matrice cimentaire lixiviée (Rougelot et al. 2008). Sur la Fig. 3. 9, après 11 heures de lixiviation, une nette fissure au niveau de la bille située au milieu à droite de la coupe est visible. Elle n'était auparavant pas présente et est donc une conséquence de la sollicitation chimique. Toutefois, bien qu'elle apparaisse clairement, une observation approfondie de la coupe met en évidence que la largeur de cette fissure reste très proche de la résolution de l'acquisition microtomographique.

La Fig. 3. 15 présente un zoom sur cette fissure en niveaux de gris (256 nuances). Chaque carré représente un sous échantillonnage des données obtenues par microtomographie (1 pixel = 10,2x10,2 μm). La partie droite de la figure correspond à l'extérieur de l'éprouvette et renseigne sur le bruit lors de l'acquisition. Il s'avère assez conséquent, certains pixels pouvant avoir une intensité de 60, comparé à 0 qui est l'intensité du noir absolu et 255 l'intensité du blanc. En appliquant un filtre binaire sur cette image qui a pour rôle de rendre tous les pixels dont l'intensité est supérieure à un seuil fixé « blancs », et « noirs » dans le cas contraire. Le seuil est choisi comme étant la plus petite valeur faisant apparaître l'« air » sur la coupe comme quasiment entièrement noir. Ce choix s'explique par la volonté de mieux distinguer les « vides » (absence de matière solide), et donc la fissuration. Les pixels

noirs isolés sont probablement engendrés par la décalcification, qui entraîne une augmentation de la porosité. La fissure quant à elle est ainsi plus nettement distinguable, et aurait une ouverture d'environ 1 à 2 pixels, soit 10 à 20 μm .

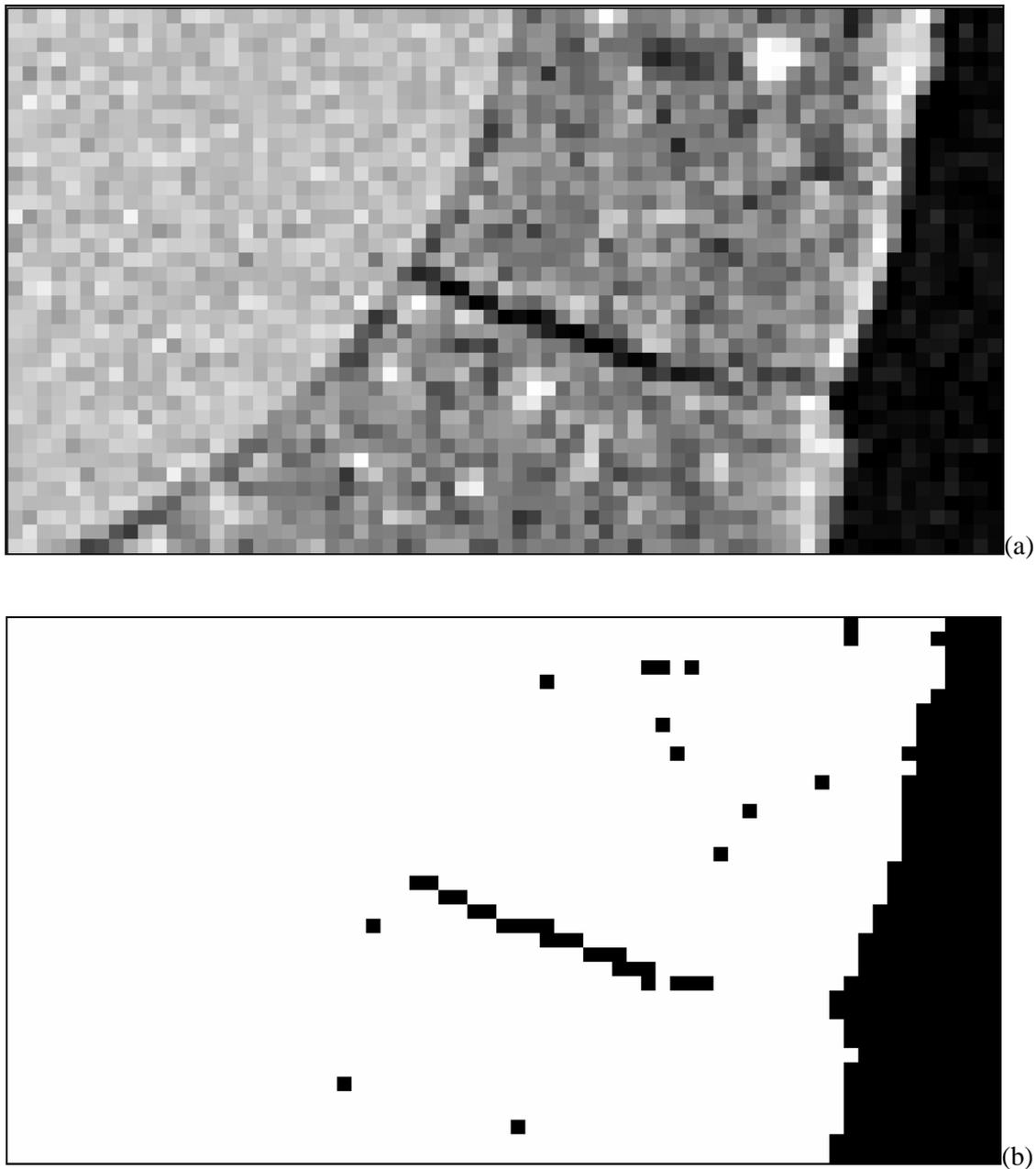


Fig. 3.15 - Zoom sur la fissure de la Fig. 3.9 : données brutes (a) et données filtrées (b)

Elle s'explique par l'existence de contraintes à ce niveau qui dépassent la résistance du matériau lixivié. Cependant, l'échantillon ne subit aucun effort mécanique externe lors de ces essais. Il existerait

donc un phénomène menant à ces contraintes. Plusieurs pistes expliquant ce phénomène peuvent être envisagées.

La première provient des conditions de maturation de l'éprouvette, qui est conservée, après 28 jours de maturation dans l'eau, dans des conditions sans échange d'eau possible avec l'extérieur, pendant 6 mois avant de réaliser cette lixiviation et les acquisitions microtomographiques. Or, durant cette période, l'hydratation du ciment se poursuit et vient consommer l'eau à disposition dans l'échantillon. Cela engendre une diminution de la saturation de l'éprouvette : l'éprouvette subit un phénomène d'autodesiccation. Cette dernière entraîne alors un retrait endogène qui génère un état de contraintes dans le matériau dû à la présence de granulats plus rigides que la matrice cimentaire qui se rétracte (Schlangen et al. 2007). Lors de la lixiviation, les caractéristiques mécaniques de la matrice cimentaire diminuent très fortement, réduisant sa résistance à la rupture de manière conséquente. Les contraintes existantes dues au retrait d'autodesiccation, auparavant en deçà de la résistance à la rupture de la matrice saine, pourraient se révéler plus grandes que la résistance de la matrice lixiviée, conduisant dès lors à cette fissuration.

Une autre piste peut également être soulevée. (Chen et al. 2006) ont ainsi montré que la décalcification d'un matériau cimentaire aboutissait à un retrait conséquent, principalement quand le rapport calcium sur silice du gel de CSH devient plus petit que 1,2. Ce retrait peut être attribué à 3 facteurs différents. Le premier est dû à un retrait induit par la polymérisation de silicates, rendue possible si un pont siloxane relie 2 régions ou surfaces adjacentes de CSH. L'établissement d'un tel pont peut se produire grâce au départ du calcium présent dans les interfeuilletts de CSH. Le deuxième s'explique par la réorganisation des CSH sous forme d'une structure plus dense rendue possible par la perte de cohésion résultant de ce départ de calcium dans les interfeuilletts. Enfin, aux stades avancés de décalcification, la précipitation et polymérisation de gel de silice issu de la décomposition des feuilletts de CSH peut aboutir à un retrait significatif. Ces retraitts peuvent alors engendrer des fissures verticales relativement larges alignées perpendiculairement à la surface, comme observées par (Faucon et al. 1998), dues à des retraitts différentiels de décalcification. Ce type d'apparition de fissuration est proche de celui observé pour des éprouvettes mises en séchage.

L'étude de la Fig. 3. 12 (18 heures de lixiviation) met en évidence l'apparition de nouvelles fissures, toujours localisées dans la partie lixiviée uniquement. Les principales sont cerclées de rouge et indexées par les lettres de A à J. Un classement de ces fissures peut être réalisé, suivant leur localisation. La première catégorie de fissures comprend celles qui sont situées entre la surface externe de l'éprouvette et une bille de verre. Les fissures A, E, F, H et J en font partie. La deuxième catégorie inclut les fissures entre 2 billes (I). La dernière regroupe les fissures qui apparaissent dans la matrice cimentaire sans pour autant qu'une bille soit présente sur la coupe (B, C, D et G).

La première famille de fissures semble être initiée par la grande différence de module d'Young qui existe entre la pâte lixiviée (module d'Young E d'environ 2000 MPa) et le granulat siliceux ($E = 73000$ MPa), et seraient donc un effet majoritairement local. En effet l'hypothèse retenue pour l'explication de ce phénomène, est que soit la précontrainte existante dans l'éprouvette saine, due au retrait endogène, soit les contraintes engendrées dans la matrice lixiviée par décalcification, doivent être reprise par les constituants du composite. Cependant, les agrégats très rigides comparés à la pâte de ciment, vont empêcher la libre déformation de la pâte de ciment, provoquant l'apparition de contraintes de traction orthoradiales autour des billes. Etant donné que la lixiviation diminue grandement la résistance de la matrice cimentaire, ces contraintes de traction vont donc s'avérer supérieures à la résistance en traction de cette pâte lixiviée, et conduire à une apparition de fissures. La validité de ce phénomène semble renforcée par le fait que les fissures semblent s'initier au contact de la bille et se propager vers la surface de l'éprouvette. En effet, la largeur de la fissure semble s'amenuiser à mesure que l'on s'éloigne du granulat, comme le montre la Fig. 3. 15, où la fissure apparaît nettement au contact de l'inclusion, et de moins en moins à mesure que l'on s'en éloigne.

Les fissures appartenant à la deuxième famille apparaissant entre deux billes voisines s'expliqueraient quant à elles par la proximité de ces billes, qui entraîne un chevauchement partiel des zones fortement sollicitées en traction à leurs périphéries. Au niveau de ce chevauchement, les contraintes seraient donc plus intenses, conduisant dès lors à une zone préférentielle d'apparition de fissures. La simulation proposée plus loin dans ce chapitre tendra à montrer cet effet.

Enfin, la troisième catégorie de fissuration serait causée par une différence de module d'Young entre la pâte lixiviée et la pâte saine, qui se comporte de manière sensiblement équivalente à une grande inclusion rigide au cœur de la pâte lixiviée. A la différence de la première catégorie, cet effet est plutôt structurel. D'autre part, la fissuration semble s'initier depuis l'extérieur vers l'intérieur de l'éprouvette. Nous pourrions aussi remarquer que les fissures C et D passent au travers d'inhomogénéités de la pâte (ciment non hydraté ou vide), tendant à prouver qu'elles vont être les causes de la localisation de la fissuration dans la pâte de ciment. Toutefois, une attention doit être portée à l'effet tridimensionnel qui est invisible sur une coupe bidimensionnelle. Ainsi, une fissure cataloguée dans la troisième catégorie pourrait être engendrée par la présence d'une bille à un niveau supérieur ou inférieur de la coupe, la fissure étant 3D, comme le montre la Fig. 3. 16 présentant une tranche reconstruite du composite au niveau des fissures E et F après 18 heures de lixiviation. Les fissures cataloguées dans cette dernière catégorie ne semblent pas être directement engendrées par des billes situées au dessus ou au dessous du niveau de la coupe.

Un effet structurel et un effet local expliquent donc les différentes observations réalisées sur l'apparition de la fissuration, dues à un dépassement des contraintes admissibles dans la pâte de ciment lixiviée. Ces contraintes proviennent manifestement du mode de conservation (retrait endogène) ainsi

que du retrait de décalcification. Ces hypothèses seront confrontées à une simulation numérique réalisée au §3.3.3 pour déterminer dans quelle mesure elles sont confirmées ou infirmées.

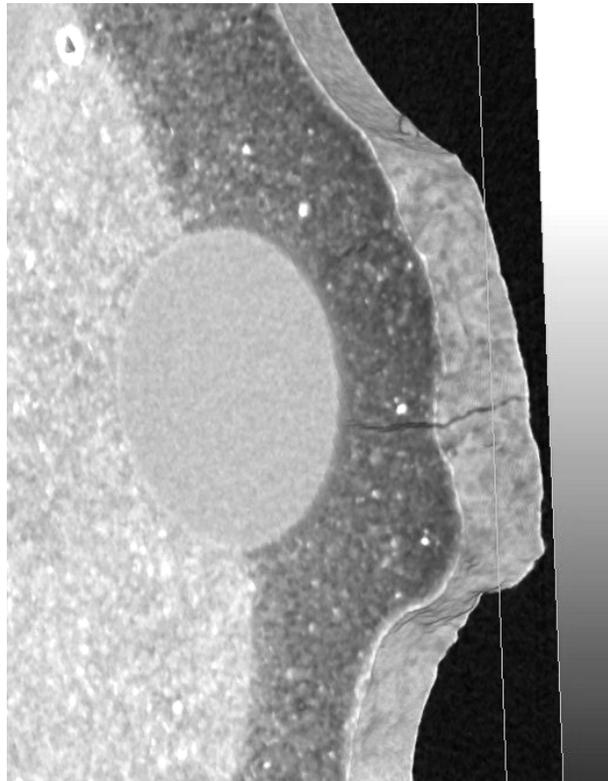


Fig. 3. 16 - Reconstruction 3D d'une tranche de composite (billes de 2mm) après 18 heures de lixiviation - Zoom sur le côté droit de la Fig. 3. 12

3.3.2.4 – Influence de la taille des inclusions rigides

L'étape suivante consiste à étudier dans quelle mesure le diamètre des inclusions influence le faciès de fissuration observable. A cet effet, une comparaison est proposée entre des coupes issues de reconstructions tridimensionnelles de composites :

- avec des inclusions de 1, 2 et 6 mm
- à 2 stades de lixiviation : un intermédiaire et un où la lixiviation est quasiment totale dans la coupe étudiée

Pour faciliter la visualisation des fissures, un filtre binaire est à nouveau appliqué aux coupes étudiées, avec un seuil permettant de supprimer le bruit d'acquisition et de réaliser la distinction entre partie solide (en blanc) et partie « vide » (en noir). La Fig. 3. 17 présente l'ensemble de ces coupes. Il est à noter que les dimensions de l'échantillon pour le composite avec des billes de 6 mm de diamètre ne

sont pas a priori suffisantes pour définir un volume élémentaire représentatif du matériau. Les conclusions qui seront tirées de l'analyse de ces coupes indiqueront des tendances générales. Des cercles rouges sont ajoutés à certaines coupes, afin de mieux localiser la fissuration lorsqu'elle s'avère peu ouverte.

Pour l'ensemble des composites, l'augmentation de la porosité de la matrice cimentaire par la décalcification lors de la lixiviation est clairement mise en évidence sur les coupes filtrées. Les pixels noirs dans la zone dégradée sont les témoins de ce phénomène. Ils sont de moins en moins nombreux à mesure que l'on se rapproche du centre de l'éprouvette, pour complètement disparaître au niveau de la matrice saine. Ceci est conforme avec les observations de la Fig. 3. 11 concernant les niveaux de gris rencontrés dans les zones saines et lixiviées.

Le composite avec des billes de 2 mm exhibe un réseau de fissures semblable à celui décrit dans le §3.3.2.3. Il tend à se développer entre les grains, ou entre les grains et la surface. Lorsqu'il est dans un état entièrement lixivié, le matériau exhibe de nombreuses fissures, dont l'ouverture peut aller jusqu'à environ 30 μm .

La réduction du diamètre à 1 mm pour les inclusions change notablement les observations. Pour l'état intermédiaire de dégradation, aucun schéma clair de fissuration n'est discernable à l'échelle d'observation. Quelques fissures sont détectables à la périphérie de l'échantillon, mais elles sont très peu ouvertes et demeurent proches du seuil de détection lié à la résolution de l'acquisition microtomographique. Le même constat peut être dressé lorsque l'éprouvette est entièrement dégradée. La diminution du diamètre serait donc à l'origine d'une diminution la taille moyenne des fissures. Cet effet pourrait s'expliquer par l'augmentation du nombre de billes au sein du matériau, leur fraction volumique (35 %) restant équivalente à celle des composites à billes de 2 et 6 mm. Ainsi, la fissuration engendrée par le retrait différentiel entre la matrice cimentaire dégradée et l'inclusion rigide, un nombre plus important de billes et une surface spécifique des billes plus élevée conduit à réduire localement l'intensité des contraintes engendrées. Il est rappelé que les fissures observées sur le composite à billes de 2 mm sont pour la plupart localisées entre la surface de l'échantillon et une bille ou encore entre 2 billes adjacentes. La quantité de tels lieux est bien plus élevée si l'on multiplie le nombre de billes au sein du matériau. La fissuration serait par conséquent plus répartie. Or, les déformations que subit la matrice cimentaire (retrait endogène et de décalcification) devraient demeurer identiques pour tous les composites, quelle que soit la taille des inclusions, car elles ne sont liées qu'aux caractéristiques de la pâte de ciment. Si les sites de fissuration sont plus nombreux, les ouvertures moyennes de fissures doivent alors diminuer, ce qui semble être le cas sur les résultats présentés sur la Fig. 3. 17.

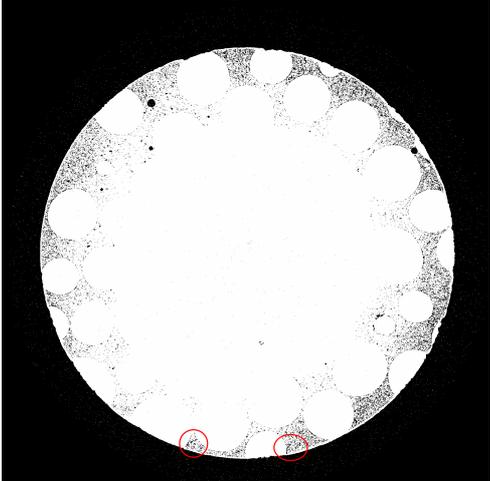
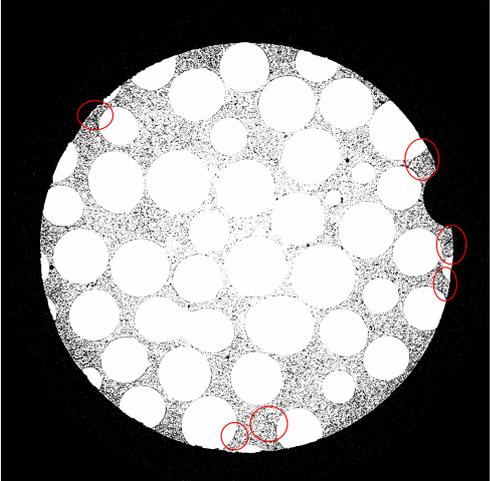
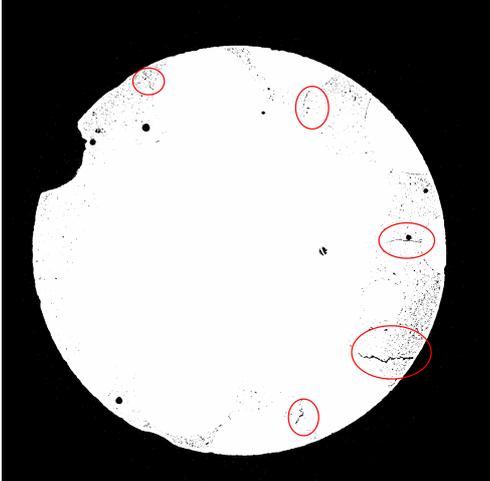
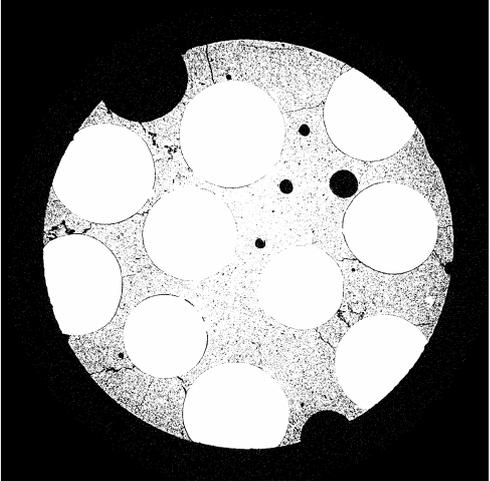
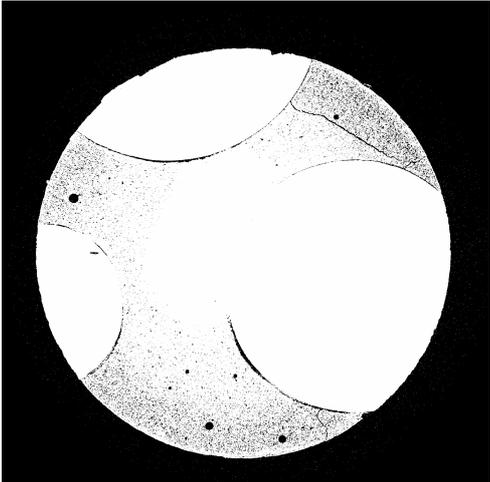
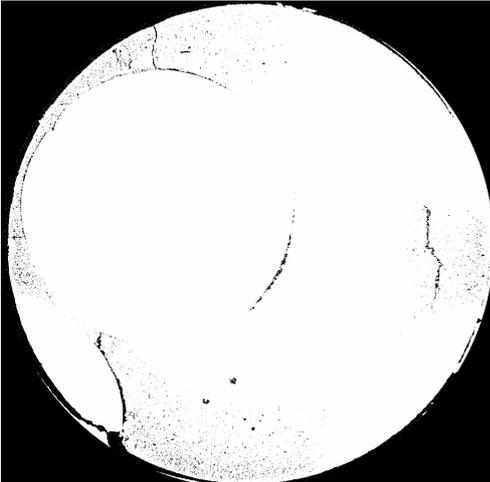
Billes	Lixiviation intermédiaire	Lixiviation totale
1 mm		
2 mm		
6 mm		

Fig. 3. 17 - Coupes microtomographiques filtrées de différents composites à différents stades de lixiviation

Une confirmation de cette hypothèse est recherchée sur les composites à inclusions de 6 mm. Le nombre de fissures doit se révéler plus faible que dans le composite à billes de 2 mm, mais leurs dimensions devraient être plus grandes. Une analyse des coupes microtomographiques semble valider cette hypothèse. En effet, dans le premier état de dégradation, seules 3 fissures principales sont visibles dont une dont la largeur est de plus de 30 μm . Le deuxième état montre le même type de comportement, à savoir peu de fissures dont l'une très ouverte. La non représentativité d'une telle éprouvette vis-à-vis de l'ensemble du composite doit cependant être prise en considération (billes de 6 mm pour un diamètre d'éprouvette de 8 mm), et ne peut permettre de conclure définitivement. Une tendance générale se dessine cependant, et le type de fissuration apparaît comme liée aux dimensions des inclusions rigides.

Une détermination quantitative des dimensions et nombre des fissures suivant les tailles d'inclusions pourrait être un moyen d'étayer les observations effectuées et présentées dans ce mémoire. Mais comme cela a déjà été précisé, cette quantification exacte reste difficile en l'état actuel, au vu de la complexité du matériau et du temps nécessaire au traitement de telles données. Elle est prévue dans les travaux ultérieurs d'exploitation de ces acquisitions microtomographiques.

3.3.3 – Validation par simulation numérique des hypothèses émises

Ce paragraphe présente une simulation numérique, par la méthode des éléments finis, du composite avec billes de 2 mm analysé par microtomographie au §3.3.2. Des approches modélisatrices, visant à décrire le comportement mécanique d'un ciment en cours de lixiviation, et basées sur des modèles élasto-plastiques (Ulm et al. 1999, Heukamp et al. 2003) ou tenant compte d'un modèle d'endommagement (Bangert et al. 2003, Nguyen et al. 2007b, Le Bellego et al. 2003) peuvent être envisagées. Pour valider les phénomènes physiques avancés dans l'apparition de fissures dans les matériaux lixiviés, une simulation prenant en considération un comportement élasto-plastique parfait de la matrice cimentaire dans deux états discrets (sain ou dégradé) est proposée dans ce paragraphe.

3.3.3.1 – Principes de la simulation par méthode des éléments finis

L'approche numérique proposée se veut résolument simple et constitue une première étape dans la modélisation des matériaux en cours de lixiviation, afin de bien mettre en évidence la physique de l'apparition des fissures, sans utiliser des lois de comportement dont nombre de paramètres sont difficilement accessibles expérimentalement. La résolution du problème fait appel à la méthode des éléments finis au travers du code de calcul CESAR-LCPC ®.

Le problème est traité sous un aspect bidimensionnel s'appuyant sur les coupes fournies dans les Fig. 3. 8, Fig. 3. 9, Fig. 3. 12 et Fig. 3. 13, qui sont représentatives des différentes possibilités géométriques

de disposition des billes au sein de l'échantillon, et qui permettent de suivre l'avancée du front de lixiviation. Une modélisation 3D aurait pu être envisagée mais complique l'analyse de la physique du problème et ne constitue pas une nécessité absolue dans cette approche. En effet, la longueur de l'échantillon est suffisamment grande par rapport à son diamètre pour n'étudier qu'une coupe transversale perpendiculaire à son axe, située loin des extrémités de l'échantillon pour que la progression du front de lixiviation soit essentiellement radiale. Une simplification du problème à 2 dimensions est alors acceptable en conditions de déformations planes. Ceci revient à considérer qu'aucune déformation n'est possible selon l'axe de l'éprouvette, ce qui n'est en réalité pas complètement avéré, l'éprouvette étant libre de se déformer dans les 3 directions sur toute sa surface externe. Toutefois, dans la partie centrale de l'éprouvette où est située la coupe utilisée, la présence des inclusions rigides (billes de verre) au dessus et en deçà de cette coupe limite la libre déformation de la matrice cimentaire et génère des contraintes aussi bien radiales et orthoradiales qu'axiales, qui seront prises en compte (mais surestimées) en déformations planes, contrairement aux conditions de contraintes planes qui aboutissait à les rendre nulles. Ainsi, l'hypothèse de déformations planes apparaît plus cohérente avec le problème étudié et sera donc retenue.

3.3.3.2 – Discrétisation géométrique du problème

Les coupes issues de l'analyse microtomographique du composite avec des billes de 2mm de diamètre, obtenues après différentes durées de lixiviation, servent de base à la simulation numérique proposée et doivent donc être géométriquement discrétisées. La géométrie étudiée avec le maillage utilisé pour résoudre le problème par la méthode des éléments finis est présentée sur la Fig. 3. 18. Les choix qui ont conduit à cette discrétisation sont expliqués à la suite.

Tout d'abord, la disposition des billes dépend des données issues de la microtomographie. Seules 7 billes utiles à la compréhension des phénomènes physiques sont discrétisées, et sont repérées par les numéros 1 à 7 sur la Fig. 3. 18.

L'interface entre les billes de verre et la matrice cimentaire doit aussi faire l'objet d'une prise en compte spécifique. En effet, ce type de granulats est quasiment parfaitement sphérique, non poreux, et possède une surface très peu rugueuse. Les caractéristiques d'adhérence à cette interface sont donc très faibles, comme cela a été étudié par (Bisschop & van Mier 2002, Shiotani et al. 2003). Ceci peut s'observer sur la Fig. 3. 12 où certaines billes en surface de l'éprouvette se sont désolidarisées de la matrice cimentaire au fur et à mesure de la lixiviation. Les propriétés de l'interface doivent donc être simulées au moyen d'éléments d'interface. Il est à noter que, dû à cette faiblesse de l'interface, une bille située au-dessus de la bille n°2 s'est également désolidarisée entre 11 et 18 heures de lixiviation. La discrétisation ne la fait pas apparaître : elle est remplacée par une aspérité de surface, contrairement à la bille 3 qui elle ne se désolidarise qu'après plus de 18 heures et qui est modélisée. Ceci permet

alors de compléter les dispositions possibles des billes au sein de l'éprouvette, en étudiant les rôles de l'aspérité de surface et d'une bille située sous une aspérité. Ainsi les résultats obtenus pourront être extrapolables à d'autres coupes présentant des dispositions géométriques différentes.

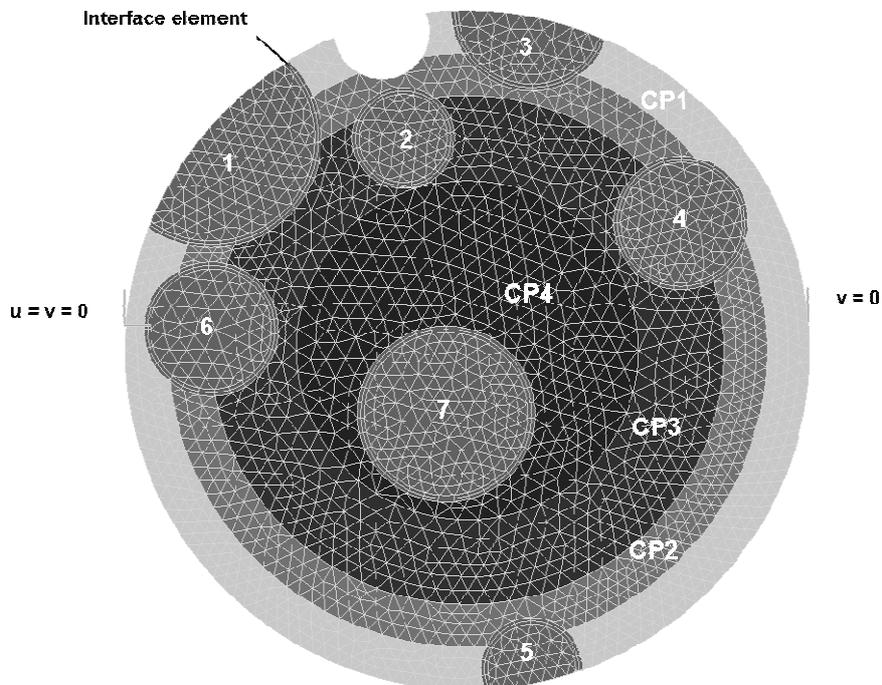


Fig. 3. 18 - Maillage utilisé pour l'approche numérique. Les billes sont numérotées de 1 à 7, les couches de CP1 à CP4. u et v représentent respectivement les direction horizontales et verticales dans le plan de la coupe

L'avancée du front de lixiviation fait également l'objet d'une discrétisation, pour tenir compte de sa progression. Comme évoqué précédemment, l'attaque chimique par le nitrate d'ammonium modifie très largement les propriétés mécaniques de la matrice cimentaire (cf. §3.3.3.3). Pour pouvoir rendre compte de cet effet, la matrice doit voir ses propriétés de résistance au fur et à mesure diminuées, de l'ordre d'environ 70% (Carde et François 1999). Cette diminution est observable même aux premiers stades de la lixiviation (Agostini et al. 2006). Ainsi, il est possible de considérer de façon pragmatique l'état de la pâte de ciment : elle est soit dans un état « sain » (propriétés mécaniques initiales), soit dans l'état « totalement lixivié » (propriétés dégradées).

La matrice cimentaire est alors décomposée en 4 couches successives, notées CP1 à CP4. Avant toute lixiviation, les 4 couches sont dans l'état « sain ». Puis, au fur et à mesure de l'avancée du front, les couches CP1, puis CP1 et CP2,... seront considérées dans l'état « totalement lixivié ». La couche CP1 a une épaisseur de 0,5mm (correspondant à environ 11 heures de lixiviation), la couche CP2

également (profondeur lixiviée : 1mm, correspondant à environ 18 heures de lixiviation). La couche CP3 a une épaisseur de 1mm, ce qui correspond lorsqu'elle est lixiviée à un front situé à 2mm de profondeur et donc à un peu plus de 24 heures de lixiviation. Enfin la couche CP4 correspond au centre de la coupe (2mm de rayon).

Les interfaces suivront également un processus de dégradation de leurs propriétés mécaniques avec l'avancée du front de lixiviation. Ainsi, si la partie lixiviée autour de la bille est de moins de 50%, l'interface est considérée saine. Dans le cas contraire, elle est considérée complètement dégradée.

Pour assurer la stabilité mécanique du problème étudié numériquement, des conditions aux limites visant à bloquer certains déplacements sont imposés en 2 points comme indiqué sur la Fig. 3. 18, qui assurent une libre déformation du matériau dans le plan de la coupe, ce qui correspond bien aux conditions aux limites imposées à l'éprouvette lors des expériences réalisées.

Le maillage utilisé se compose ainsi de 3850 éléments triangulaires à interpolation quadratique (triangles à 6 nœuds) et de 151 éléments d'interfaces à 6 nœuds (quadratiques) aux interfaces billes/pâte de ciment.

3.3.3.3 – Lois de comportement de la matrice cimentaire et des inclusions rigides

La discrétisation étant effectuée, les lois de comportements des différents constituants dans leurs deux états de dégradation (sain ou lixivié) doivent être choisies pour la simulation.

Les billes de verre suivent un comportement élastique linéaire, les contraintes appliquées restant faibles devant leur limite élastique, les effets différés étant négligés devant la durée réduite des essais de lixiviation. Le module d'Young d'un verre siliceux est de 73000 MPa pour un coefficient de Poisson d'environ 0,17 (Bridge et al. 1983). La silice n'étant pas affectée par l'attaque au nitrate d'ammonium, leurs caractéristiques restent constantes au cours de la lixiviation.

Le choix du comportement de la matrice cimentaire est primordial. De manière générale, une pâte de ciment est un matériau visco-élasto-plastique endommageable. Fautes de données exploitables, le comportement différé est négligé. En particulier, le fluage en traction n'est pas pris en compte. Pour pallier ce manque, la simulation du retrait endogène sera calée sur une valeur expérimentale disponible, traduisant le même état de vieillissement du matériau. Ici, l'effet du fluage sera bénéfique en relaxant une partie des contraintes liées à la présence des inclusions. La loi utilisée suivra un comportement élastique parfaitement plastique suivant le critère de Mohr-Coulomb, utilisé pour de nombreux matériaux dont le béton (Camborde et al. 2000). La prise en compte du caractère endommageable, et donc de l'apparition de la fissuration, ne sera pas prise en compte de manière directe dans la simulation. En effet, certains modèles permettent de relier l'endommagement aux variables plastiques pour les bétons (Frantzikonis et Desai 1987, Bourgeois et al. 2002). La

détermination des zones où une forte plasticité apparaît peut alors être vue comme des zones préférentielles d'apparition de la fissuration, d'autant plus si les contraintes de traction à ces endroits sont élevées, au vu du caractère fragile de la pâte de ciment en traction. Un modèle plus complexe et robuste, permettant d'aboutir à des résultats quantitatifs sur la quantité de fissuration produite par lixiviation par exemple, aurait pu être envisagé, mais ne fait pas l'objet de la présente étude de validation des phénomènes physiques conduisant à cette fissuration.

Les valeurs de module d'Young E , de cohésion C et d'angle de frottement interne φ (pour la modélisation de la plasticité selon le critère de Mohr-Coulomb) sont issues des travaux de (Carde et François 1999, Heukamp et al 2003), pour l'état sain et lixivié. Les déformations sont prises en considération sous forme d'une partie élastique et d'une partie plastique irréversible. L'angle de frottement interne est déduit du coefficient de friction δ par l'approximation $\delta = \sin \varphi$. Le coefficient de Poisson est pris égal à 0,24, en accord avec les valeurs généralement rapportées pour les pâtes de ciment entre 0,2 et 0,25 (Boumiz et al. 1996, Haecker et al. 2005). A cause du manque de données expérimentales sur le coefficient de Poisson pour l'état lixivié, il est supposé ne pas varier malgré la lixiviation.

Les éléments d'interface modélisent l'adhérence bille/pâte de ciment au travers d'un frottement de Coulomb, avec une faible valeur du coefficient de frottement, l'interface de transition, communément dénommée ITZ pour « Interfacial Transition Zone », ayant des propriétés mécaniques faibles (Carde et François 1997). La valeur de ces paramètres est extrapolée à partir des données disponibles dans la littérature ou mesurées sur les pâtes de ciment. Le module d'Young E' de l'interface montre une diminution d'environ 50% par rapport à celui de la pâte de ciment (Lutz et al. 1997, Yang 1998, Hashin and Monteiro 2002). La résistance à la traction R'_t est supposée très faible, à savoir 1,5 MPa initialement, et 1 MPa pour une interface lixiviée, sachant qu'une pâte de ciment de rapport E/C 0,5 montre un pic de résistance mesurée par traction par fendage de l'ordre de 3 à 3,5 MPa (§4.4.1). Une diminution de l'ordre de 50%, comme pour le module d'Young, y a donc été appliquée. Pour l'état lixivié, une valeur de 1 MPa a été retenue, traduisant l'effet de la lixiviation sur la diminution de la résistance à la traction. Concernant les valeurs de la cohésion c' et de l'angle de frottement φ' , des valeurs « faibles », traduisant la très faible adhérence, ont été choisies.

L'ensemble des valeurs utilisées dans la simulation est reporté dans le Tableau 3. 1 pour les constituants du composite dans les deux états de dégradation et dans le Tableau 3. 2 pour les éléments d'interface.

Tableau 3. 1 - Valeurs des propriétés mécaniques des constituants utilisés dans la simulation

	E (MPa)	ν	C (MPa)	φ (°)
Pâte de ciment saine	22800	0.24	17.1	54.9
Pâte de ciment dégradée	3600	0.24	1.3	34.1
Billes de verres	73000	0.17	-	-

Tableau 3. 2 - Propriétés des éléments d'interface

	E' (MPa)	R' _t (MPa)	C' (MPa)	φ' (°)
Interface saine	11400	1,5	2	35
Interface dégradée	1800	1	1	25

La séparation (écartement de la bille par rapport à la matrice) est autorisée et la condition de non-interpénétrabilité est imposée. Les simulations sont conduites en suivant les critères d'arrêt suivants : maximum de 1000 itérations et une tolérance de 0,1% pour la convergence de la solution.

3.3.3.4 – Contraintes subies par les matériaux

Les conditions de chargement des matériaux doivent être définies. Dans le paragraphe 3.3.2.3, deux origines de chargement ont été évoquées.

La première provient d'un retrait endogène initial induit par la méthode de conservation des éprouvettes. Ce retrait ne se produit que dans la matrice cimentaire, et non dans les granulats. La valeur de ce retrait peut être mesurée assez précisément sur des prismes 40x40x160 mm de pâte de ciment identique à la pâte de ciment utilisée dans la confection des composites, qui sont munis de plots de mesures. La procédure expérimentale de ces mesures de retraits linéiques est détaillé au §4.3.1. La mesure fait état d'un retrait endogène linéique de 300 microdéformations entre le début de conservation en conditions isohydriques et après 6 mois de conservation dans ces conditions. Du fait de l'isotropie de la pâte de ciment, elle subit donc ce retrait suivant tous ses axes. Ce retrait est appliqué à l'ensemble de la matrice cimentaire avant toute lixiviation. Notons que cette valeur sous-estime la valeur réelle du retrait de la pâte car elle tient compte de l'effet des granulats sur le retrait. En particulier, les granulats vont minimiser le retrait et induire de la fissuration dans certains cas.

La seconde origine des contraintes provient du retrait de décalcification. Les déplacements radiaux mesurés dans les travaux de (Chen et al. 2006) varient en fonction du rapport calcium sur silicium Ca/Si. La Fig. 3. 19 issue de ces recherches montre l'évolution de ce retrait en fonction de ce rapport pour des pâtes de ciment CEM I de rapport E/C 0,5. Dans notre simulation, seuls 2 états sont considérés : un état sain et un état totalement dégradé. La valeur du rapport Ca/Si doit donc être prise de manière à être représentative de l'état dégradé. Une valeur de 5500 microdéformations correspondant à une valeur de Ca/Si de 0,5 est supposée adéquate pour la simulation de l'état dégradé, où toute la portlandite et une partie des CSH ont été lixiviés.

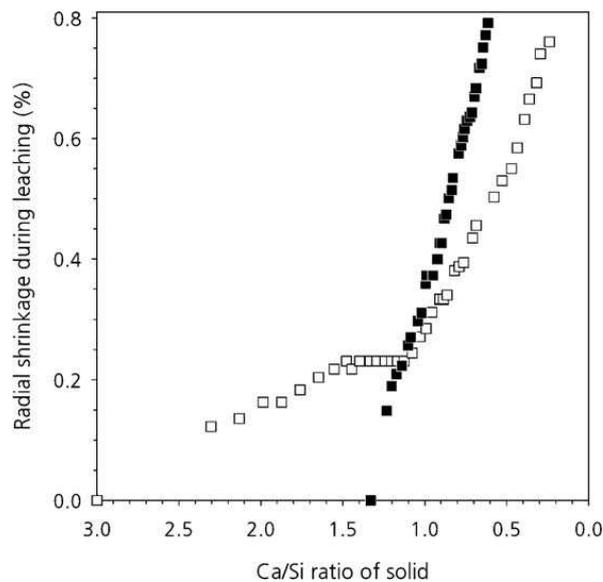


Fig. 3. 19 - Evolution du retrait radial de décalcification en fonction du rapport Ca/Si pour des pâtes de ciments CEM I de rapport E/C 0,5 sans (carrés blancs) ou avec fumées de silice (carrés noirs) (Chen et al. 2006)

Cependant, ce retrait est mesuré sur des éprouvettes lixiviées. Dans notre simulation, ce retrait sera appliqué sur la couche de l'échantillon qui sera dégradé à l'étape considérée. Par exemple, pour l'étape sans lixiviation, aucun retrait de décalcification ne sera appliqué. A l'étape où la couche CP1 sera lixiviée, cette couche sera dans un premier temps soumise à ce retrait, puis dans un second temps ses propriétés mécaniques seront réduites. L'application du retrait se fait donc sur du matériau sain, et doit aboutir à un retrait de 5500 microdéformations sur le matériau dégradé. Pour avoir l'équivalence, étant donné que le module d'Young sain est environ 6 fois plus grand que celui dégradé pour la pâte de ciment, le retrait appliqué doit être réduit d'autant. Un retrait de 900 microdéformations sera donc appliqué dans notre simulation.

3.3.3.5 – Résultats des simulations numériques

Pour analyser clairement les résultats de la simulation, diverses lignes de coupe, où les évolutions dans la pâte de ciment et les billes de verre sont observables, sont examinées. Ces lignes, repérées de AA' à FF' et de GM à JM sur la Fig. 3. 20, donnent une vue plus précise de l'évolution des contraintes et déformations calculées au cours de la lixiviation. Les variations des valeurs étudiées le long de ces lignes ont été analysées. Cependant, une représentation sous forme d'isovaleurs a été choisie. En effet, cette forme permet de représenter l'évolution des différentes valeurs de manière plus globale et plus aisément lisibles. Les lignes de coupes ont eu pour rôle de confirmer les observations possibles sur ces isovaleurs, et leur emplacement est donné afin d'expliquer la démarche d'analyse des résultats, et les endroits au sein de la coupe qui méritent d'être étudiés avec attention. La coupe JM sera d'ailleurs présentée car elle apporte des renseignements supplémentaires à ce qui est visible sur les isovaleurs.

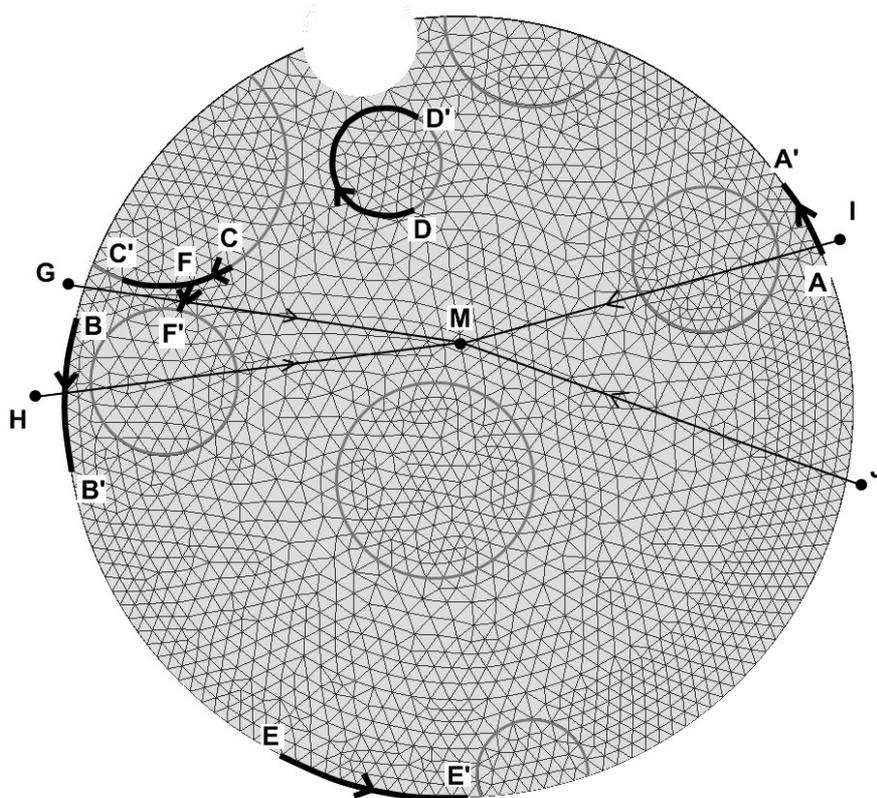


Fig. 3. 20 - Localisation des lignes de coupes (AA' à FF' et GM à JM). Les flèches indiquent l'orientation locale de la coupe.

L'orientation de ces lignes de coupes est donnée par les flèches sur la Fig. 3.14. L'origine est le premier point de la dénomination de la ligne (H est l'origine de la ligne HM par exemple) et l'extrémité le second point (à savoir M dans le cas ci-dessus). Dans les paragraphes suivants, le terme

« position sur la coupe » désigne les coordonnées sur l'axe dans le repère local défini par le sens de la ligne de coupe.

Les valeurs étudiées sont les contraintes et la norme des déformations plastiques, après chaque étape de lixiviation. Elles sont utilisées pour déterminer les zones préférentielles d'apparition de la plasticité, et les évolutions de contraintes dans l'éprouvette induites par l'attaque chimique. La norme des déformations plastiques $\|\varepsilon_p\|$ est définie par l'équation 3.3

$$\|\varepsilon_p\| = \sqrt{\varepsilon_{I_p}^2 + \varepsilon_{II_p}^2} \quad (3.3)$$

où ε_{I_p} et ε_{II_p} sont les déformations plastiques principales dans le plan de la coupe étudiée.

De plus, les déformations volumiques, dans le domaine élastique, peuvent être étudiées pour chaque nœud du maillage, et sont reliées aux contraintes par l'équation 3.4 :

$$\frac{\Delta V}{V} = tr(\varepsilon_e) = \frac{3(1-2\nu)(\sigma_I + \sigma_{II} + \sigma_{III})}{E} \quad (3.4)$$

avec ε_e le tenseur des déformations élastiques, σ_I , σ_{II} et σ_{III} les contraintes principales, $\frac{\Delta V}{V}$ la variation de volume, E le module d'Young et ν le coefficient de Poisson. Ceci fournit des renseignements sur une éventuelle diminution des déformations élastiques, dues à une diminution des contraintes calculées, et potentiellement la tendance qu'aurait une fissure (dont la présence est approximée dans notre simulation par une zone de plastification importante) à se refermer. Notons ici que l'utilisation d'un modèle endommageable nécessiterait de régulariser le problème, du fait du caractère localisé du phénomène d'endommagement. Une régularisation par l'utilisation d'un modèle non local (Pijaudier-Cabot et Bode 1992), ou avec effet du gradient (Peerlings et al. 1995).

3.3.3.5.1 – Effet du retrait endogène

La première série de simulations est réalisée en ne tenant compte que des précontraintes existantes à l'état initial dues au retrait endogène. Le retrait de décalcification n'est donc pas simulé dans tout ce paragraphe. La matrice cimentaire de la coupe de référence est donc soumise au retrait de 300 microdéformations initialement. A cette étape, la simulation numérique montre que l'échantillon est soumis à des contraintes importantes, principalement autour des granulats, comme cela est visible sur la Fig. 3. 21 qui présente les contraintes principales en chaque nœud du maillage sous la forme de barres proportionnelles en longueur à l'intensité des contraintes, et orientées selon les directions principales. Une grande partie de la matrice cimentaire est dans un état de traction, les inclusions sphériques rigides empêchant un retrait libre pendant la maturation. Respectivement, les granulats sont quasiment exclusivement soumis à de la compression, le retrait endogène agissant comme une sorte de

pression autour d'eux. Physiquement, la différence de module d'Young entre la pâte de ciment et le verre explique ce phénomène, les déformations étant plus grandes dans la pâte de ciment. Cependant, aucune zone de plasticité n'apparaît dans la matrice. Cette preuve tend à confirmer les observations visuelles réalisées sur Fig. 3. 8, où aucune fissure n'était détectable à l'échelle de l'observation (résolution de 5,1 μm).

A l'étape suivante (correspondant à environ 11 heures de lixiviation), la première couche externe (CP1, épaisseur 0,5 mm) est considérée totalement dégradée et ses propriétés mécaniques sont uniformément dégradées. La Fig. 3. 22 présente les zones d'apparition de plasticité dans l'échantillon sous forme d'isovaleurs. Sur cette figure, une couleur plus sombre signifie une plus haute valeur de la norme des déformations plastiques. Ces zones sont situées à proximité des inclusions rigides à la périphérie de l'éprouvette. En effet, comme souligné précédemment, les zones subissant des fortes contraintes de traction correspondent à cette localisation, où les libres déformations de la matrice cimentaire sont empêchées. Par l'effet de l'attaque chimique par le nitrate d'ammonium, la résistance du ciment diminue très fortement. La surface de charge plastique est donc d'abord atteinte en ces lieux, et une potentielle fissuration s'y produit.

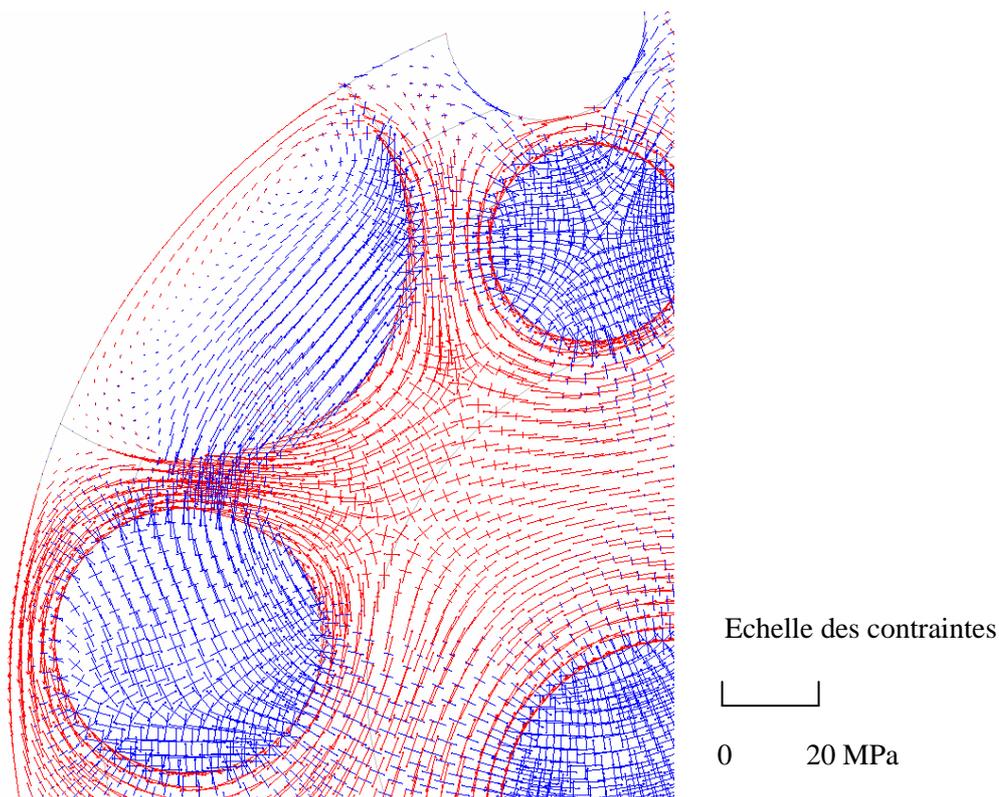


Fig. 3. 21 - Représentation du tenseur des contraintes principales dans le plan de la coupe en chaque noeud du maillage. Les barres sont orientées selon les directions principales et leur longueur est proportionnelle à

l'intensité des contraintes (en rouge : traction, en bleu : compression). Les contraintes axiales ne sont pas représentées.

Les inclusions en sub-surface de l'éprouvette (numérotées 4 et 6 sur la Fig. 3. 18) conduisent aux plus grandes déformations plastiques pendant la lixiviation de la première couche. La faible épaisseur dans cette zone de la matrice cimentaire (là où la distance entre la bille et la surface de l'éprouvette est la plus petite) semble être à l'origine de cette localisation, du fait de la faible « section » résistante.

Les états de contraintes issus de cette étape sont, lors de la lixiviation de la couche suivante (18 heures d'attaque chimique), les contraintes initiales appliquées. Les déformations plastiques sont également conservées. La couche CP2 est alors considérée comme totalement dégradée. L'état de dégradation généré est semblable à celui obtenu expérimentalement par analyse microtomographique (Fig. 3. 12). La Fig. 3. 23 donne une représentation des isovaleurs de la norme des déformations plastiques autour des inclusions n°s 1, 2 et 6. En ce qui concerne les zones fortement plastifiées, la remarque faite lors de la lixiviation de la couche CP1 demeure valable : elles sont situées principalement autour des inclusions rigides pour les mêmes raisons. D'autre part, une bonne concordance qualitative existe entre la localisation de ces zones obtenues par simulation numérique et les lieux où des fissures sont visibles sur la Fig. 3. 12, qui va être analysée dans la suite.

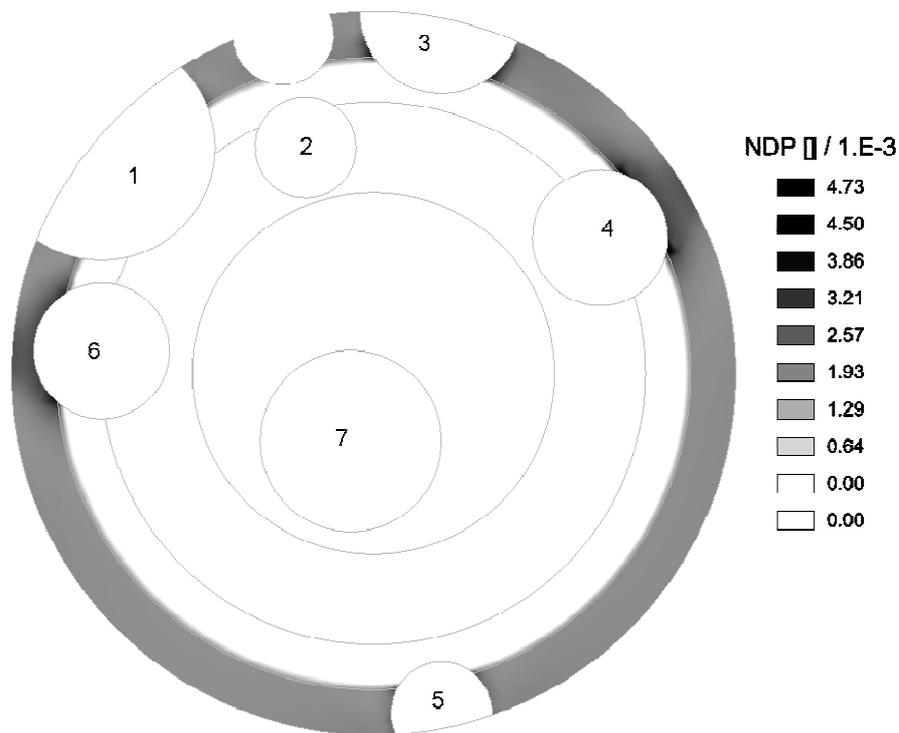


Fig. 3. 22 - Isovaleurs de la norme des déformations plastiques (NDP) après lixiviation de la couche CP1.
L'échelle est donnée à la droite du schéma (de 0 à $4,73.10^{-3}$)

Un zoom sur la bille numérotée 6 (Fig. 3. 24) permet de comparer plus précisément les résultats de la simulation à ces observations expérimentales. Ainsi, une grande concordance existe entre les zones où les déformations plastiques sont importantes et la localisation des fissures. En particulier, la fissure repérée par la lettre (b) sur la Fig. 3. 24 est parfaitement simulée. En outre, en étudiant plus attentivement les inclusions 1 et 6, la plus grande norme de déformations plastiques se situe sur le long du chemin le plus court entre leurs surfaces respectives (fissure (a) de la Fig. 3. 24). Les deux inclusions tendent chacune à limiter le retrait libre de la pâte de ciment soumis au retrait endogène. Leur proximité crée un chevauchement des zones plastiques engendrées par chacune d'entre elles, issues de contraintes de traction élevées dans cette zone comme le confirme la Fig. 3. 21. Cette proximité semble bien être la cause de l'état de contraintes observées, l'étude des interactions entre billes plus éloignées (billes 1 et 2, ou encore billes 2 et 3) montrant une plastification bien plus faible.

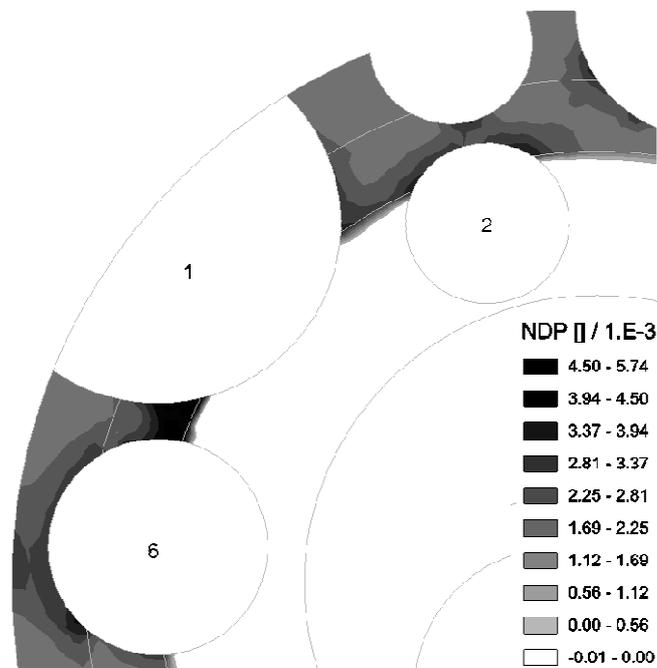


Fig. 3. 23 - Isovaleurs de la norme des déformations plastiques au niveau des inclusions 1,2 et 6 après lixiviation de la couche CP2.

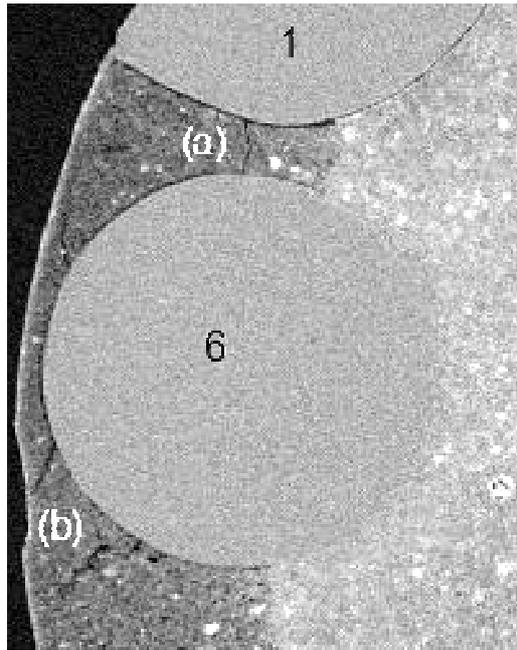


Fig. 3. 24 - Zoom issu de la Fig. 3. 12 (issue de la microtomographie) sur les inclusions 1 et 6 après 18 heures de lixiviation: fissure entre les inclusions (a) et fissures entre une inclusion et la surface de l'éprouvette (b).

Une autre remarque peut être réalisée sur l'apparition de plasticité à proximité de l'inclusion n°4 par l'étude de la ligne de coupe IM - Fig. 3. 20, qui passe au travers de la zone à fortes déformations plastiques. La norme des déformations plastiques se révèle plus importante au contact de la bille, et diminue à mesure que l'on se rapproche de la surface externe de l'éprouvette. Cela pourrait s'expliquer car les contraintes de traction deviennent de plus en plus grandes si l'on est proche de la surface de l'inclusion, et semble conforme aux précédentes observations. Cependant, en étudiant le profil de déformations plastiques le long de HM (qui passe par la bille n°6, mais par le chemin le plus court entre cette bille et la surface de l'éprouvette, et non par la zone où la déformation plastique est maximale), il apparaît que la norme des déformations plastiques est plus importante à la surface de l'éprouvette qu'à la surface de l'inclusion. Un autre effet semble donc se produire.

Une étude du profil JM, passant dans de la pâte de ciment relativement éloignée des granulats, et donc sensiblement peu affectée par leur rôle, révèle que le maximum des déformations plastiques se situe plutôt sur la partie externe de l'échantillon. Deux effets distincts seraient donc à l'origine de la fissuration, l'un provenant des inclusions rigides, l'autre de la pâte de ciment elle-même. Le premier se manifeste autour de chaque inclusion où les fissures apparaissent. En effet, elles sont légèrement plus larges proche de l'inclusion, et se rétrécissent à mesure que l'on s'en éloigne. La fissure (a) (Fig. 3. 24) illustre ce phénomène. Ce phénomène est donc plutôt local. Le second effet se voit sur la Fig. 3. 25, qui est un zoom sur la matrice cimentaire après 24 heures de lixiviation et à l'écart des inclusions.

Les fissures ont tendance à s'y initier depuis la surface externe de l'éprouvette. La cause est la différence de module d'Young entre les couches saines et lixiviées, et donc être un effet structurel. La fissuration (ou les déformations plastiques dans notre simulation) résulte donc d'une addition de ces deux effets physiques. Proche des inclusions, l'effet local y prédomine, tandis que le second prend le pas dans les zones où les inclusions sont absentes. Ce second effet est plus précisément mis en évidence et étudié dans le paragraphe 3.3.3.5.3 qui traite de la lixiviation de composites où les inclusions rigides sont remplacées par des inclusions « souples » (billes de polystyrène).

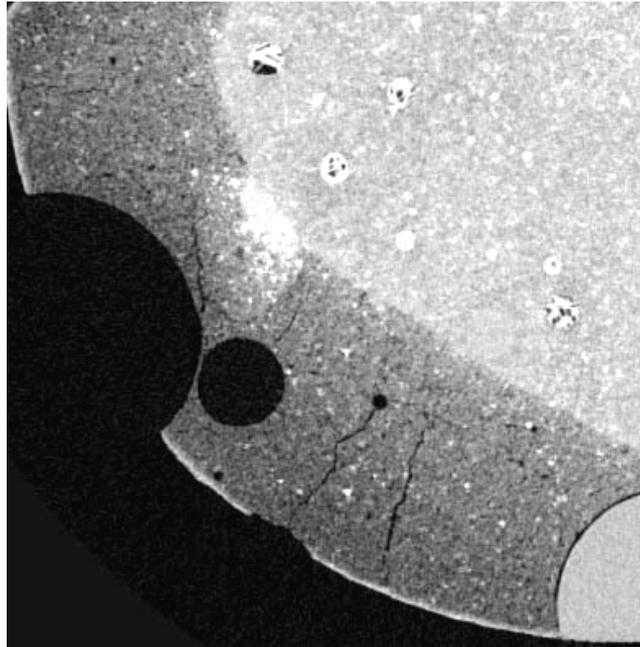
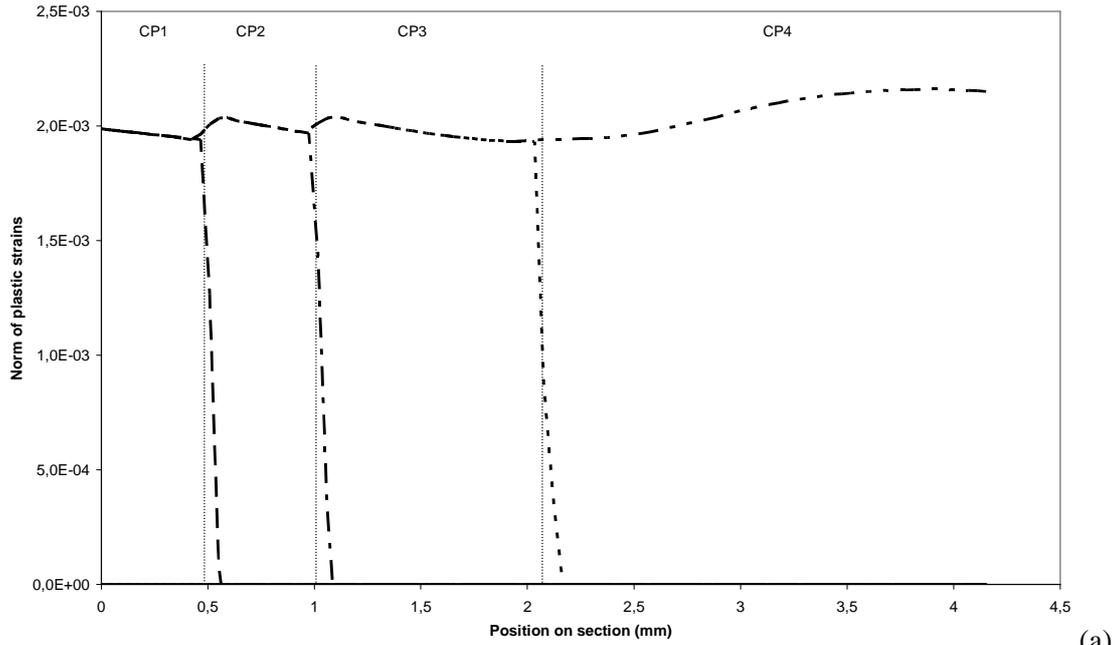
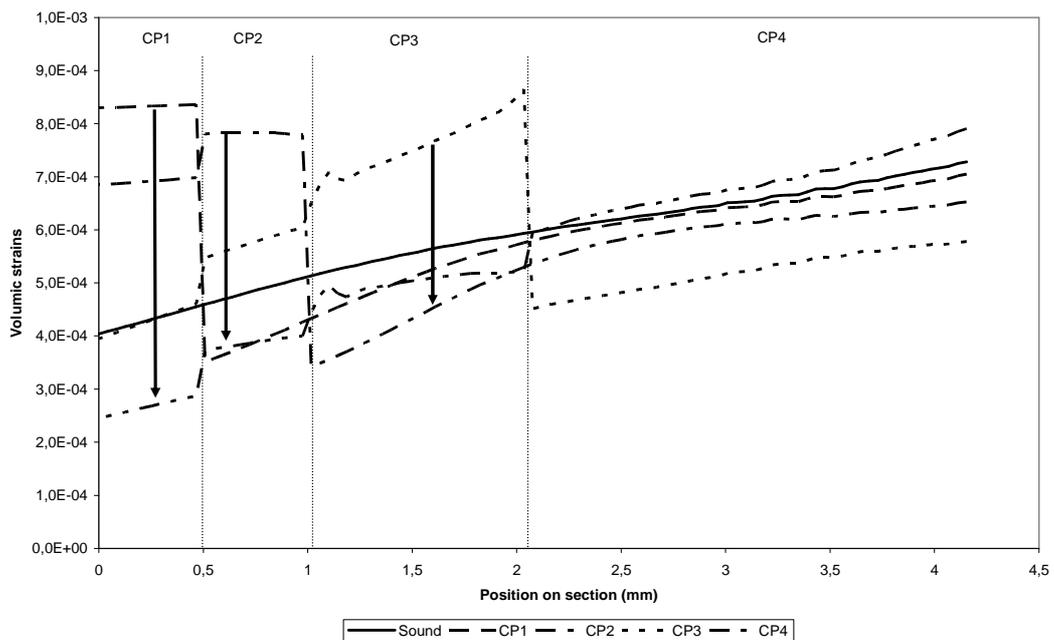


Fig. 3. 25 - Zoom (issu de la Fig. 3. 13) sur la matrice cimentaire loin de l'effet des inclusions après 24 heures de lixiviation.

Les valeurs de la norme des déformations plastiques, dans les endroits où il n'y a pas d'effet local, s'avèrent globalement identiques, alors qu'en réalité, les fissures dans la pâte de ciment sont locales. La nucléation des fissures est probablement engendrée par un défaut local de cette matrice cimentaire (présence d'un grain de ciment anhydre, ...). Ceci n'est pas pris en considération dans cette simulation, pour laquelle la pâte de ciment est considérée homogène. La dégradation par lixiviation se poursuit ensuite de manière analogue pour les couches suivantes (CP3 puis CP4). Les zones plastiques à la périphérie de l'échantillon, engendrées lors de la lixiviation des zones CP1 et CP2, n'évoluent plus. La plasticité progresse uniquement dans les nouvelles couches lixiviées (CP3 et CP4).



(a)



(b)

Fig. 3. 26 a et b - Evolution pendant la lixiviation (état sain en —, CP1 dégradé en ---, CP2 dégradé en - - - , CP3 dégradé en - - - et entièrement dégradé en - - - -) de la norme des déformations plastiques (a) et des déformations volumiques (b) le long de la ligne de coupe JM. Les flèches traduisent la diminution des déformations élastiques au cours de la lixiviation (quand les déformations plastiques n'évoluent plus). Les indications CP1, CP2, CP3 et CP4 dans la partie supérieure des courbes schématisent l'emplacement des différentes couches traversées par la ligne de coupe JM.

Un phénomène intéressant doit être souligné et est mis en évidence par l'examen de l'évolution de la norme des déformations plastiques en parallèle de celle des déformations principales sur la section JM aux différentes étapes de lixiviation (Fig. 3. 26 a et b). Une fois la couche CP1 dégradée, les contraintes dans cette couche diminuent fortement. Cela est dû à la dégradation de ses propriétés mécaniques, qui engendre par la même occasion une augmentation de la déformation plastique (Fig. 3. 26a). A l'étape suivante, pendant la lixiviation de la couche CP2, le même phénomène s'y produit. Cependant, en observant le comportement de CP1 à cette même étape, les déformations plastiques n'y évoluent plus. De plus, la somme des déformations principales, qui sont des déformations élastiques la surface de charge plastique n'étant pas atteinte (la valeur des déformations plastiques n'évolue pas), tend à diminuer légèrement. Ainsi, quand CP2 est dégradée, des relaxations de contraintes existent au sein de la couche CP1. Une fissure dans la couche CP1 aurait donc tendance à se refermer quand les couches suivantes sont lixiviées, la somme des déformations diminuant. Cette hypothèse semble également vérifiée lors de la dégradation de CP3 et CP4 (Fig. 3. 26b). Les flèches sur cette figure indiquent la diminution des déformations volumiques (lorsque la norme des déformations plastiques n'évolue plus, comme montré sur la Fig. 3. 26a) avec la progression du front de dégradation. Une analyse d'autres lignes de coupe montre un comportement similaire. Cette tendance numériquement observable n'a pas encore pu être vérifiée expérimentalement, cela nécessitant le recalage complexe des différents scans d'une même éprouvette aux différentes étapes de lixiviation.

3.3.3.5.2 – Effet du retrait de décalcification

Une seconde série de simulations est maintenant effectuée en prenant en compte à la fois le retrait endogène et le retrait de décalcification, afin de déterminer les conséquences sur les résultats numériques. Ce retrait est appliqué à la couche qui doit être lixiviée dans l'étape considérée, juste avant de procéder à la réduction de ses propriétés mécaniques. Une comparaison est alors menée entre les isovaleurs de la norme des déformations plastiques avec (Fig. 3. 27a) ou sans (Fig. 3. 27b) prendre en compte ce retrait de décalcification. La réponse de l'échantillon sous retrait de décalcification seul est aussi calculée (suppression du retrait endogène initial) (Fig. 3. 27c).

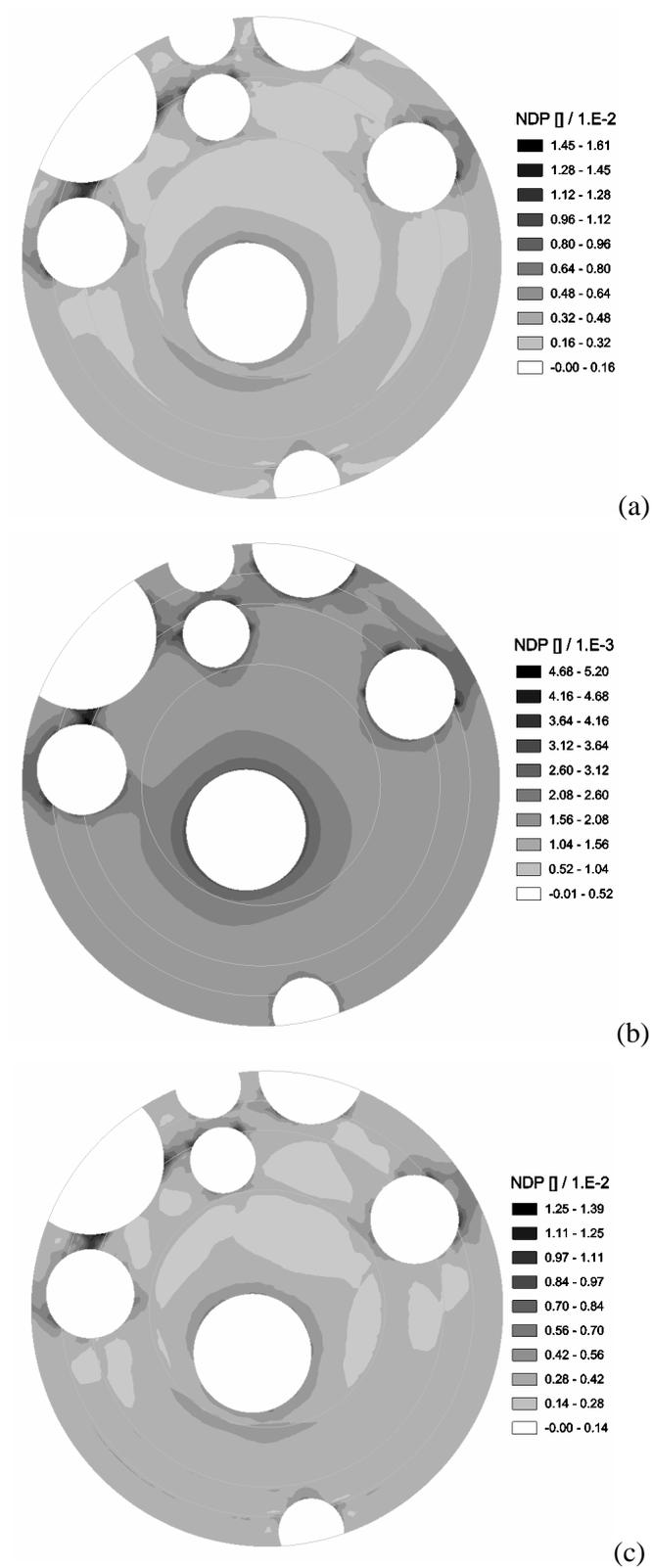


Fig. 3. 27 - Isovaleurs (échelles différentes) de la norme des déformations plastiques pour un échantillon totalement lixivié avec retrait : (a) endogène et de décalcification, (b) endogène seul, (c) de décalcification seul.

Quelques conclusions partielles peuvent être énoncées : premièrement, l'ajout du retrait de décalcification tend à augmenter les déformations plastiques observées dans la simulation où seul le retrait endogène est modélisé. Il ne modifie pas sensiblement la distribution qualitative des zones à grandes déformations plastiques, qui restent localisées autour des granulats. Il agit principalement en augmentant les effets du retrait endogène initial. De plus, si ce retrait endogène est supprimé, des résultats comparables sont obtenus. La comparaison avec la forme du réseau de fissures observées par le biais de la microtomographie tend à démontrer que à la fois ce retrait de décalcification et le retrait endogène initial peuvent aboutir aux mêmes résultats. Si la plasticité apparaît dans la couche lixiviée, la matrice saine demeure dans son domaine de comportement élastique linéaire. L'addition ou non d'un retrait dans la couche devant être lixiviée à l'étape suivante ne modifie que le niveau des contraintes élastiques.

Ainsi, les simulations menées avec le retrait endogène ou le retrait de décalcification aboutissent à des résultats très semblables car leur action physique est équivalente (précontraintes issues de retrait différentiel entre matrice et inclusions rigides dans le matériau sain, plus faibles que sa résistance mécanique → lixiviation → dégradation des propriétés mécaniques → précontraintes supérieures à la résistance du matériau dégradé → apparition de plasticité/fissures). Les résultats issus du paragraphe précédents peuvent donc être étendus aux simulations avec retrait de décalcification. On pourra noter que ce retrait de décalcification apparaît prédominant ; la valeur de ce retrait étant plus important.

3.3.3.5.3 – Effet structurel : étude d'un composite à billes de polystyrène

Afin de compléter et d'obtenir une meilleure analyse de l'effet structurel évoqué précédemment, l'effet dû aux inclusions rigides doit être supprimé. Cette configuration est équivalente à un composite à matrice cimentaire composé de pâte de ciment et de billes de polystyrène, ces dernières ne participant pas à la résistance mécanique de l'ensemble (matériau très déformable), mais permettant de générer des vides aux dimensions souhaitées. Un tel composite est alors fabriqué et est soumis au même processus de lixiviation et de suivi microtomographique que les composites avec billes de verre, et servira de validation expérimentale. La Fig. 3. 28 présente une coupe issue de l'analyse microtomographique de ce composite après 24 heures de lixiviation. Les billes de polystyrène, très peu denses comparativement à la matrice cimentaire lixiviée ou non (environ 20 kg/m³), sont transparentes aux rayons X. Elles apparaissent donc en très sombre sur la figure, comme une bulle d'air. Aucune fissures engendrée par effet local d'inclusion n'y est visibles (pas de fissuration entre deux inclusions proches, entre une inclusion et la surface de l'éprouvette,...). En revanche, il est possible d'observer des fissures provenant de la surface externe de l'éprouvette et se propageant vers le cœur de l'échantillon, notamment dans la partie haute de la figure. L'initiation se produit au niveau des aspérités produites par les billes de polystyrène présentes en surface, ou par les bulles d'air incluses.

Ainsi, l'existence d'un autre effet que celui dû à un retrait empêché entre la matrice de ciment et une inclusion plus rigide semble être mise en évidence.

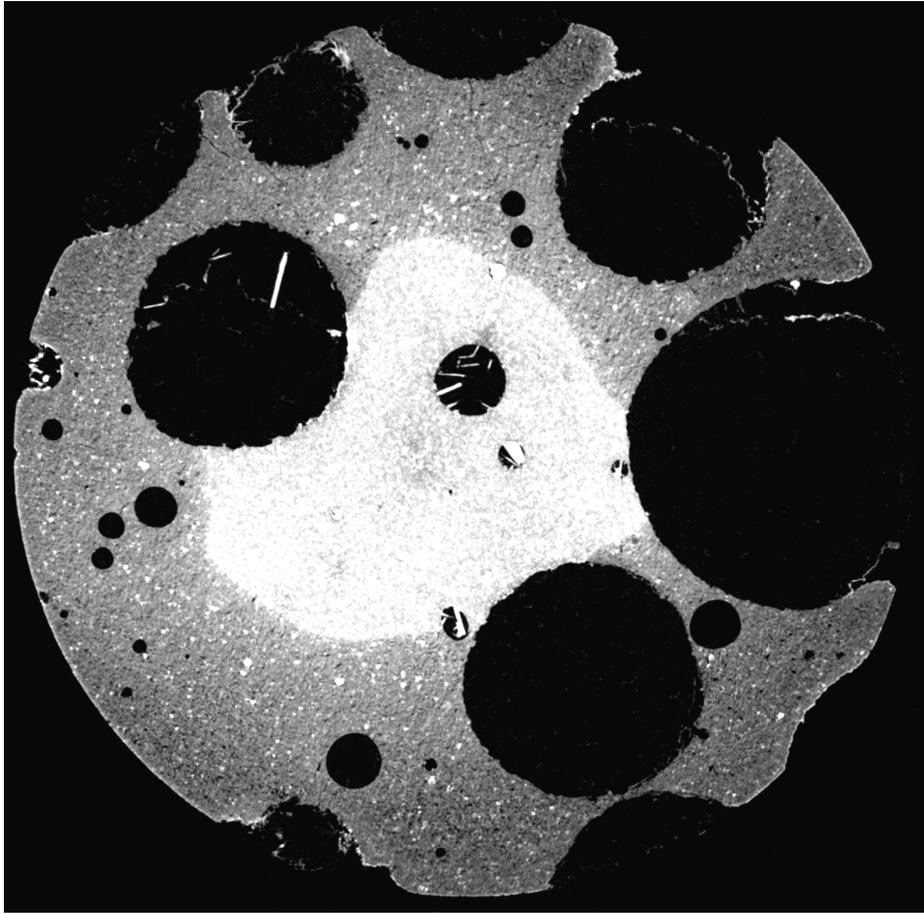


Fig. 3. 28 - Coupe d'un composite polystyrène-ciment lixivié pendant 24 heures. Le diamètre des billes de polystyrène utilisées est de 2mm, le diamètre du composite étant de 8mm.

Une nouvelle simulation numérique est réalisée pour confirmer ces observations. La même géométrie de référence que celle étudiée précédemment pour le composite à billes de verre (Fig. 3. 18) est maintenant simulée en remplaçant les billes de verre par des vides. Les éléments d'interface sont donc également retirés. L'existence de contraintes au sein de la matrice cimentaire, pouvant aboutir à de la fissuration, sera alors uniquement rendu possible par une différence de module d'Young entre la pâte de ciment saine et lixiviée.

Néanmoins, les conditions de déformations planes utilisés dans la simulation des composites à billes de verre, qui convenaient bien à l'étude, sont ici plus discutables. En effet, la matrice sera plutôt à l'état sain dans un état de compression et non de traction, l'absence d'inclusions rigides ne générant plus de contraintes de traction en son sein par effet de retrait empêché local. Or, l'hypothèse de

déformations planes génère des contraintes de traction axiale et pourrait aboutir à des résultats erronés. Cependant, cette traction axiale est uniforme dans toute la pâte de ciment. Elle aura pour effet d'augmenter la norme des déformations plastiques, mais de manière homogène dans l'éprouvette. Les zones où les plastifications sont les plus importantes, qui servent dans notre simulation d'indicateur de fissuration, ne seront donc pas modifiées spatialement, seule leur valeur sera augmentée. L'hypothèse de déformations planes est donc reconduite.

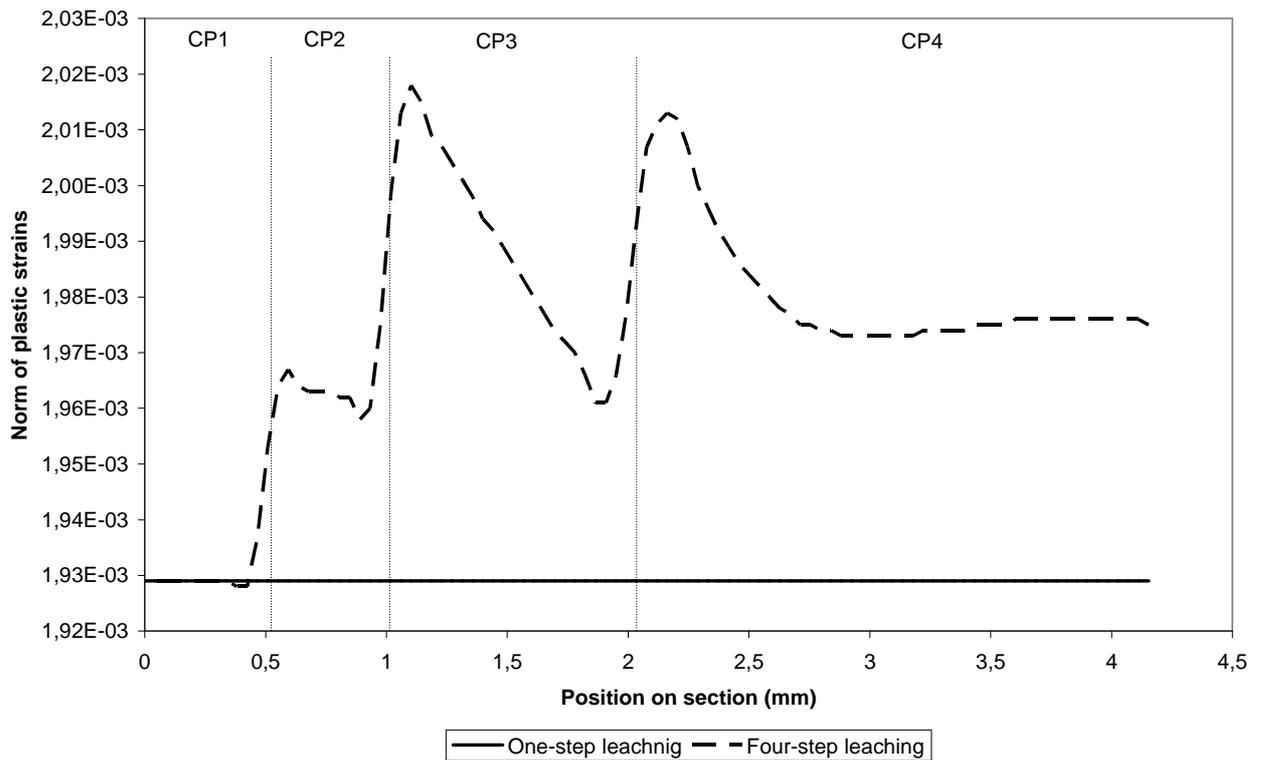


Fig. 3. 29 - Norme des déformations plastiques après une lixiviation en 4 étapes (en ---) ou en une seule étape (en —) sur la coupe JM d'un composite ciment-polystyrène totalement lixivié.

On procède alors à la génération du retrait endogène initial, puis à la lixiviation en l'étudiant de 2 manières distinctes :

- soit en réalisant une lixiviation progressive comme précédemment en dégradant la couche CP1, puis CP2, etc...
- soit en réalisant une lixiviation directe des 4 couches à la fois en une étape

Ceci aura pour effet d'observer la prise en compte ou non de l'effet que pourrait avoir la présence d'une zone saine plus rigide au sein d'une zone lixiviée moins rigide. Les résultats sont présentés sur

la coupe JM dans ce composite à billes de polystyrène dans la Fig. 3. 29 en fin de lixiviation. Les valeurs présentées de la norme de déformations plastiques ont une valeur comparative entre les 2 types de lixiviation considérée (progressive, représentée par un trait pointillé, ou en une étape représentée par un trait continu). Il apparaît clairement que la lixiviation en 4 étapes aboutit à une valeur plus importante de la norme des déformations plastiques, et que ces déformations sont plus grandes sur la partie externe de chaque couche. Cette remarque tend à confirmer que, si les inclusions sont trop éloignées pour avoir un effet sensible sur le comportement de la matrice, un effet structurel engendre des fissures, plutôt initiées en surface de l'échantillon (et dont la localisation dépend d'un défaut local au sein de la matrice), et qui progressent vers l'intérieur.

3.4 – Effet d'un pré-endommagement sur l'avancée du front de lixiviation

Dans l'optique de l'étude de la durabilité des matériaux cimentaires, l'analyse microtomographique de la décalcification de ce type de matériaux a montré que l'apparition de fissures pouvait survenir. Cette fissuration est défavorable pour la durée de vie d'une structure, car elle tend à augmenter les valeurs de ses propriétés de transport. A cette étape de notre analyse microtomographique, seule la fissuration induite par la lixiviation a été étudiée. En revanche, l'effet d'un pré-endommagement sur la progression de la lixiviation n'a pas encore été abordée, et fait l'objet de ce paragraphe.

3.4.1 – Protocole expérimental

Le paragraphe 3.3 a mis en évidence l'utilité de la microtomographie pour l'obtention d'une image 3D non destructive témoignant des effets d'une décalcification, et la possibilité d'accéder à la fissuration induite jusqu'à une taille de l'ordre de 5 μm . De plus, l'avancée du front de lixiviation apparaît nettement, et une modification de ce dernier par l'existence d'un pré-endommagement pourrait alors être visualisée. Les expériences mises au point pour cette étude s'appuient donc à nouveau sur des observations au travers d'analyses microtomographiques.

3.4.1.1 - Génération de préendommagement

Deux types de pré-endommagement sont étudiés. Le premier est à l'échelle microscopique et est généré sur un composite pâte de ciment avec billes de verre de 2 mm, identique à celui étudié au §3.3.2 (35 % de billes de verre). L'échantillon de 8 mm de diamètre et environ 20 mm de long (carotté au sein d'un prisme 40x40x160 mm, conservé 28 jours sous eau à 20°C, puis recouvert d'aluminium pour une durée de 6 mois) est soumis à un séchage en étuve à 60°C pour une durée de 24 heures, puis

à 105°C pour 24 heures. Ce séchage rapide provoque l'apparition d'une fissuration répartie au travers de l'échantillon. La Fig. 3. 30 présente l'état d'un composite soumis à un tel séchage.

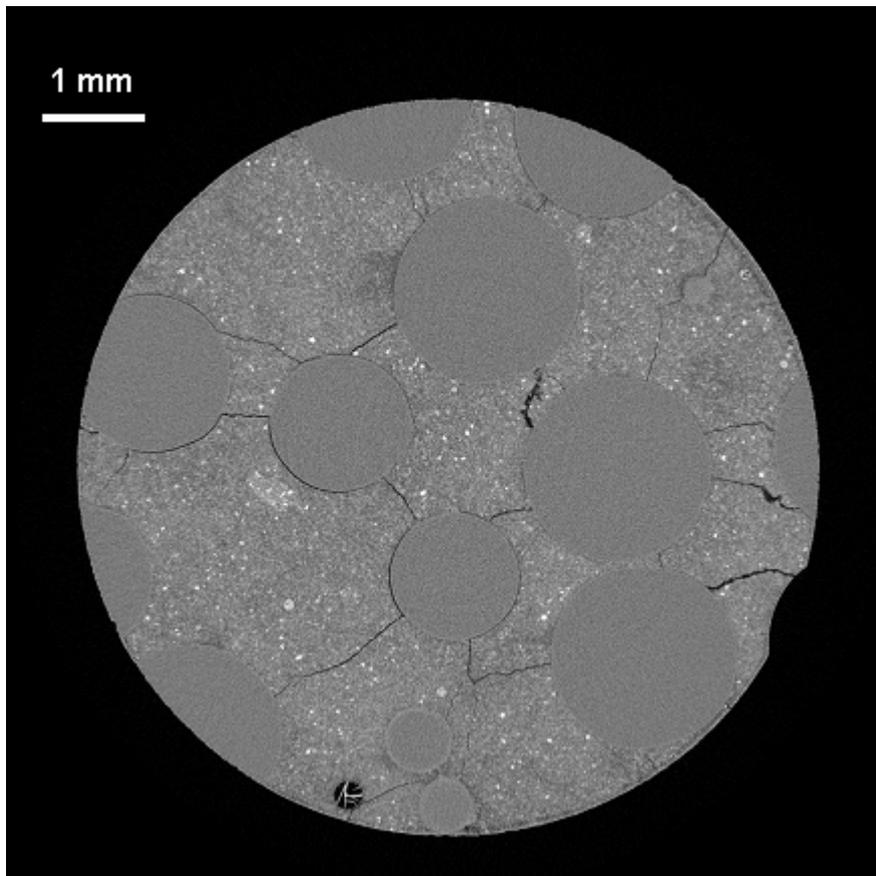


Fig. 3. 30 - Coupe microtomographique d'un composite ciment-billes de verre de 2mm séché en étuve à 60°C pendant 24 heures, puis 24 heures à 105°C

Les fissures qui apparaissent forment essentiellement des jonctions entre les différentes inclusions rigides, ainsi qu'entre les inclusions et la surface de l'éprouvette testée. Cette géométrie n'est pas sans rappeler celle observée sur les matériaux soumis à de la lixiviation. Ceci peut s'expliquer par la physique assez semblable du cas : le retrait de dessiccation de la matrice cimentaire est limité par la présence d'inclusions rigides, ce qui génère un état de contrainte de tractions orthoradiales autour des inclusions. Un dépassement de la résistance à la traction se produit alors et aboutit à cette fissuration. De plus, ces fissures suivent généralement le chemin le plus court entre les 2 granulats, la section résistante à ce niveau étant la plus petite et donc la plus fortement sollicitée par le « chevauchement » des zones fortement tendues autour des granulats. Certaines fissures paraissent également suivre le contour des inclusions, qui sont dès lors désolidarisées de la matrice cimentaire. Une différence

notable avec la fissuration engendrée par lixiviation est l'ouverture de ces fissures. Elles sont en effet plus marquées : l'ouverture de la plupart d'entre elles est nettement supérieure à 20 μ m.

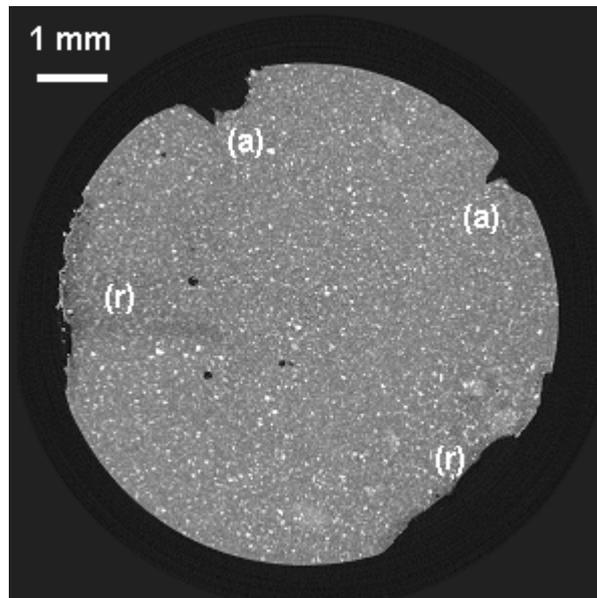


Fig. 3. 31 - Coupe microtomographique d'une pâte de ciment avant lixiviation, avec présence de pré-endommagement à la surface : entailles axiales(notées (a)) et radiales (notées (r))

Le second type de pré-endommagement est d'ordre macroscopique et est réalisé sur une pâte de ciment pure (mêmes dimensions que l'échantillon précédent), de composition identique à celle du composite ciment-verre. D'assez profondes entailles (environ 0,5 mm de profondeur) au moyen d'une lame sont pratiquées à divers endroits à la surface de l'échantillon, Leur localisation est fournie sur la Fig. 3. 31, et sont notées (a) pour les entailles axiales et (r) pour celles radiales.

3.4.1.2 - Acquisition des données

Une fois le pré-endommagement réalisé, les échantillons sont plongés dans un bain de nitrate d'ammonium, pour décalcifier le matériau, et scannés régulièrement par microtomographie. Le lecteur est invité à se référer au paragraphe 3.3.1, le protocole étant identique.

3.4.2 – Résultats et analyses des observations expérimentales

Les Fig. 3. 32 a, b et c présentent les coupes microtomographiques de l'échantillon pré-endommagé de pâte de ciment après 2 h (a), 11 h (b) et 26 h (c) de lixiviation. La Fig. 3. 32a fait apparaître nettement l'effet du pré-endommagement par entailles ou abrasion sur l'avancée du front de lixiviation. Ainsi, les zones situées à proximité des endommagements de surfaces mettent en évidence que le front de

lixiviation a pénétré d'environ 0,5 mm. La géométrie de ce front tend à suivre la forme de l'entaille pratiquée, mais progresse d'une profondeur sensiblement équivalente en tout point de cette entaille. Au niveau des zones saines en revanche, aucun front n'est discernable. La surface de l'échantillon semble agir comme une barrière de protection qui ralentit l'avancée de ce front. Ce phénomène pourrait être dû à la création d'une pellicule en surface entre le moment où l'éprouvette est carottée, et le début du test de lixiviation. L'origine de cette pellicule pourrait être due à la conservation des éprouvettes entre le jour du carottage et le jour du test (conservation dans l'eau) et à une création par réaction chimique d'un constituant limitant la réaction de décalcification. Une carbonatation très superficielle pourrait être cette réaction, car elle tend à diminuer la perméabilité et la diffusivité du matériau. Ainsi, la dissolution du calcium serait d'abord très lente à la surface de l'éprouvette, puis une fois cette couche dégradée, la progression du front pourrait suivre la cinétique observée au niveau des zones où la surface a été abrasée.

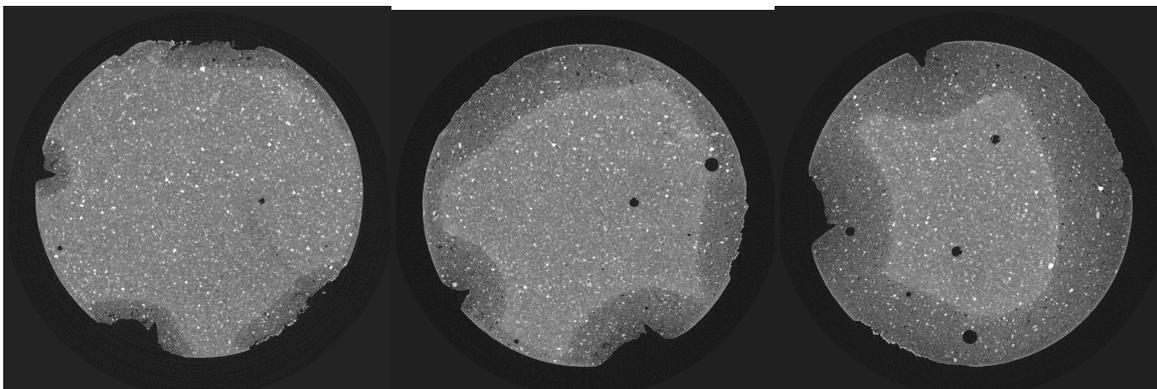


Fig. 3. 32 a, b et c - Coupes microtomographiques d'une pâte de ciment préendommagée après 2 h (a), 11 h (b) et 26 h (c) de lixiviation

En étudiant la Fig. 3. 32b obtenue après une lixiviation plus longue, l'hypothèse d'une couche de surface protectrice semble se confirmer. Les zones situées sous les zones saines commencent à être attaquées (environ 0,3 mm de profondeur du front de lixiviation). Au niveau des zones endommagées, le front a maintenant atteint une profondeur de près d'1 mm sous la surface de l'entaille ou de l'abrasion. Entre l'état de la Fig. 3. 32b et c, le front de lixiviation semble progresser d'autant au niveau des zones endommagées ou non. Le ralentissement du front serait donc bien engendré uniquement par une couche de surface. L'existence d'une telle couche peut donc sensiblement modifier le comportement du matériau vis-à-vis de l'attaque chimique.

A titre de confirmation de l'effet structurel évoqué dans le paragraphe précédent, la Fig. 3. 31c exhibe également des microfissures dues à la lixiviation assez peu marquées, plutôt orientées radialement, et située dans la partie externe de l'éprouvette. La Fig. 3. 33 présente un composite ciment-billes de verre

préendommagé par séchage après 24 h de lixiviation. Deux constats majeurs peuvent être dressés concernant l'influence de cette préfissuration sur l'avancée du front de lixiviation.

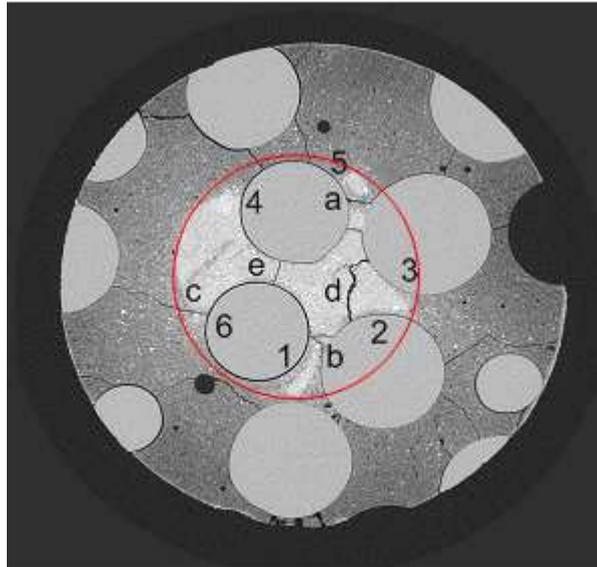


Fig. 3. 33 - Coupe microtomographique du composite ciment-billes de verre préendommagé par séchage soumis à 24 h de lixiviation

Le cercle rouge délimite l'avancée moyenne de ce front au cœur de l'éprouvette. Globalement, il est centré sur l'axe de révolution de l'échantillon, témoin d'une progression essentiellement radiale et diffusive, certaines zones étant moins profondément dégradées par la protection constituée par les inclusions de verre. La présence de fissures entre les inclusions à l'intérieur de ce cercle, non dégradé, tend à dégrader le matériau à leur niveau. Les fissures repérées par (a), (b) ou (c) sur la Fig. 3. 33 mettent en évidence ce phénomène. Une partie dégradée à leur proximité est nettement discernable, alors que la matrice cimentaire au-delà est dans un état sain. En revanche au niveau de (d) ou (e), les fissures ne paraissent pas, à l'état de dégradation considéré, accélérer la dégradation à leur proximité, même si elles sont fortement ouvertes (fissure (d)). La plus grande profondeur à laquelle elles se situent pourrait expliquer cela, la concentration en nitrate d'ammonium de la solution interstitielle étant probablement trop faible à leur niveau. En effet, la réaction se produit dès que du calcium n'a pas encore été dissout. Les espèces réactives de la solution de nitrate d'ammonium sont donc consommées par les premiers sites non encore attaqués qu'elle rencontre, protégeant les zones plus en profondeur, même si des fissures sont présentes.

Les décohésions entre les inclusions et la matrice cimentaire, entraînées par le séchage, ont elles aussi tendance à constituer des voies plus rapide de décalcification. Cet effet est particulièrement visible au

niveau des marques (1) à (5), et dans une moindre mesure (6). De la même manière que précédemment, les décohésions ont une influence maximale à proximité du front moyen d'avancée de la dégradation (cercle rouge). Les zones fissurées plus en profondeur sont à nouveau exemptes d'apparition d'une dégradation à l'état de lixiviation considéré, et ne joueront un rôle que dans un état de dégradation plus avancé. La préfissuration d'une éprouvette avant lixiviation constitue donc une voie préférentielle pour la décalcification, même si leur effet est limité par le caractère diffusif de la dégradation.

Enfin, en comparant la profondeur du front de lixiviation à celui obtenu sur un même matériau non pré-endommagé soumis à 24 heures d'attaque chimique (Fig. 3. 13), il apparaît clairement que le séchage préalable augmente la cinétique de dégradation. En effet, ce front est à 1,2 mm de profondeur sur l'éprouvette uniquement lixiviée, tandis qu'il se situe à environ 2 mm dans le cas d'un séchage préalable. Outre les fissures visibles qui tendent à accélérer la dégradation, une microfissuration non détectable à la résolution utilisée existe probablement et amplifie ce phénomène.

3.5 – Conclusions

Ce chapitre a permis de présenter, sous une approche microscopique originale, le comportement hydro-chemo-mécanique de matériaux cimentaires, principalement centré sur les influences d'une sollicitation hydrique accélérée par attaque chimique sur les modifications microstructurelles. Réciproquement, l'effet d'un changement de la microstructure par génération de fissuration a fait l'objet d'investigations. Les matériaux testés sont des matériaux-types (composite pâte de ciment - billes de verre) simplifiant la géométrie et la complexité d'interprétation des phénomènes physiques observés.

La méthode d'observation retenue dans le cadre de la campagne expérimentale menée fait appel à une technique originale d'imagerie tridimensionnelle, basée sur la microtomographie par rayons X. Elle autorise l'étude non destructive d'un même échantillon à plusieurs étapes de dégradation, et permet d'accéder à la progression du front de lixiviation et aux changements microstructuraux, sans perturbations engendrées par la méthode de mesure. La résolution d'une telle acquisition dans notre étude était de 5,1 micromètres.

Parmi les résultats obtenus, l'un des plus importants est que la lixiviation par nitrate d'ammonium aboutit à l'apparition d'une microfissuration, notamment autour des inclusions rigides. Cette fissuration est peu ouverte. Elle pourrait s'expliquer par le fait que les matériaux cimentaires sont contraints par un retrait endogène et un retrait de décalcification. Autour des inclusions rigides, des contraintes de traction se développent, et dû à la diminution importante des propriétés mécaniques de

la matrice cimentaire lors de la dégradation, deviennent plus importantes que la résistance admissible et engendrent une microfissuration.

Une confirmation de cette hypothèse est réalisée par une simulation numérique simplifiée du problème. Basé sur un modèle élasto-plastique parfait, il a été possible de confirmer les hypothèses et valider les observations expérimentales sur un composite avec des inclusions rigides de 2 mm de diamètre. L'apparition de zones où les déformations plastiques sont élevées, considérées dans cette simulation comme celles où la fissuration a de grandes probabilités de se produire, est influencée fortement par les inclusions rigides qui limitent le retrait libre de la matrice cimentaire sous l'effet des retraits de décalcification et endogène. Ces zones apparaissent d'abord à la surface des inclusions, et se propagent à l'intérieur de la pâte de ciment. Cet effet est local. En outre, la présence de deux billes proches l'une de l'autre augmente le niveau de déformations plastiques observées, et aboutit à une zone privilégiée de fissuration.

Un effet structurel a également pu être mis en évidence par l'étude d'un composite où les inclusions rigides sont absentes, mais où des fissures sont pourtant visibles. La différence de module d'Young entre la zone externe lixiviée de l'échantillon et sa zone saine agit d'une manière semblable à l'effet de l'inclusion rigide qui limite le retrait de la matrice lixiviée, et par le développement de contraintes de tractions pouvant induire une fissuration. Une confirmation a été fournie en simulant numériquement le composite sans inclusions rigides soumis à une dégradation progressive ou à une dégradation instantanée de toute la matrice cimentaire.

La dimension des inclusions rigides joue également un rôle dans l'apparition de cette fissuration. Avec la résolution utilisée lors de l'acquisition tomographique, aucune fissure n'est aisément discernable pour les composites avec des inclusions de 1mm soumis à la lixiviation. En revanche, plus les dimensions sont importantes, et plus l'ouverture des fissures tend à s'accroître, même si leur nombre tendrait à diminuer. L'ouverture des fissures apparaît alors liée à la surface spécifique des inclusions utilisées. Plus elle est grande (i.e. plus le diamètre est faible), plus le nombre de lieux où la nucléation de fissures peut se produire est grande. Cela engendre alors ce nombre accru de fissures, mais moins ouvertes, les déformations dues à la décalcification et au retrait endogène restants semblables dans la matrice cimentaire des différents composites.

Enfin, la présence d'une préfissuration au sein du matériau avant lixiviation, générée par un séchage rapide préalable de l'échantillon, a montré qu'elle constituait une voie préférentielle d'avancée du front de lixiviation.

L'utilisation d'un modèle plus complexe, incluant un modèle d'endommagement permettant de quantitativement prédire la fissuration engendrée lors de la lixiviation est envisagée dans le futur. La validité de l'utilisation d'un tel modèle d'endommagement pour prédire les effets mécaniques de la

lixiviation est renforcée par les résultats obtenus par microtomographie. De plus, ce modèle pourrait être validé par une analyse précise (mais délicate) des reconstructions 3D des composites en cours de dégradation, qui serait à même de fournir une quantification et une cartographie de la fissuration, et notamment les longueurs, surfaces et ouvertures de ces fissures.

Chapitre 4 – Approche méso et macroscopique du comportement hydro-mécanique de matériaux cimentaires

4.1 - Introduction

Les chapitres précédents visaient une approche microstructurale des pâtes de ciment et mortiers testés, en étudiant plus précisément la structure poreuse des matériaux durcis, les effets d'une sollicitation hydrique par attaque chimique sur cette microstructure, ainsi que les modifications engendrées par un pré-endommagement sur la dégradation par décalcification. Les phénomènes physiques ont ainsi été déterminés à l'échelle de la microstructure. L'approche proposée dans ce quatrième chapitre s'attache aux couplages hydro-mécaniques, à un niveau d'observation et de mesure plus large que celui proposé auparavant, utilisé pour la caractérisation des propriétés des matériaux cimentaires. Les phénomènes pouvant nuire à la durabilité, tels que les retraits dus au séchage pouvant engendrer de la fissuration et entraînant dès lors une augmentation des propriétés de transfert du matériau, ou bien encore le rôle de l'endommagement sur la cinétique de séchage et les caractéristiques mécaniques en traction, feront l'objet d'investigation. Leur identification et quantification pourront servir de base aux modélisations futures. La connaissance de certaines propriétés et phénomènes microscopiques, étudiés aux chapitres 2 et 3, permettra en outre une analyse plus fine du comportement macroscopique des matériaux cimentaires. Ce chapitre présente ainsi les démarches expérimentales de caractérisation des propriétés hydro-mécaniques mises en œuvre dans la compréhension du comportement des matériaux cimentaires.

4.1.1 - Eau et variations dimensionnelles

L'eau, présente sous diverses formes dans le matériau cimentaire au sein du réseau poreux et des gels d'hydrates (§2.1.2), est en équilibre avec la matrice solide. Une modification, par séchage, de la saturation de l'éprouvette engendre des variations dimensionnelles afin de conserver l'équilibre global du système. Les différents mécanismes liés aux variations dimensionnelles sont présentés dans la suite, ainsi que les principaux retraits qu'un matériau cimentaire peut subir.

4.1.1.1 - Mécanismes de variations dimensionnelles

Trois mécanismes majeurs sont généralement évoqués pour expliquer le lien entre la saturation du matériau et les déformations observées, en l'absence de tout autre chargement (Baron 1982, Hua et al.

1995, Kovler et Zhutovsky 2006). Toutefois, une compréhension exacte de ces mécanismes ne fait toujours pas l'objet d'un consensus.

Le premier mécanisme implique une mise en contrainte de la phase liquide au sein du matériau. Freyssinet suggéra qu'elles puissent être engendrées par la pression capillaire, proportionnelle à la tension superficielle du liquide et inversement proportionnelle au rayon de courbure du ménisque. Une évaporation d'eau aboutit à une diminution de ce rayon de courbure et à une dépression capillaire créée dans le liquide, provoquant une contraction du matériau en réaction. Ce phénomène suit les lois dites de Kelvin et de Laplace, qui lient la valeur de cette dépression à l'humidité relative et au rayon de pore capillaire supposé cylindrique, déjà évoquées au chapitre 2. Ce mécanisme est considéré comme actif lorsque l'eau capillaire est continue, usuellement pour des humidités relatives au-delà de 40% (Powers 1968, Feldman et Sereda 1970, Acker 1988).

Le deuxième mécanisme repose sur les tensions superficielles (ou énergies de surface), qui peuvent varier avec l'adsorption de gaz ou de vapeur sur les gels d'hydrates, considérés comme un système colloïdal. L'augmentation de ces énergies à mesure que de la vapeur d'eau est désorbée conduit à nouveau à une contraction du matériau, expliquant les retraits observés. Ce phénomène n'intervient que si la quantité d'eau adsorbée varie, et est donc actif pour des humidités inférieures à 40% (Wittmann 1968).

Le troisième mécanisme est quant à lui lié aux pressions de disjonction. L'intrusion d'eau dans les zones inter-feuillets induit des forces répulsives entre les feuillets de CSH, ainsi qu'une diminution des forces attractives de van der Waals entre les surfaces solides. La somme de ces deux effets est appelée pression de disjonction, qui aboutit par équilibre du système, à des variations dimensionnelles (Powers 1968, Visser 1998). La validité de cette pression comme origine des retraits et gonflements observés lors des processus de désaturation-resaturation est toutefois controversée, tant dans le concept que sur les valeurs d'humidité relative où elle pourrait être prise en compte. Toutefois, il existe un parallèle très fort entre pression capillaire et pressions de disjonction, qui agissent d'une manière similaire (lié à l'activité de l'eau).

4.1.1.2 - Retraits endogène et de dessiccation

Les mécanismes physiques récapitulés précédemment sont ceux mis en œuvre pour expliquer le retrait d'autodessiccation et le retrait de dessiccation, qui agissent d'une manière analogue, pas diminution de la saturation en eau du réseau poreux.

Le retrait endogène est le retrait que subit le matériau cimentaire lorsque aucun échange hydrique n'est permis avec l'extérieur. Il se développe ainsi lors de l'hydratation du ciment anhydre par l'eau et regroupe la contraction de Le Châtelier (due au volume des produits formés plus faible que celui des

réactifs) et le retrait d'autodessiccation. En effet, la contraction de le Châtelier intervient au début de l'hydratation libre, mais lorsque le matériau devient suffisamment rigide, elle ne peut se poursuivre. La poursuite des réactions d'hydratation a pour effet de consommer principalement une partie de l'eau capillaire. Ces réactions tendent donc à s'arrêter si le réseau capillaire n'est plus saturé. Une partie du réseau poreux devient donc non saturé en eau liquide, et est le lieu d'apparition d'une phase gazeuse, constituée de vapeur d'eau et d'air. L'humidité relative interne (équilibre entre la phase liquide et gazeuse) diminue et des ménisques vont alors se former au contact de ces deux phases, aboutissant à des dépressions capillaires et des retraits du matériau (§4.1.1.1). Ce retrait endogène dépend du rapport E/C et de la proportion de granulats. Lorsque la proportion d'eau par rapport au ciment anhydre introduit dans le mélange initial est faible, le retrait endogène est important et se manifeste rapidement (voir en général (Aïtcin 2001)). Cela est lié à la finesse du réseau poreux, comme le montre la Fig. 4. 1 pour l'autodessiccation.

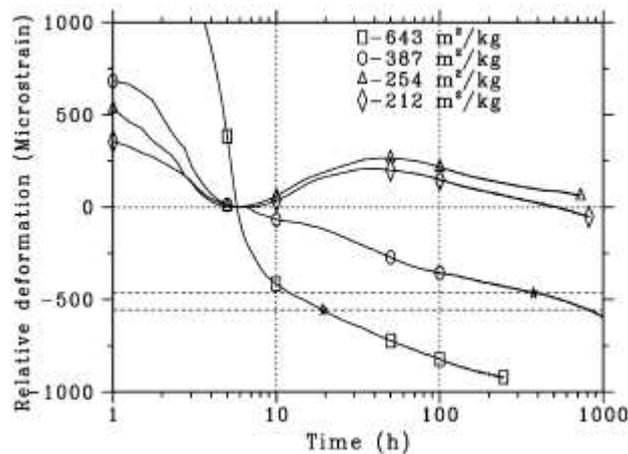


Fig. 4. 1 - Retrait d'autodessiccation en fonction du temps pour 4 finesses de mouture d'un même clinker (Bentz et Jensen 2004)

Elle traduit l'évolution au cours de l'hydratation des déformations selon la finesse de mouture du ciment, et donc la finesse du réseau poreux, pour des pâtes de ciment avec un E/C de 0,35 (Bentz et Jensen. 2004). Pour des bétons ordinaires, des retraits endogènes de l'ordre d'une centaine de microdéformations sont généralement observés. En outre, la plupart de ce retrait se produit dans les 100 premiers jours de maturation du matériau cimentaire, et peut être évité en réalisant une maturation des éprouvettes où un apport d'eau depuis l'extérieur est possible. Ce type de conservation induit un gonflement d'environ 100 microdéformations en un an (Neville 2000). La maturation en piscine de nos matériaux devra donc être suffisante pour éviter les perturbations des mesures par ce retrait endogène.

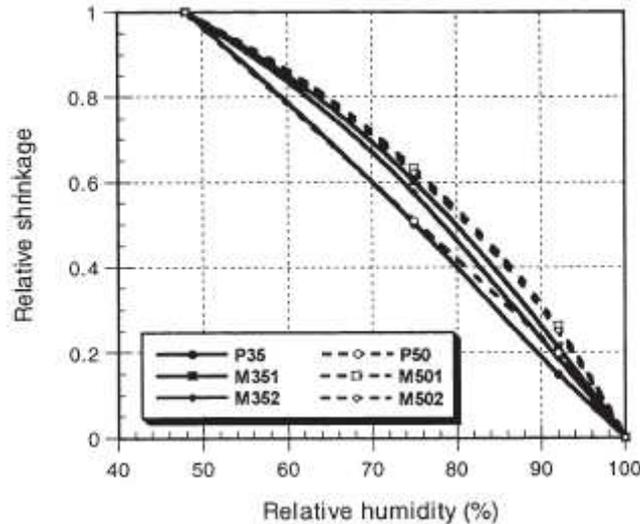


Fig. 4. 2 - Retrait de dessiccation en fonction de l'humidité relative imposée pour des mortiers (M) et des pâtes de ciment (P) à E/C de 0,35 (M35, P35) ou 0,5 (M50, P50) (Bissonnette et al. 1999)

Le même phénomène de retrait se produit lors d'une dessiccation qui autorise l'échange hydrique entre le matériau et l'environnement. Un départ d'eau interstitielle vers l'extérieur de l'éprouvette par équilibrage avec les conditions environnementales imposées diminue le rayon de courbure des ménisques, puis la désorption de l'eau adsorbée sur les parois des pores. La différence repose sur le fait que toute la gamme d'humidité relative peut être atteinte : les trois mécanismes évoqués au §4.1.1.1 peuvent donc jouer un rôle selon l'HR considérée. (Bissonnette et al. 1999, Benboudjema 2002) ont montré que le retrait de dessiccation est globalement inversement proportionnel à l'humidité relative (Fig. 4. 2) dans la gamme 45 à 100% d'HR. Le passage d'un E/C de 0,35 à 0,5 ne met pas clairement en évidence de modifications du retrait. Enfin, le retrait observé entre des mortiers et des pâtes de ciment apparaît proportionnel au volume de pâte de ciment.

4.1.2 - Couplages saturation - propriétés mécaniques des matériaux

En sus des variations dimensionnelles induites par l'état de saturation du matériau cimentaire, les propriétés mécaniques peuvent être modifiées par un séchage. Ce paragraphe aborde notamment les variations des propriétés élastiques des matériaux en traction et compression, ainsi que l'endommagement induit.

Les travaux de (Yurtdas 2003), qui portent sur des mortiers M05 et M08 du même type que ceux présentés dans ce mémoire, ont étudié le comportement en compression uniaxiale et triaxiale de ces matériaux lorsqu'ils sont, après une cure de 6 mois dans l'eau, protégés de la dessiccation ou au contraire mis en séchage en conditions ambiantes (température de 21°C, HR de 45%). Un effet

structurel sera donc présent. Une augmentation de la résistance uniaxiale et déviatorique (pression de confinement de 15 MPa) est mesurée sur les M05 à mesure que la perte en poids devient plus importante (Fig. 4. 3). Elle est de 21% entre les éprouvettes protégées de la dessiccation et celles complètement séchées en compression uniaxiale, et de 29% en déviatorique. De plus, elle apparaît essentiellement en début du séchage. Ces variations sont attribuées à la mise en précontrainte du squelette solide par dépression capillaire, et par l'existence de gradients hydriques au sein de l'éprouvette, qui mettent en traction les surfaces externes et en compression le cœur. Ceci s'accompagne d'une microfissuration en surface, qui réduit la résistance, mais qui demeure moins importante que l'effet bénéfique des précontraintes. En outre, la diminution de la saturation avec le séchage diminue les surpressions interstitielles par mise en pression du fluide lors de l'essai de compression, minimisant les effets négatifs de l'eau sur la résistance.

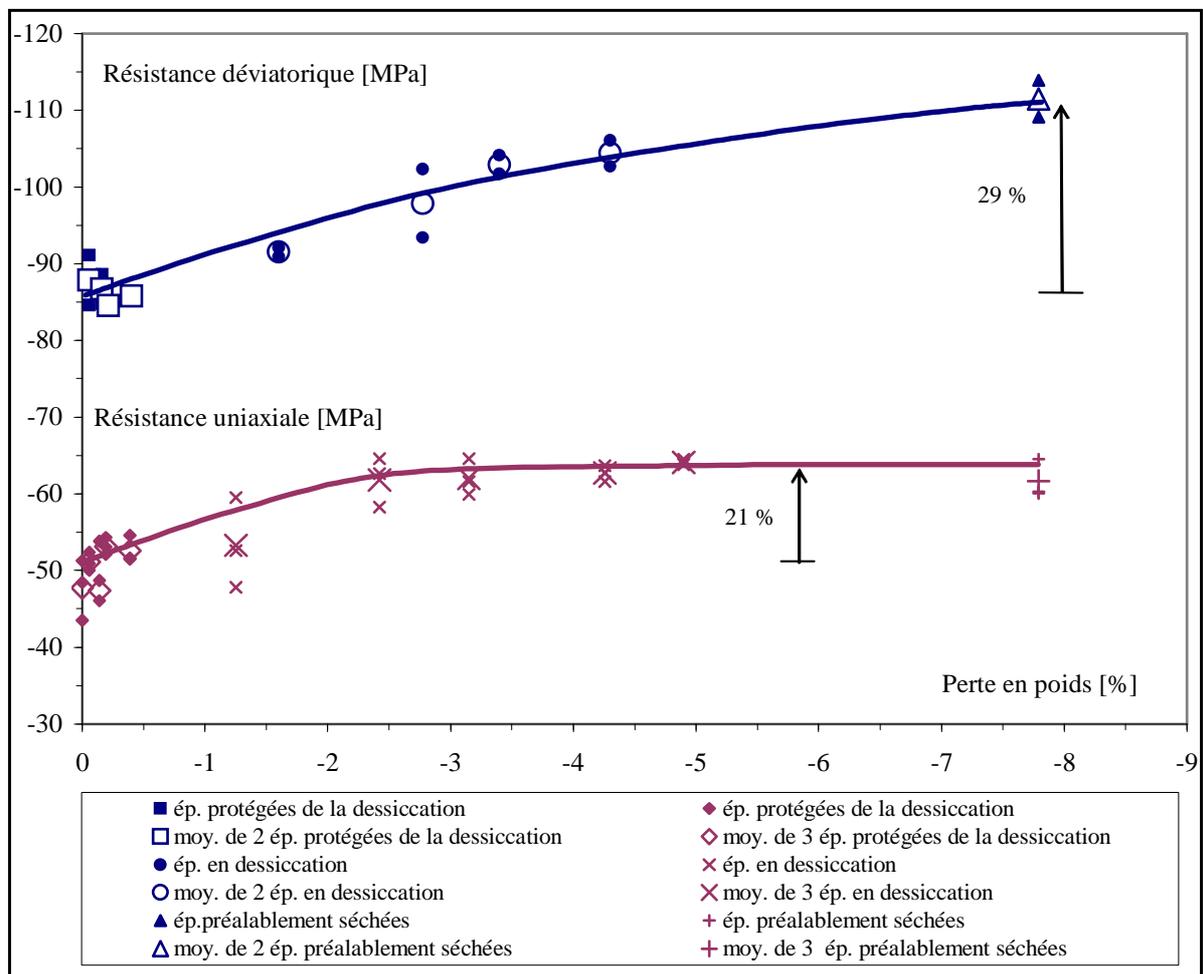


Fig. 4. 3 - Evolution de la résistance uniaxiale et déviatorique en fonction de la perte en poids pour des mortiers M05 (Yurtdas 2003)

Pour les M08 (moins résistants que les M05 de par leur porosité plus élevée notamment), si la résistance déviatorique croît de 44%, un comportement différent est observé en uniaxial, avec une augmentation de 32% au cours du séchage, puis une diminution jusqu'à à l'état sec, où la résistance redevient équivalente à l'état « protégé de la dessiccation ». La microfissuration induite par le séchage tend à être un mécanisme plus important lorsque le rapport E/C est plus élevé, la matrice étant moins résistante, et expliquerait le comportement différent entre M05 et M08. Ces tendances d'augmentation de la résistance avec le séchage observées par (Yurtdas 2003) sont confirmées par d'autres travaux (Okajima et al. 1980, Popovics 1986, Dantec et Terme 1996), bien que des évolutions différentes aient pu être notées par (Pihlajavaara 1974) et (Torrenti 1987), avec une diminution d'une dizaine de pourcents jusqu'à 50% d'HR, suivie d'une augmentation sur divers matériaux cimentaires (béton, mortier, pâte de ciment).

Concernant le module d'élasticité en compression, des résultats contradictoires sont également obtenus. Une diminution de 14% de celui-ci entre 100 et 40% d'HR, puis une augmentation de 10% jusqu'à l'état sec est observée par Wittmann et Torrenti (Torrenti 1987). En revanche (Dantec et Terme 1996) mesurent un module d'Young constant entre 100 et 40%, suivi d'une diminution de 20% jusqu'à désaturation (Okajima et al. 1980). (Yurtdas 2003) met en évidence sur des mortiers le même type de comportement, de même que pour le coefficient de Poisson qui diminue au-delà d'une certaine perte en poids. La microfissuration semble être à l'origine de cette modification des paramètres élastiques.

Pour des sollicitations en traction directe, les données de la littérature sont très parcellaires. (Walker et Bloem 1957) mettent en évidence une diminution de la résistance à la traction suivie d'une augmentation pour des mortiers, alors que (Brooks et Neville 1977) observent l'inverse. (Butcher 1958) montre une augmentation de la résistance par fendage avec la dessiccation, de l'ordre de 20%, alors qu'elle n'est que de 3% pour (Hanson 1968). Enfin, en traction par flexion 3 points, (Walker et Bloem 1957) et (Kanna et al. 1998) observent une diminution, puis une augmentation jusqu'à l'état sec sur des éprouvettes en cours de séchage. (Okajima et al. 1980) montre uniquement une augmentation de la résistance avec la dessiccation, un état d'équilibre hydrique étant attendu pour les tests, contrairement aux résultats précédents. L'effet compétitif de la fissuration et de la mise en précontrainte du matériau pourrait expliquer ces variations. Concernant le module d'Young, (Brooks et Neville 1977) et (Toutlemonde 1995) relèvent sa diminution, dans des proportions allant de 4% à 32%. Nous proposerons dans ce mémoire des expériences en traction par fendage afin de confirmer ou infirmer les tendances présentées en résistance pour nos matériaux cimentaires, ainsi qu'en essayant de montrer le rôle des granulats et du rapport E/C. La mise au point d'un protocole d'essais en traction directe pour l'étude des paramètres élastiques et de résistance sera aussi proposée, même si uniquement quelques essais préliminaires ont pu être réalisés à l'heure actuelle.

4.1.3 - Couplages endommagement - propriétés de transfert des matériaux

L'endommagement dans les matériaux cimentaires, par la création de micro ou microfissures, aboutit à une augmentation de leurs propriétés de transfert. De nombreux auteurs ont traité de ce problème dans leurs recherches.

Pour des chargements en compression simple sur des bétons à des valeurs jusqu'à environ 75% du pic de résistance, (Samaha et Hover 1992) mettent en évidence l'existence d'une microfissuration, par radiographie aux neutrons, mais qui n'altère pas ses propriétés de transport. Au-delà de cette limite, le béton est 15 à 20% moins résistant aux mouvements de fluide et d'ions. (Picandet et al. 2001) confirment cette tendance où un chargement à 90% du pic crée un réseau de microfissures connectées qui augmentent, même après déchargement, la perméabilité à l'argon gazeux d'un ordre de grandeur. La perméabilité mesurée aux chlorures suit le même comportement pour des charges supérieures à 80% (Lim et al. 2000) ou 90% du pic (Saito et Ishimori 1995). Une répétition d'un chargement de compression compris entre 60 et 80% entraîne lui aussi une élévation de la perméabilité, par extension de la microfissuration. Les microfissures semblent devoir être fortement interconnectées pour aboutir à des modifications des propriétés de transfert d'un matériau cimentaire.

Des tests où une fissuration d'ouverture contrôlée est générée en traction par fendage tendent à prouver qu'en deçà de 50 μm d'ouverture, la perméabilité à l'eau d'un béton est peu modifiée (Wang et al. 1997) Ceci tendrait alors à indiquer qu'une fissure localisée de faible ouverture ne pourrait à elle seule modifier de manière importante la perméabilité d'un matériau.

Enfin, pour des séchages à 50, 80 et 105°C d'un mortier à E/C de 0,5, la surface spécifique de microfissuration, mesurée par microscopie électronique à balayage, est 2 à 3 fois supérieure à l'éprouvette conservée à 20°C sous un HR de 50% (Bigas et Ollivier 1999). La microfissuration se développe notamment au niveau des auréoles de transition et tend à augmenter le coefficient de diffusion. (Hearn 1999) aboutit à des conclusions similaires, où le retrait de dessiccation engendre un réseau important de fissures réparties et orientées aléatoirement connectant les différentes porosités (gel de CSH, pores capillaires,...) du matériau et augmente la perméabilité à l'eau, malgré la resaturation qui engendre des reprises d'hydratation et gonflements de CSH. Une confirmation qu'un réseau fortement interconnecté de microfissures est nécessaire pour la modification des propriétés de perméabilité du matériau est obtenue. L'effet d'une telle microfissuration répartie ou d'une microfissuration localisée sur la modification des cinétiques de séchage et des isothermes de désorption fera l'objet d'une campagne expérimentale au cours de ce chapitre, afin de déterminer si les remarques précédentes peuvent être validées sur nos matériaux.

4.2 - Etude des propriétés mécaniques et poromécaniques de matériaux cimentaires

La caractérisation des propriétés mécaniques et poromécaniques est un préalable requis pour l'étude du couplage entre le comportement mécanique des matériaux cimentaire et les sollicitations hydriques, notamment de séchage, auxquelles ils sont exposés. Cette partie a pour objectif de déterminer les valeurs caractéristiques essentielles des matériaux qui font l'objet de notre étude, dont les coefficients élastiques et la résistance à la compression. Une approche poromécanique est également réalisée, et servira dans le cadre de la proposition d'un modèle simple reliant le retrait à l'humidité relative environnante. Elle est de plus instructive pour déterminer les changements de morphologie du matériau. Enfin, des données sur la perméabilité des matériaux sont également déterminées expérimentalement.

4.2.1 - Tests de compression simple

L'essai de laboratoire de caractérisation des propriétés élastiques et de rupture des matériaux cimentaires le plus utilisé est sans conteste le test de compression uniaxiale. Sa mise en œuvre est simple et permet d'accéder au module d'Young, au coefficient de Poisson, à la résistance au pic en compression et à la courbe caractéristique contraintes-déformations du matériau, qui sont des données mécaniques essentielles. Elles permettent en outre de fournir un point de comparaison avec d'autres travaux sur des matériaux analogues.

4.2.1.1 - Protocole expérimental

4.2.1.1.1 - Matériaux testés

Des éprouvettes cylindriques (diamètre : 36 mm - hauteur : 72 mm) des 4 matériaux de base (M05, M08, C05 et C08) sont réalisées dans des moules en acier. Elles sont démoulées 24 heures après gâchage et placées en maturation dans une piscine thermostatée (température de 20°C) remplie d'eau saturée en chaux. La réalisation d'un essai de compression simple nécessite le parallélisme des faces de l'échantillon, afin d'obtenir un état de sollicitation le plus homogène possible. Après au minimum 28 jours de maturation, les faces des éprouvettes sont alors rectifiées à la découpeuse. Le parallélisme des faces est vérifié au moyen d'un comparateur. L'écart observable est de l'ordre du dixième de millimètre au plus, ce qui demeure relativement faible. Les éprouvettes sont ensuite replacées en piscine jusqu'à l'obtention d'une maturité suffisante (marquée par une stabilisation du poids de l'éprouvette, traduisant que les réactions d'hydratation sont suffisamment lentes pour être considérées comme achevées). La saturation des éprouvettes est alors considérée comme totale. L'essai de

compression est réalisé à cet état de saturation, qui est l'état où la comparaison est la plus précise, les biais expérimentaux liés à un séchage partiel ou total pouvant induire une variabilité supplémentaire n'entrant pas en ligne de compte. Cependant, le chargement doit être suffisamment lent pour éviter les effets dus aux surpressions interstitielles.

4.2.1.1.2 - Méthode de mesure des déformations

L'obtention du module d'Young et du coefficient de Poisson nécessite d'instrumenter les échantillons avec des capteurs de déplacements ou de déformations. Plusieurs dispositifs peuvent être envisagés : jauges de déformation, extensomètre à pointeaux ou couteaux, capteurs de déplacement linéaires de type LVDT (Linear Vertical Displacement Transducer).

L'utilisation de LVDT apparaît judicieux pour la mesure des déplacements axiaux, comparativement aux jauges de déformation, car étant réutilisables. Leur précision est cependant moindre que celle obtenue par des jauges et ce pour deux raisons majeures. La première est due à la méthode de liaisonnement des LVDT à l'éprouvette. Ils sont en effet montés sur un collier lui-même fixé à l'éprouvette par serrage de « vis pointeau » (vis dont l'extrémité est pointue pour permettre un contact le plus ponctuel possible). Des endommagements superficiels au niveau de ce contact vis - éprouvette peuvent alors se produire et induire des instabilités dans le contact du collier avec l'éprouvette. Un serrage trop faible peut aussi aboutir à un contact non parfait. La seconde provient de la chaîne d'acquisition utilisée pour acquérir le déplacement du LVDT. Selon la qualité des composants des cartes d'acquisition (amplificateurs, ...), la précision de mesure peut être plus ou moins bonne. De manière assez courante, un déplacement de l'ordre du micron est détectable.

Dans notre cas, le dispositif utilisé est constitué de 2 colliers en aluminium de 10 mm d'épaisseur. Les vis de serrage sont situées à mi-hauteur du collier Fig. 4. 4. Un premier collier est disposé à une hauteur de 15mm de la base de l'éprouvette (distance jusqu'à la vis pointeau). Le second est disposé à 35 mm au dessus du premier, et supporte 2 LVDT diamétralement opposés. La mesure des déplacements s'effectue donc aux environs de la partie centrale de l'éprouvette, afin de minimiser les effets de bords qui pourraient survenir au contact entre l'éprouvette et le dispositif d'application de la charge. Les données sont acquises au moyen d'une chaîne d'acquisition Imc© à une fréquence de 10 Hz. La résolution de la mesure est de l'ordre de 9 microdéformations, correspondant à une précision de déplacement du LVDT de 0,3 μm . Toutefois, la précision réelle est moins élevée, de par le bruit (lié essentiellement à l'électronique) lors de l'acquisition.

Les déformations radiales sont moindres que les déformations axiales, de l'ordre de 4 à 5 fois plus faibles pour un coefficient de Poisson usuel compris entre 0,25 et 0,20. Le suivi de ces déformations est alors réalisé au moyen de jauges de déformations collées à la surface des éprouvettes. Pour assurer une bonne adhérence entre la jauge et l'éprouvette, des précautions doivent être prises. Les éprouvettes

sont extraites de la piscine une fois leur maturation achevée. Elles sont mises à sécher pendant une heure aux conditions ambiantes régnant dans le laboratoire ($T = 20^{\circ}\text{C}$, HR d'environ 40 %). Leur surface est ensuite dégraissée à l'acétone, puis poncée au moyen d'un papier abrasif à gros grains, puis à grains plus fins, afin d'éliminer la pellicule de laitance superficielle, induite par l'effet de peau du moule en acier. La surface est ensuite à nouveau nettoyée à l'acétone afin d'éliminer les derniers résidus pouvant compromettre un bon collage de la jauge, puis un second séchage de 30 minutes en conditions ambiantes est observé. Les jauges sont ensuite collées à l'aide d'une colle de type cyanoacrylate (CC-33A de marque Kyowa®). Elles sont de type KFC de marque Kyowa®, où la longueur de la grille est de 30 mm. Cette longueur permet d'obtenir une déformation sur un élément représentatif de l'échantillon. Elles sont disposées à mi-hauteur de l'échantillon (zone éloignée des lieux de chargement où un frettage pourrait se produire) et sont reliées à la chaîne d'acquisition via un montage quart de pont. La précision est inférieure à la microdéformation. Dans l'attente d'être testées (le même jour que le collage des jauges), les éprouvettes sont conservées dans un dessiccateur, au dessus d'eau pure qui assure une humidité relative de 100%, évitant ainsi tout séchage supplémentaire à celui strictement nécessaire pour permettre le collage des jauges. Sous ces conditions, la saturation de l'éprouvette testée est supposée très proche de 100%.

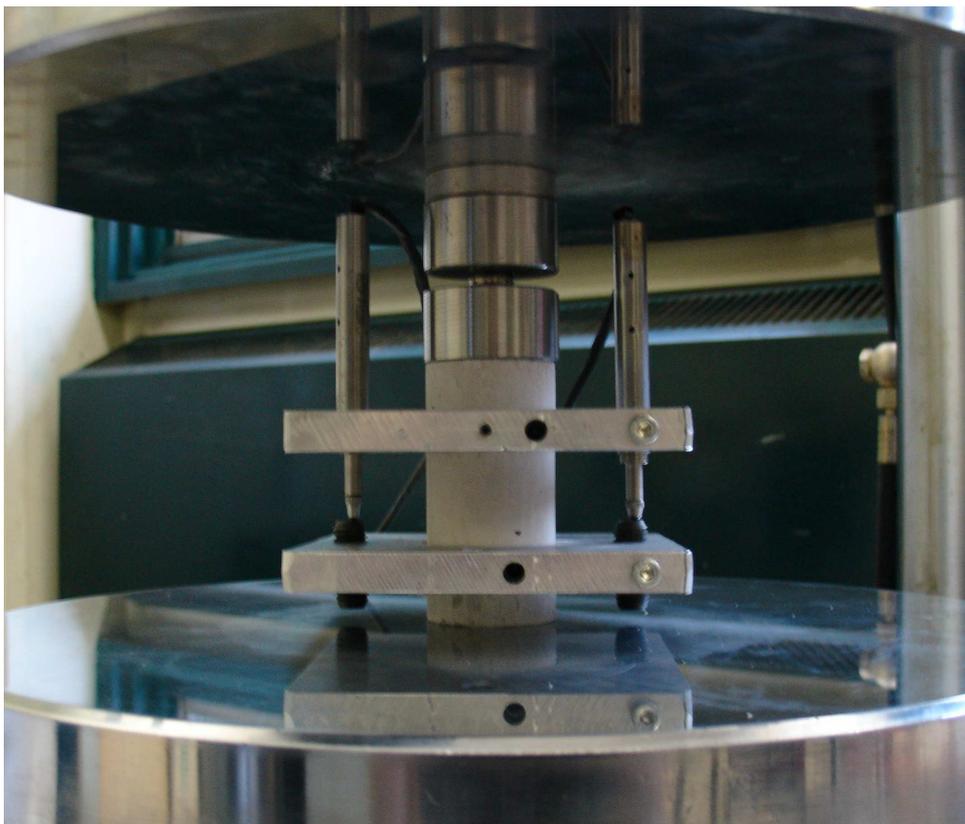


Fig. 4. 4 - Collier LVDT et rotule pour un essai de compression

Le chargement de l'échantillon est assuré par une presse Instron®, d'une capacité maximale de 500 kN. L'effort est transmis via un plateau supérieur fixe et un plateau inférieur mobile. Pour limiter les effets dus aux inexactitudes de parallélisme des surfaces de l'éprouvette comme montré par (Yurtdas 2003), il est nécessaire que l'un des 2 plateaux soit rotulé. Une rotule en acier adaptée au diamètre de l'échantillon est insérée entre le plateau supérieur et l'éprouvette à cet effet (Fig. 4. 4). L'essai est piloté en vitesse de déplacement du plateau, fixée à 2 $\mu\text{m/s}$. Un capteur d'effort d'une capacité de 500 kN est monté en tête du plateau supérieur, et est relié à la chaîne d'acquisition.

Une précontrainte d'environ 2 MPa est appliquée à l'éprouvette avant le début de l'acquisition des données. Afin de déterminer le module d'Young, des cycles de chargement-déchargement sont réalisés. L'éprouvette est soumise aux cycles suivants : 2 (précontrainte) - 10 -5 -10 -5 -20 - 10 - 30 - 20 - 40 MPa - etc... jusqu'à la rupture. Le module d'Young est déterminé sur les cycles au-delà des 2 premiers qui ont pour but de « mettre en place » l'éprouvette (rattrapage des irrégularités de surface, ...) (Torrenti et al. 1999), et dans la partie où le comportement du matériau demeure linéaire. Le coefficient de Poisson est également déterminé dans la partie linéaire. La valeur de la résistance à la compression est la valeur du pic de chargement. La partie post-pic n'est pas étudiée ici, car l'homogénéité du matériau n'est plus assurée par la présence de microfissures.

4.2.1.2 - Comparaison des propriétés mécaniques des différents matériaux testés

Les résultats des tests de compression uniaxiale sont présentés sur la Fig. 4. 5 (a à d), qui donne les courbes caractéristiques de la contrainte axiale en fonction des déformations latérales et axiales pour chacun des matériaux testés (état saturé). L'origine des déformations est fixée lorsque le préchargement a été appliqué. La partie initiale du comportement post-pic y est représentée à titre indicatif. Les courbes présentées sont représentatives des autres éprouvettes testées pour chacun des matériaux. Les comportements apparaissent assez fortement différents selon le matériau étudié. Ainsi, la rupture dans les pâtes de ciment se révèle plus brutale que dans les mortiers. La propagation des fissures, au-delà du pic de contrainte n'est pas limitée de par l'absence de granulats rigides, et peuvent se développer librement dans l'éprouvette, aboutissant à une ruine rapide. Au contraire pour les mortiers, les inclusions vont jouer le rôle de points « résistants », qui vont forcer la fissuration à les contourner. L'endommagement progressera alors moins rapidement au sein de l'échantillon, accroissant la stabilité de l'essai dans la phase post-pic. On notera par ailleurs que le M08 a un comportement plus ductile que le M05. Concernant la partie pré-pic, les C05, M05 et M08 ont un comportement élasto-plastique où les 2 phases peuvent être distinguées, tandis que le C08 a un comportement plutôt uniquement élastique, aucune phase plastique ne semblant précéder le pic de résistance.

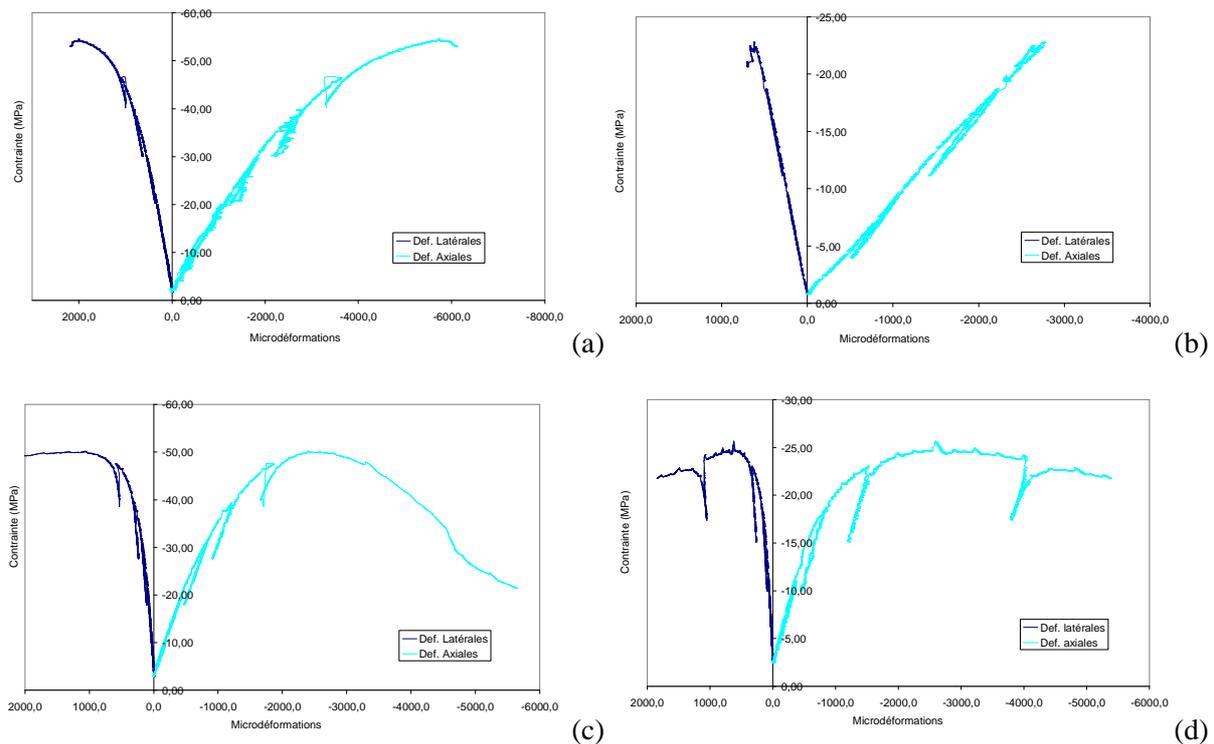


Fig. 4. 5 a à d- Courbes contrainte-déformations types obtenues pour des pâtes de ciment C05 (a) et C08 (b), ainsi que pour des mortiers M05 (c) et M08 (d) testés en compression uniaxiale

Le Tableau 4. 1 résume les caractéristiques mécaniques moyennes des matériaux. Le module d'Young est bien affecté négativement par l'augmentation du rapport E/C, traduisant la plus grande porosité. Il est en revanche accru par la présence de sable (siliceux), en accord avec les résultats attendus. Concernant le coefficient de Poisson, les valeurs sont équivalentes pour les deux mortiers. Pour les pâtes de ciment, elles sont légèrement plus élevée, et une élévation du E/C tend à le diminuer, sans que les phénomènes physiques expliquant cette tendance soit aisés à déterminer. Enfin, concernant la résistance à la compression au pic, elle est réduite par l'augmentation du rapport E/C, qui rend le matériau plus poreux et moins résistant, que ce soit pour les mortiers et les pâtes de ciment. L'ajout de granulats dans le C05 pour former un M05 aboutit à une diminution de la résistance. Ceci s'explique par l'effet compétitif entre la diminution de la proportion de l'élément résistant principal (gel d'hydrates) et l'accroissement de résistance apportée par ces granulats, par modification des champs de contraintes locaux près des inclusions (à l'échelle microscopique). Ainsi, le M08 s'avère globalement aussi résistant que le C08, les inclusions rigides étant plus diluées que dans les M05, l'effet bénéfique de leur présence étant dès lors moindre.

Tableau 4. 1 - Récapitulatif du module d'Young (E), du coefficient de Poisson (ν) et de la résistance au pic en compression (R_c) pour nos 4 matériaux testés en compression simple

	E (MPa)	ν	R_c (MPa)
C05	16000	0,27	53
C08	10300	0,23	24,9
M05	35300	0,21	43,4
M08	21700	0,21	25

Une comparaison pour les M05 et M08 des résultats obtenus avec ceux de (Yurtdas 2003) met en évidence que les matériaux testés sont semblables. Pour des éprouvettes maturées pendant 6 mois dans l'eau et saturées, la résistance en compression uniaxiale est de 50 et 26 MPa pour respectivement les M05 et M08, le coefficient de Poisson est de 0,2 et 0,17, et le module d'Young vaut 37000 et 23000 MPa. Nos matériaux présentent des valeurs sensiblement identiques. Le lecteur alors est invité à se reporter à (Yurtdas 2003) pour plus de détails sur la variation des caractéristiques mécaniques en compression simple avec le séchage, dont les conclusions seront extrapolables à nos matériaux.

4.2.2 - Détermination expérimentale des propriétés poromécaniques

La détermination des propriétés élastiques des matériaux cimentaires peut aussi s'envisager par une approche poromécanique. Cette dernière n'envisage plus le matériau comme une moyenne macroscopique de sa constitution, mais en séparant les différentes phases du matériau, qu'il s'agisse des constituants solides, liquides ou gazeux. Ce paragraphe s'attache à présenter le cadre de cette théorie poromécanique, et aux méthodes expérimentales de détermination de ces propriétés. Une série de tests est ensuite conduite sur des éprouvettes représentatives de nos matériaux, et dont les résultats font l'objet d'une analyse, concernant notamment les renseignements qu'ils peuvent fournir sur leur structure et leur comportement sous différents chargements, mais aussi les limites de cette approche.

4.2.2.1 - Principes expérimentaux de détermination des propriétés poromécaniques

En accord avec la théorie de Biot (Biot 1941, 1955, 1973), plus tard reformulée dans le cadre de la thermodynamique par Coussy (Coussy 1991, 1995, 2004) un matériau saturé poreux est regardé

comme une superposition de deux continuum : une matrice solide et un fluide saturant l'ensemble du réseau poreux connecté. D'un point de vue thermodynamique, il s'agit alors d'un système ouvert qui échange une masse de fluide avec l'extérieur, ainsi que de la chaleur. Les variables d'état de ce système sont le tenseur des déformations du squelette, noté ε , la variation de masse de fluide rapportée au volume initial, notée m , et la température notée T . Nous limitons ici l'étude des milieux poreux à des conditions isothermes, qui est le cas qui nous concerne. Cela a pour effet de réduire le système à 2 variables d'état. La forme quadratique du potentiel de l'énergie libre ψ s'écrit, à l'état non sollicité (Eq. 4.1) :

$$\psi = g_m^0 m + \frac{1}{2} \varepsilon : \overset{\equiv}{C} : \varepsilon - \frac{mM}{\rho_f^0} B : \varepsilon + \frac{1}{2} M \left(\frac{m}{\rho_f^0} \right)^2 \quad (4.1)$$

Où g_m^0 est l'enthalpie libre massique du fluide et ρ_f^0 sa masse volumique initiale. $\overset{\equiv}{C}$ est le tenseur d'ordre 4 symétrique d'élasticité non drainé, B le tenseur d'ordre 2 symétrique des coefficients de Biot et M le module de Biot. Les coefficients de Biot traduisent la participation du fluide interstitiel à la reprise des contraintes appliquées dans les différentes directions (cas général d'un matériau anisotrope), le module de Biot traduit, à volume d'échantillon constant, la quantité de fluide à injecter pour produire une augmentation de la pression interstitielle. Il dépend donc du matériau étudié et de la compressibilité du fluide utilisé.

Les équations d'état s'obtiennent par dérivation standard du potentiel. Les forces thermodynamiques associées sont le tenseur des contraintes totales (σ), et l'enthalpie. Cependant, la détermination expérimentale de cette enthalpie n'est pas triviale. Sous l'hypothèse que le fluide est un fluide parfait linéaire, elle peut alors être remplacée par la pression interstitielle (dans les pores), notée P . Les matériaux que nous étudions sont isotropes, on a donc (Eq 4.2 et 4.3):

$$\overset{\equiv}{C} = \left(K - \frac{2}{3} G \right) \overset{\equiv}{J} + 2G \overset{\equiv}{I} \quad (4.2)$$

et

$$B = b1 \quad (4.3)$$

où b est le coefficient de Biot, K le module d'incompressibilité isotrope et G le module de cisaillement. $\overset{\equiv}{I}$ est le tenseur identité d'ordre 4, 1 est le tenseur identité d'ordre 2. Si le matériau peut en plus être soumis à des contraintes initiales σ^0 , les équations d'états s'écrivent (Eq. 4.4) :

$$\left\{ \begin{array}{l}
\sigma_{ij} - \sigma_{ij}^o = 2G_b \varepsilon_{ij} + (K_b - \frac{2G_b}{3})tr(\varepsilon)\delta_{ij} - b(P - P_o)\delta_{ij} \quad (a) \\
ou \\
\sigma_{ij} - \sigma_{ij}^o = 2G_u \varepsilon_{ij} + (K_u - \frac{2G_u}{3})tr(\varepsilon)\delta_{ij} - bM(\frac{m}{\rho_o^{fl}})\delta_{ij} \quad (b) \\
P - P_o = M(-btr(\varepsilon) + \frac{m}{\rho_o^{fl}}) \quad (c)
\end{array} \right. \quad (4.4)$$

où δ_{ij} est le symbole de Kronecker, σ_{ij}^o et P_o les contraintes et pression interstitielle initiales. Les équations 4.4 a et b sont équivalentes et sont généralement considérées comme le comportement drainé (a) et non drainé (b). Elles constituent une généralisation de la loi de Hooke pour un matériau poreux. K_b et G_b sont respectivement les modules d'incompressibilité et de cisaillement drainés, K_u et $G_u=G_b$ étant ces mêmes modules en conditions non drainées.

A partir de ces considérations théoriques, il est nécessaire d'expliquer comment les différents paramètres peuvent être déterminés expérimentalement.

La réalisation d'un test drainé, où la pression interstitielle P reste constante alors que la pression de confinement P_c varie de ΔP_c , les déformations volumiques $\Delta \varepsilon_v$ peuvent être calculées par l'équation 4.5 issue de l'Eq. 4.4.a :

$$\Delta \varepsilon_v = \frac{\Delta P_c}{K_b} \quad (4.5)$$

Comme montré dans (Coussy 2004), n'importe quel chargement, dans lequel la pression interstitielle et de confinement sont modifiées d'un même incrément ($\Delta P_c = \Delta P_i$), conduit à des déformations volumiques de l'échantillon qui sont celles de la matrice solide, *i.e.* $\Delta \varepsilon_v (squelette) = \Delta \varepsilon_{vm} (matrice solide)$ dont le module d'incompressibilité dérive de l'équation (4.6) ci-dessous :

$$\Delta \varepsilon_{vm} = - \frac{(\Delta P_c = \Delta P_i)}{K_m} \quad (4.6)$$

En outre, un test dans lequel la pression interstitielle varie de ΔP_i alors que la pression de confinement est maintenue constante, permet de définir un module H déterminé par (4.7) :

$$\Delta \varepsilon_v = \frac{\Delta P_i}{H} \quad (4.7)$$

A partir de (4.5), (4.6) et (4.7), il vient (4.8) :

$$\frac{1}{K_m} = \frac{1}{K_b} - \frac{1}{H} \quad (4.8)$$

K_m , liée uniquement à la matrice solide (hydrates, granulats et porosité non connectée), peut alors être également déterminé par la mesure de K_b et H . Une fois déterminé, le coefficient de Biot b peut être calculé par (Eq. 4.9) :

$$b = 1 - \frac{K_b}{K_m} \quad (4.9)$$

Le module d'incompressibilité du squelette non drainé K_u peut être déterminé par un accroissement de la pression de confinement sans autoriser d'échange de fluide avec l'extérieur. A partir de cette mesure, le module de Biot M peut se calculer selon la théorie des milieux poreux saturés isotropes linéaires (Coussy 1991) par (Eq. 4.10a) :

$$M = \frac{K_u - K_b}{b^2} \quad (4.10a)$$

Cette équation est cependant souvent peu précise, la détermination du module d'incompressibilité non drainé étant expérimentalement délicate. Une autre solution consiste à déterminer la porosité Φ , le coefficient de Biot b et le module d'incompressibilité de la matrice solide K_m , ainsi que le module d'incompressibilité du fluide K_f . On a alors (Eq. 4.10b)

$$\frac{1}{M} = \frac{\Phi}{K_f} + \frac{b - \Phi}{K_m} \quad (4.10b)$$

Le module de cisaillement se détermine quant à lui au moyen d'un chargement déviatorique supplémentaire, mais n'est pas abordé ici. Le lecteur pourra se référer à (Lion et al. 2004) pour une description plus détaillée.

Les principes expérimentaux étant présentés, le protocole expérimental est maintenant détaillé. Les essais sont conduits sur les 4 matériaux M05, M08, C05 et C08 décrits précédemment. Deux séries d'éprouvettes différentes sont testées. Une série est constituée de deux éprouvettes cylindriques de diamètre 37 mm et de longueur 74 mm. Elles sont issues d'un carottage de blocs coulés avec les mêmes gâchées que les éprouvettes prismatiques 20x20x160 mm utilisées pour la détermination des isothermes de désorption (chapitre 2). L'utilisation de carottes permet de limiter les effets de bord qui auraient été engendrés par un moulage direct des éprouvettes. Avant carottage, les blocs ont mûri pendant au moins 140 jours dans de l'eau saturée en chaux. Leur surface est ensuite rectifiée. Elles sont alors mises en séchage en étuve à 60°C, puis après quelques jours à 90°C, jusqu'à stabilisation du poids. Cette disposition permet de limiter un trop grand choc thermique, même si les gradients

hydriques seront importants, et pourront conduire à une fissuration. Les éprouvettes sont ensuite ramenées à une température de 20°C avant détermination de leurs propriétés poromécaniques. Elles sont munies de 2 jauges d'extensométrie transversales et de 2 jauges longitudinales, de marque Kyowa® avec une longueur de la grille de 10mm. Pour assurer un bon liaisonnement de la jauge de mesure à l'éprouvette, une couche de résine Kyowa® PC-12 est appliquée auparavant sur la surface de l'éprouvette, afin de combler les aspérités, puis est poncée pour limiter son épaisseur et les incidences possibles sur les mesures. Les jauges sont ensuite collées au moyen d'une colle Kyowa® adaptée (CC-33A).

L'éprouvette ainsi préparée doit être placée dans une cellule triaxiale, afin de pouvoir appliquer une pression de confinement et une pression interstitielle. Un schéma de principe de cette cellule triaxiale est donné dans la Fig. 4. 6. Le confinement est assuré au moyen d'une huile minérale, dont la pression est contrôlée par une pompe Gilson® d'une capacité d'injection de 60 MPa. L'éprouvette est isolée du fluide de confinement au moyen d'une couche de silicone doublée d'une jaquette en Vitton®. La couche de silicone a pour effet d'éviter un percement de la jaquette, ainsi que de rendre possible un passage étanche pour les câbles nécessaires à la mesure des déformations. La pression interstitielle est appliquée au moyen d'un fluide neutre vis-à-vis des matériaux cimentaires. Il est injecté par l'une des extrémités de l'éprouvettes, un drainage étant réalisé à l'autre extrémité, pouvant éventuellement être obstrué pour la mesure de paramètres non drainés, ou encore être reliés à une deuxième source d'injection de fluide interstitiel. La première solution retenue a été d'injecter de l'éthanol liquide au moyen d'une pompe Gilson ®. Cependant, les éprouvettes étant sèches, une saturation à l'éthanol doit être réalisée en cellule mais nécessite un temps conséquent (plus d'une semaine). Certaines éprouvettes de cette série seront alors testées avec une saturation à l'argon gazeux sous pression, contrôlée au moyen de détendeurs, comme fluide d'injection. Les travaux existants montrent que l'un ou l'autre de ces 2 fluides aboutit à des mesures semblables (Loosveldt et al. 2002). L'utilisation d'argon gazeux empêche cependant une détermination directe des paramètres non drainés, du fait de sa trop grande compressibilité, et ne permettra pas la connaissance de tous les paramètres poromécaniques. On pourrait néanmoins les déterminer à partir de la mesure de K_{fl} et de la porosité du matériau, via l'équation 4.10b pour le module de Biot par exemple.

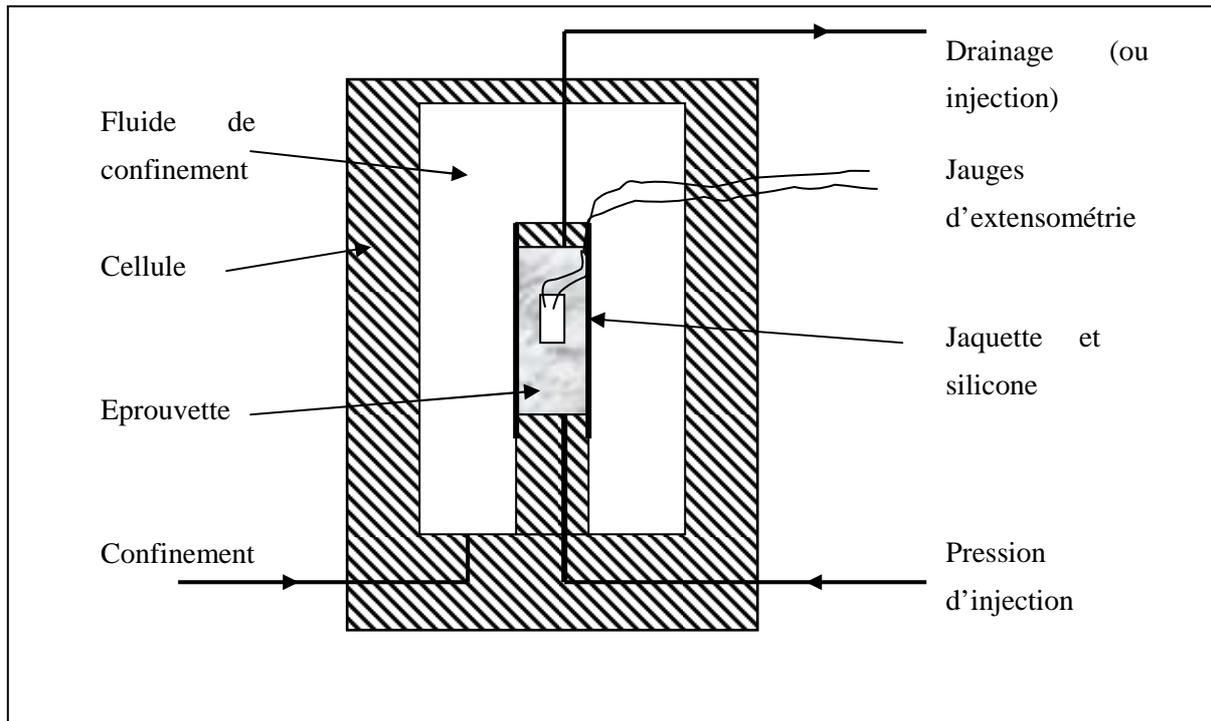


Fig. 4. 6 - Schéma de principe d'une cellule triaxiale (en configuration hydrostatique)

La seconde série d'éprouvettes testées est quant à elle constituée d'une éprouvette moulée cylindrique 36x72 mm pour chacun des matériaux. La gâchée est différente des précédentes, et une variabilité du matériau existe donc, même si les protocoles de fabrication sont rigoureusement identiques. Elles sont conservées pendant au moins 4 mois (jusqu'à poids constant) dans de l'eau saturée en chaux. Une comparaison reste donc possible entre ces 2 séries. La différence majeure avec les échantillons précédents est que la détermination des propriétés poromécanique s'opère sur des éprouvettes saturées, n'ayant subi aucun séchage préalable, donc non fissurés. Elles sont rectifiées et instrumentées de la même manière que précédemment. Un léger séchage en surface (30 minutes aux conditions ambiantes du laboratoire) est cependant observé, afin d'assurer un collage correct de la jauge. Le réseau poreux étant saturé d'eau, sa mise sous pression est assurée au moyen d'argon gazeux injecté par ses deux extrémités (Fig. 4. 6, où le drainage est remplacé par une injection de fluide). La transmission de pression entre l'eau et l'argon est supposée totale. Le Tableau 4. 2 récapitule l'ensemble des éprouvettes testées dans ces essais poromécaniques, leurs conditions de conservation (préalablement séchées ou non) et le fluide d'injection (éthanol liquide ou argon gazeux).

Tableau 4. 2 - Récapitulatif des éprouvettes testées

Conditionnement	Fluide d'injection	Eprouvettes testées	Paramètres mesurés
Séchées à 60°C, puis 90°C	Ethanol	1 de C08 1 de M05 2 de M08	K_b, K_u, K_m, b, M
Séchées à 60°C, puis 90°C	Argon gazeux	2 de C05 1 de C08	K_b, K_m, b
Saturées	Argon gazeux transmettant la pression à l'eau présente dans les pores	1 de C05 1 de C08 1 de M05 1 de M08	K_b, K_m, b

4.2.2.2 - Valeurs expérimentales mesurées

La Fig. 4. 7 représente un exemple de la variation des microdéformations volumiques mesurées sur l'éprouvette C05 sec n°2 en fonction des pressions de confinement P_c appliquées (la pression interstitielle étant maintenue constante). De cette courbe peut être déduit le module d'incompressibilité du squelette K_b , notamment sur chacune des décharges.

Tableau 4. 3 - Modules d'incompressibilité (squelette et matrice solide) drainés

Matériau	K_b (MPa)			K_m (MPa)		
	Sec n°1	Sec n°2	Saturé	Sec n°1	Sec n°2	Saturé
C05	9500	7900	10500	24200	28400	-
C08	6300	5100	6400	35100	28700	20700
M05	12400	-	19700	33400	-	34100
M08	10100	8200	12700	42700	40500	46300

De manière analogue, à partir des variations de déformations volumiques en fonction de la pression interstitielle (à pression de confinement donnée), le module H (équation 4.7) peut être déterminé, puis via l'équation 4.8, le module d'incompressibilité de la matrice solide K_m . Le Tableau 4. 3 fournit les valeurs de ces modules d'incompressibilité du squelette et de la matrice solide, qui sont les moyennes des modules sécants mesurés en décharge. Les valeurs grisées correspondent aux éprouvettes où le fluide d'injection est de l'éthanol.

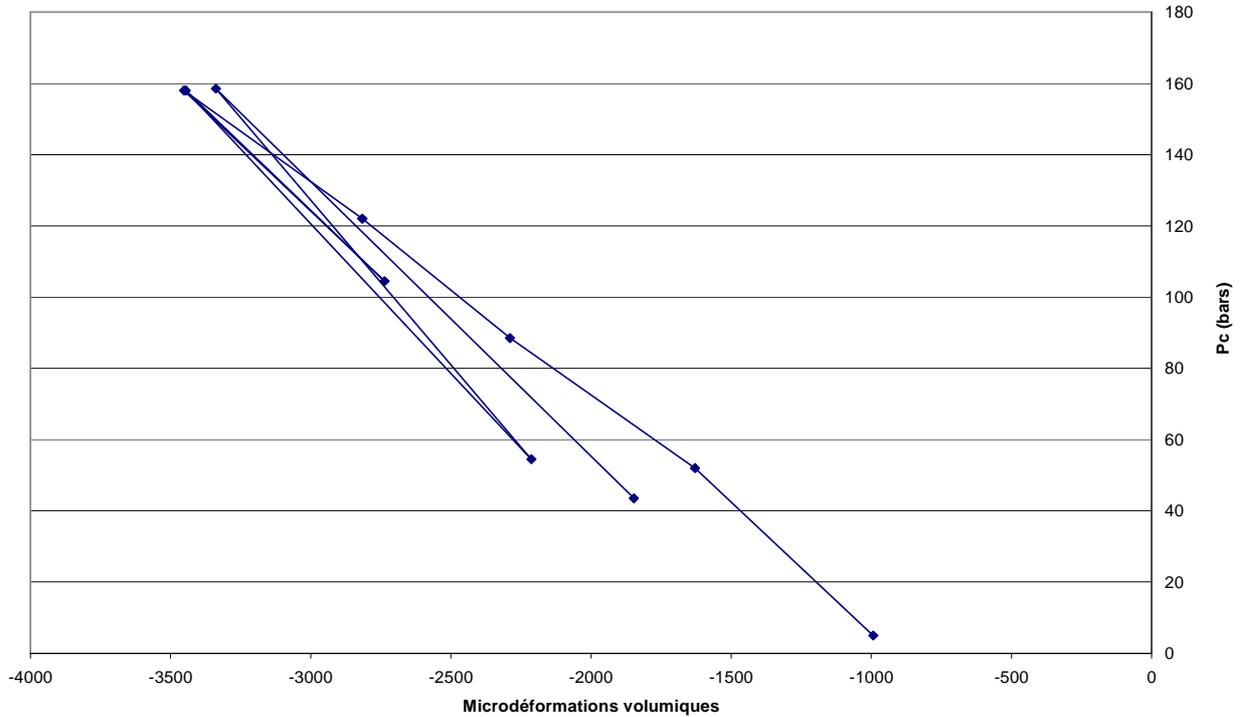


Fig. 4. 7 - Evolution des déformations volumiques en fonction des pressions de confinement P_c appliquées mesurées sur l'échantillon C05 sec n°2

Les valeurs du module d'incompressibilité du squelette drainé se révèle assez dispersif, et pourrait en partie être dû à la variabilité intrinsèque du matériau. La précision semble être d'environ 15% en moyenne sur les éprouvettes préalablement séchées. Une confrontation de ces valeurs est possible avec celles obtenues à partir des mesures du module d'Young et du coefficient de Poisson en compression simple, grâce à la relation (Eq. 4.11) :

$$K_b = \frac{E}{3(1-2\nu)} \quad (4.11)$$

Malgré la dispersion des valeurs, les modules K_b mesurés apparaissent cohérents. Ainsi, un matériau plus poreux (à E/C plus grand) se révèle plus compressible. De même, l'addition de granulats siliceux rigides augmente la valeur de K_b , comme cela pouvait être attendu.

A partir des données mesurées en compression simple sur des éprouvettes saturées (Tableau 4. 1) et par application de cette équation, les valeurs de K_b suivantes sont calculées : 11600 MPa pour C05, 6400 MPa pour C08, 20300 MPa pour M05 et 12500 MPa pour M08. En comparant avec celles obtenues par essais poromécaniques sur échantillons saturés, il peut en être conclu que les 2 méthodes aboutissent à des résultats équivalents.

L'effet du séchage préalable à la mesure est nettement visible. Les éprouvettes pré-séchées ont une valeur de K_b plus faible que les éprouvettes non désaturées. Le séchage crée un endommagement du matériau, qui est détectable au niveau poromécanique. Les mortiers semblent subir une diminution par le séchage plus importante que les pâtes de ciment. En effet, ils subissent une diminution de l'ordre de 30%, tandis que pour les pâtes de ciment elle n'est que de 15 %. Ce phénomène pourrait s'expliquer par des gradients hydriques lors du séchage plus faibles dans les pâtes de ciment, du fait de leur plus grande porosité et perméabilité, mais aussi par l'effet de retrait empêché par la présence d'inclusions rigides. Comme montré au chapitre 2, dans le cas d'une lixiviation qui aboutit à un retrait de la matrice cimentaire par décalcification, et qui agit d'une manière similaire à un séchage (Chen et al. 2006), le développement de contraintes orthoradiales de traction autour des granulats peut aboutir à cette fissuration supplémentaire.

La valeur de K_m est plus dispersive encore. Aucune tendance nette de variation de ces valeurs en fonction du conditionnement (séchage ou non) ne se dégage, ce qui s'avérerait cohérent, la fissuration due au séchage ne modifiant pas la matrice solide mais bien le réseau poreux. Seule une connexion d'une partie de la porosité occluse (probablement très faible) par la fissuration pourrait se produire. Les mortiers ont une valeur de K_m supérieure aux pâtes de ciment, de par la présence des granulats qui tendent à rigidifier la matrice solide. Cependant, il serait cohérent que K_m pour un matériau à E/C de 0,8 soit plus faible, voire au plus égal à celui d'un matériau à E/C 0,5 (Skoczylas 2007). En effet, l'addition d'eau supplémentaire n'agit essentiellement que sur le réseau poreux (et induit donc uniquement des variations de K_b qui est lié au squelette -pores et matrice solide-, la matrice n'étant pas affectée). Il pourrait toutefois éventuellement diminuer la rigidité du gel d'hydrates ou entraîner une augmentation de la porosité occluse. Les observations expérimentales ne confortent pas cette théorie.

La méthode de détermination du K_m implique la mesure de 2 paramètres, H et K_b . Or une petite variation de l'une des deux valeurs aboutit à des écarts importants sur la valeur de K_m , ce qui renforce la probabilité que cette valeur soit dispersive. La mesure directe de K_m nécessite quant à elle de faire varier d'autant la pression de confinement et d'injection, ce qui tend également à augmenter la variabilité expérimentale, car les 2 pressions doivent être finement contrôlées. Une seconde

explication est plausible. La plus grande perméabilité des matériaux à E/C élevé est un facteur qui provoque une meilleure resaturation du réseau poreux pour les éprouvettes préalablement séchées. Pour les éprouvettes saturées, la transmission de pression pourrait également être meilleure, par un contact plus facile entre l'argon et l'eau interstitielle. Ainsi, la mesure de K_m des matériaux à faible E/C engloberait une partie de la porosité ouverte, diminuant d'autant cette valeur. En outre, les méthodes de mesures de ces paramètres poromécaniques ont fait l'objet d'améliorations, postérieures aux essais présentés, qui améliorent la précision.

Tableau 4. 4 - Modules d'incompressibilité drainés et module de Biot

	M05 n°1	M08 n°1	M08 n°2	C08 n°1
K_u (MPa)	16800	17800	11400	7600
M (MPa)	11100	13200	5000	2000

Le Tableau 4. 4 présente les valeurs du module de compressibilité non drainé K_u et du module de Biot M sur les éprouvettes où ils ont été déterminés. Ces valeurs sont à prendre avec précaution, car elles n'ont pu être réalisées que sur un nombre restreint d'échantillons, et sont délicates à mesurer directement. Les remarques précédentes effectuées sur K_b demeurent valables, avec un accroissement de K_u avec la présence de granulats ou la diminution du rapport E/C. Le module de Biot M est déterminé à partir de l'équation 4.10. Une variabilité prononcée existe entre les deux éprouvettes M08 testées, et pourrait s'expliquer par les valeurs d'incompressibilité de la matrice solide qui sont très variables, et qui influent sur le calcul du module de Biot. En revanche, le module d'incompressibilité non drainé est directement déterminé par une montée de la pression de confinement, qui résulte en une déformation volumique de l'échantillon. Une saturation incomplète à l'éthanol, pourrait être liée à cette variation. Des tests complémentaires devront être effectuées pour confirmer ou infirmer les valeurs ainsi mesurées.

4.2.3 - Mesure de la perméabilité

L'objet des travaux résumés dans ce mémoire s'attache essentiellement au couplage entre une sollicitation hydrique et le comportement mécanique. L'influence du séchage ou de l'endommagement sur les propriétés de transfert n'est ainsi pas investigué. Le lecteur est invité à se référer au §4.1 qui synthétise différents travaux menés sur cette thématique. La connaissance de la perméabilité des matériaux testés demeure néanmoins une nécessité, afin de donner une vue globale des matériaux

étudiés expérimentalement. Ce paragraphe résume le protocole utilisé pour la caractérisation de la porosité.

4.2.3.1 - Protocoles expérimentaux

Les mêmes éprouvettes que celles testées dans le §4.2.2 pour la détermination des propriétés poromécaniques sont utilisées. En effet, la perméabilité est mesurée en ayant recours à une cellule triaxiale, qui permet d'appliquer une pression d'injection à l'une des extrémités de l'éprouvette, ainsi qu'une pression de confinement. Le montage de l'éprouvette est donc identique à celui présenté sur la Fig. 4. 6. Le fluide d'injection est soit un liquide, soit de l'argon gazeux selon l'éprouvette considérée.

Pour la détermination de la perméabilité au liquide, l'éthanol est choisi comme fluide d'injection car il ne réagit pas ou très peu avec les constituants des matériaux, contrairement à l'eau qui fausserait alors les débits mesurés. Une pression de confinement constante de 60 bars est appliquée afin d'assurer l'étanchéité autour de l'éprouvette. La pression d'injection P_i est fixée à 40 bars, et est appliquée sur la face inférieure de l'éprouvette (longueur l , section S). Le drainage est laissé ouvert de telle sorte que la face supérieure soit à pression atmosphérique P_0 . En régime permanent, le débit d'éthanol Q suit alors la loi de Darcy, ce qui permet de calculer la perméabilité intrinsèque k de notre matériau, connaissant la viscosité μ_e de l'éthanol, via l'équation (4.12) :

$$k = \frac{\mu_e Q l}{S(P_i - P_0)} \quad (4.12)$$

La détermination de la perméabilité au gaz s'effectue à la même pression de confinement (60 bars). Une source externe alimente un réservoir tampon (plus une tuyauterie, le tout de volume V connu) et l'éprouvette en argon (neutre vis-à-vis du matériau) à une pression de 40 bars, injectée depuis la face inférieure de l'éprouvette. La face supérieure est à pression atmosphérique (drainage ouvert). Une fois le régime permanent atteint, l'alimentation externe est coupée, et seul le réservoir tampon alimente l'éprouvette. La pression au sein de ce réservoir va alors diminuer d'une valeur ΔP , limitée à 1 bar pour conserver un régime quasi-stationnaire d'écoulement. Le temps Δt provoquant cette variation de ΔP est chronométré. D'après (Loosveldt et al. 2002), la perméabilité k vaut alors (Eq. 4.13) :

$$k = \frac{2\mu_g Q_m l P_m}{S(P_m^2 - P_0^2)} \quad (4.13)$$

avec μ_g la viscosité du gaz (égale à $2,2 \cdot 10^{-5}$ Pa.s) , P_m la pression moyenne définie par 4.14 :

$$P_m = P_i - \frac{\Delta P}{2} \quad (4.14)$$

et Q_m le débit moyen, qui vaut en conditions isothermes (Eq. 4.15) :

$$Q_m = \frac{V\Delta P}{P_m \Delta t} \quad (4.15)$$

L'effet Klinkenberg d'après (Loosveldt et al. 2002) peut être négligé avec une pression d'injection de 40 bars. Les perméabilités, intrinsèques, mesurées par percolation d'éthanol ou d'argon gazeux aboutissent à des valeurs similaires, et sont comparables.

4.2.3.2 - Perméabilité des matériaux testés

Le Tableau 4. 5 récapitule les perméabilités intrinsèques mesurées sur nos matériaux. Le numéro d'éprouvette ainsi que le fluide d'injection utilisés sont précisés. En comparant les résultats pour les C08, les perméabilités à l'éthanol et à l'argon sont du même ordre de grandeur, rendant possible l'analyse quel que soit le fluide utilisé. Les pâtes de ciment C05 mettent en évidence une perméabilité légèrement supérieure aux C08, contrairement avec ce qui pouvait être attendu.

Tableau 4. 5 - Perméabilités mesurées sur différentes éprouvettes à l'argon ou à l'éthanol

Matériau	Eprouvette	Fluide d'injection	Perméabilité k (en 10^{-18} m ²)
M05	n°1	Ethanol	1,8
M08	N°1	Ethanol	11
	N°2	Ethanol	17
C05	N°1	Argon	290
	N°2	Argon	340
C08	N°1	Ethanol	180
	N°2	Argon	260

Le préconditionnement par séchage rapide des éprouvettes avant de réaliser les tests pomécaniques et de perméabilité pourrait aboutir à une fissuration différente entre les pâtes de ciment (plus ou moins connectée et ouverte selon le rapport E/C) qui contrebalancerait la porosité plus élevée des C08. Ce phénomène ne s'observe pas au niveau des mortiers, le M05 est moins perméable que le M08. Les granulats augmentent la tortuosité (parcours moyen des molécules de fluide comparativement au parcours le plus court entre les 2 faces de l'échantillon) du réseau poreux, diminuant d'autant la perméabilité. Les mortiers sont alors de 1 à 2 ordres de grandeurs moins perméables que les pâtes de ciment. De plus, l'effet des inclusions est moins prononcé pour le M08 que pour le M05, le plus grand

rapport E/C accroissant la distance moyenne entre 2 inclusions, et diminuant alors la tortuosité, qui se rapproche plus de celle observée pour une pâte de ciment, expliquant au moins partiellement l'ordre de grandeur d'écart entre les perméabilités des 2 types de mortiers.

4.3 - Variations dimensionnelles induites par le séchage

Les matériaux cimentaires ont un comportement mécanique très dépendant des sollicitations hydriques auxquelles ils sont soumis. Parmi celles-ci, la lixiviation en est une qui a déjà fait l'objet d'une présentation dans ce mémoire au travers d'une approche essentiellement microstructurale, et qui est lié à un comportement à long terme d'une structure vis-à-vis des conditions hydriques. Une autre demeure essentielle, car elle concerne une très grande partie des ouvrages en béton existants et influe grandement sur leur durabilité : le séchage. Il peut ainsi conduire à des déformations élevées, et dès qu'elles sont empêchées, à une micro, voire macro-fissuration, aboutissant à une modification de la perméabilité de ce matériau et à une longévité réduite. Cependant, les séchages habituellement étudiés engendrent de forts gradients hydriques à l'intérieur des matériaux testés (Yurtdas et al. 2004, Bai et al. 2005, Burlion et al. 2005), provoquant de la fissuration par retrait différentiel. Les retraits ainsi mesurés dépendent non seulement du comportement du matériau, mais également de la géométrie des éprouvettes testées.

Dans ce paragraphe, une autre approche est proposée afin de limiter ces effets structurels, et donc obtenir des résultats plus proches du comportement du matériau : la désaturation par faibles paliers d'humidité relative. Cette technique a déjà été utilisée précédemment pour l'obtention des isothermes de désorption de vapeur d'eau dans les matériaux étudiés. Elle est complétée par un système de mesure du retrait en fonction du degré de saturation de l'échantillon. La campagne expérimentale porte sur des pâtes de ciment, afin de connaître le comportement de la matrice cimentaire seule, ainsi que sur des mortiers afin de dégager les effets des granulats sur le retrait. La variation du rapport eau/ciment est aussi étudiée pour ces 2 types de matériaux, dans le but d'observer notamment les influences de la porosité sur les retraits. En outre, afin de compléter ces résultats, une approche poromécanique est mise en œuvre. Elle vise, au travers d'un modèle basé sur les isothermes de désorption et sur la connaissance de quelques propriétés poromécaniques des échantillons, à prédire le retrait en fonction de l'humidité relative imposée.

4.3.1 - Méthode de mesure du retrait en fonction de l'humidité relative imposée

Le protocole expérimental s'appuie pour une très grande part sur celui présenté au §2.2.2, auquel le lecteur est invité à se référer. Il fait appel au procédé de désorption par faibles paliers d'humidité,

utilisé pour l'établissement des isothermes de désorption d'eau, dont seules les caractéristiques essentielles sont rappelées ici. Les paliers successifs d'humidité retenus sont de 95%, 90%, 80%, 65%, 50%, 30%, 12% à une température de 20°C. L'état saturé (repéré dans nos expériences à une humidité relative de 100%, même si la conservation effective à 100% d'HR_{est} différente de notre état de saturation sous eau) est assuré par conservation des éprouvettes sous eau. Ces conditions sont imposées en plaçant les échantillons en enceinte climatique, dont leur poids est relevé régulièrement jusqu'à stabilisation pour un palier donné. Les matériaux testés sont les mêmes que ceux qui ont servi à la détermination de ces isothermes, à savoir 2 pâtes de ciment et 2 mortiers (ratio sable/ciment de 3) de rapport E/C 0,5 et 0,8. Les échantillons sont des prismes de dimension 20x20x160 mm, et sont conservés après démoulage en piscine thermostatée remplie d'eau saturée en chaux maintenue à 20°C.

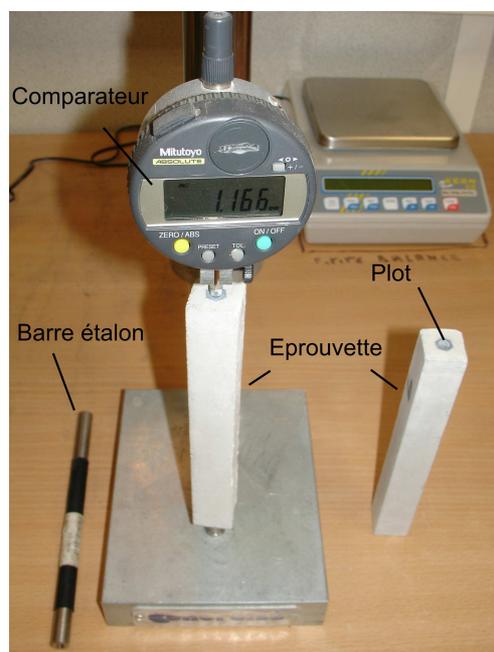


Fig. 4. 8 - Photo du déformètre

Concernant le suivi des déformations de ces éprouvettes, il repose sur une adaptation de la norme NF P 15-433. Il est assuré au moyen de 2 plots en laiton placés chacun à l'une des extrémités de l'échantillon, suivant sa plus grande dimension (160 mm). Ces plots sont noyés dans ces parties extrémales, et seule leur surface munie d'un alésage conique est affleurante. La mesure des déformations s'effectue alors par la mesure de la longueur entre ces 2 plots par l'utilisation d'un déformètre muni d'un comparateur de résolution 0,001 mm, dont la pointe de mesure est constituée d'une partie sphérique venant se placer dans les alésages des plots (un dispositif sphérique situé à la base du déformètre est également présent). De cette manière, la longueur mesurée entre les plots est

très peu dépendante des conditions de contact plots/déformètre, qui s'opèrent toujours sensiblement au même niveau.

La démarche est détaillée ci-dessous :

- le comparateur est étalonné au moyen d'une tige en Invar (dont la longueur est très peu dépendante des variations thermiques inhérentes à sa manipulation, son coefficient de dilatation thermique étant d'environ 2.10^{-6} K^{-1}) de 160 mm de longueur. On notera que lors de cet étalonnage, les valeurs mesurées par le comparateur varient de plus que 0,001 mm. Ainsi, lors de la mise en place de la tige en Invar, des variations jusqu'à plus ou moins 0,003 mm peuvent être relevées. La présence de poussières au contact plot/déformètre, les très légères variations de température lors de la manipulation de la tige,... pourraient expliquer cette variation. La température du laboratoire où est effectué la mesure est maintenue aux alentours de 20°C au moyen d'un dispositif de climatisation. La Fig. 4. 8 présente le dispositif de mesure (déformètre, comparateur et barre en Invar), ainsi qu'une éprouvette munie des plots de mesure.
- l'éprouvette est sortie de l'enceinte climatique, pesée (pour l'obtention de l'isotherme de désorption) puis placée dans le déformètre. Au moins 3 rotations complètes de l'éprouvette autour de l'axe de mesure du déformètre, dans les 2 sens de rotation possibles, sont effectuées jusqu'à l'obtention d'une valeur « stable » sur le comparateur. Cela a pour effet de maximiser la répétabilité de la mesure. Toutefois, le même type de variations, du même ordre de grandeur, que lors de la mise en place de la tige étalon est observable. La valeur moyenne est alors retenue comme valeur « stable », et est notée $L(t)$, où t est l'instant de mesure. La précision d'une telle mesure est donc plus proche de 5 μm . La durée de mesure d'une éprouvette n'excède pas 2 minutes.
- l'éprouvette est ensuite remise en enceinte climatique. Le temps moyen entre la sortie et la remise en atmosphère contrôlée est de l'ordre 5 minutes, les éprouvettes étant contrôlées par groupe de 2. La perturbation de l'état hydrique des éprouvettes est donc très limitée par la méthode de mesure.

La longueur de référence de l'éprouvette est fixée à la longueur $L(0)$ mesurée lorsqu'elle est dans un état totalement saturé. Cet état correspond à celui décrit au §2.2.2.2.3, qui correspond à la stabilité en poids de l'échantillon lors de sa maturation en piscine thermostatée. Les déformations linéaires, à l'instant t , $\varepsilon(t)$ sont alors déterminées par l'équation 4.16 :

$$\varepsilon(t) = \frac{L(t) - L(0)}{L} \quad (4.16)$$

où L est la longueur théorique de l'éprouvette, à savoir 160 mm. Il est à noter que la longueur L aurait pu être remplacée par $L(0)$. Cependant, les longueurs mesurées par le comparateur $L(t)$ ne sont pas des longueurs intrinsèques de l'éprouvette. En effet, le contact plot avec l'élément mesuré (éprouvette ou barre étalon) ne se réalise pas forcément au même niveau, l'alésage de la barre ou du plot pouvant être différents, induisant alors potentiellement un décalage de mesure. Une mesure au pied à coulisse des éprouvettes tend à valider que la longueur de toutes les éprouvettes est de l'ordre de 160 mm. Ainsi, la prise en considération de L et non $L(0)$ semble être la solution la plus satisfaisante.

A partir des imprécisions de mesure du comparateur, il peut en être déduit que la valeur de déformation linéaire a une précision d'environ 30 microdéformations (correspondant aux 5 μm rapportés à la longueur de l'éprouvette), ce qui est relativement élevé en comparaison de la précision d'une jauge d'extensométrie (de l'ordre de la microdéformation). Toutefois, l'utilisation d'une telle jauge n'était pas envisageable au vu de la durée de l'expérience et des conditions hydriques imposées, pouvant altérer la mesure au fil du temps.

Etant donné que les mêmes éprouvettes servent à la mesure du retrait de séchage et à la détermination des isothermes de désorption, une corrélation entre la saturation ou la perte en poids de l'éprouvette à chacun des paliers d'humidité et la déformation observée peut être réalisée.

Enfin, quand l'éprouvette est dans un état d'équilibre au palier de HR considéré, du fait de l'homogénéité du séchage, il peut être admis que la déformation linéaire mesurée au moyen du déformètre est semblable dans les 2 autres directions de l'éprouvette. Il est néanmoins rappelé que le séchage appliqué, même effectué par petits paliers d'humidité relative, aboutit à des gradients hydriques différentiels selon les directions, qui pourraient générer des déformations légèrement différentes dans les directions perpendiculaires à la longueur de l'éprouvette. Ces variations sont supposées suffisamment faibles pour être négligées. Ainsi, la déformation volumique de séchage $\varepsilon_v(\text{HR})$ peut être calculée par l'équation 4.17 :

$$\varepsilon_v(\text{HR}) = 3.\varepsilon(\text{HR}) \quad (4.17)$$

4.3.2 - Résultats expérimentaux

La déformation linéaire observée dans les matériaux étudiés en fonction de l'humidité relative est présentée sur la Fig. 4. 9. Chaque point représente la mesure pour une éprouvette, la courbe étant la moyenne de deux éprouvettes. Le premier point à relever est la très faible dispersion des valeurs obtenues pour un matériau donné. La méthode de préparation et de conservation des éprouvettes, ainsi que de mesures, semble donc être performante et adéquate pour l'étude de ce retrait, tout comme cela avait déjà été noté pour l'obtention des isothermes de désorption.

La forme des courbes pour les 4 matériaux testés est sensiblement identique, même si les pentes et asymptotes sont inévitablement distinctes. Ainsi, l'augmentation de la porosité par élévation du rapport E/C augmente le retrait de dessiccation observé, tandis que l'ajout de granulats tend à le diminuer en rigidifiant le squelette et la matrice solide, par l'adjonction d'inclusions rigides. Cela a pu être constaté par la mesure des coefficients d'incompressibilité de la matrice solide K_s ou du squelette K_b au §4.2.2 entre les mortiers et pâtes de ciment. La relation de linéarité entre le retrait et l'humidité relative est globalement vérifiée dans le domaine 100% à 50% d'HR, conformément aux observations de (Baroghel-Bouny et al. 1999). Toutefois, en étudiant plus précisément les courbes, les déformations augmentent de moins en moins rapidement à mesure que l'humidité relative décroît.

Cet effet peut être attribué à une compétition entre l'augmentation de la dépression capillaire à mesure qu'HR diminue, mais qui s'applique dans un réseau de pores saturés de plus en plus petit. Cette hypothèse servira de base au modèle poromécanique présenté par la suite. La diminution plus rapide de la pente en deçà de 50% d'HR pourrait également être due à une microfissuration au sein des matériaux, au vu des valeurs assez élevées des pressions capillaires appliquées au sein du réseau poreux.

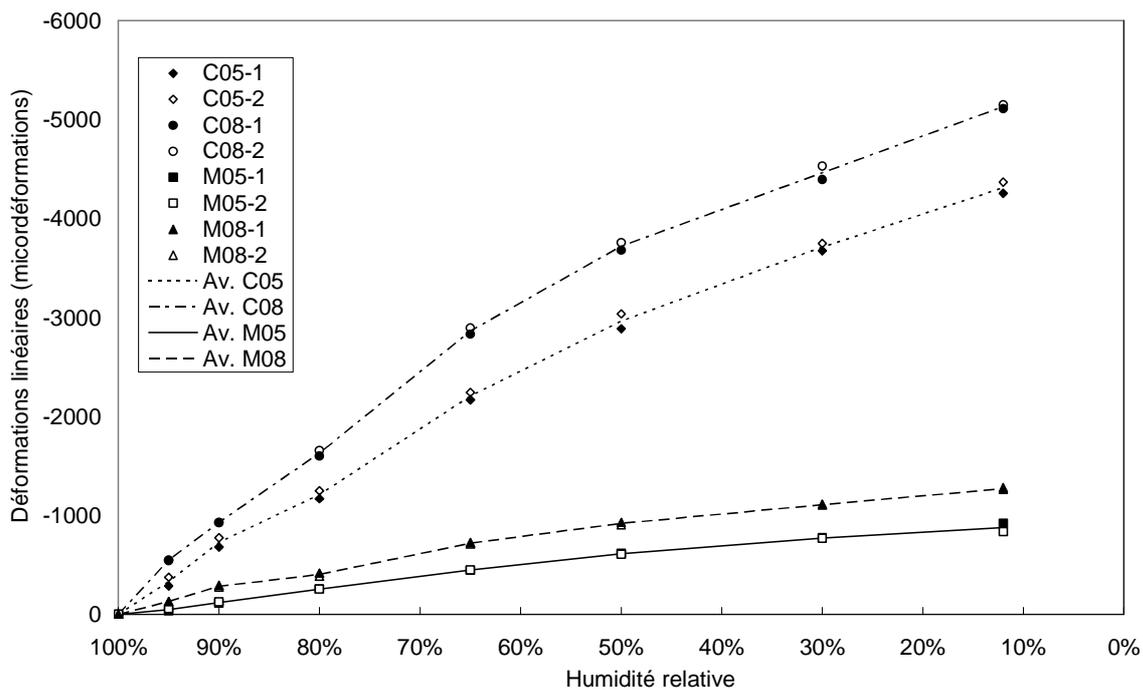


Fig. 4. 9 – Déformations linéaires en fonction de l'humidité relative imposée

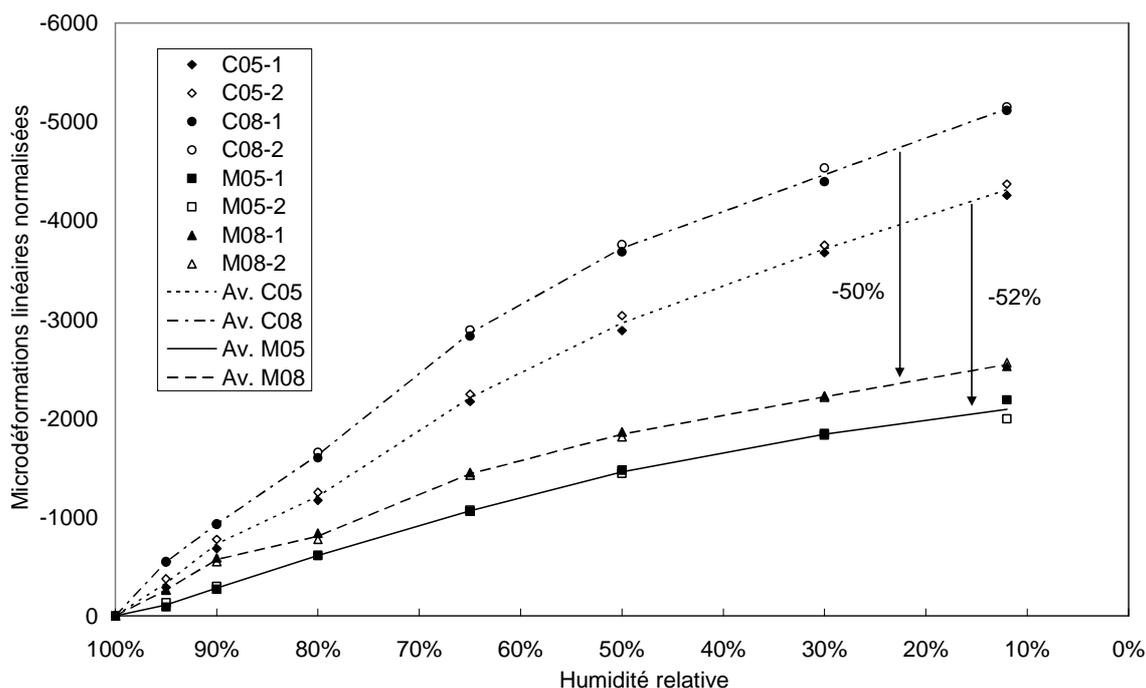


Fig. 4. 10 – Déformations linéaires normalisées par la proportion volumique de matrice cimentaire dans le mélange en fonction de l'humidité relative imposée

Pour étudier plus exactement les effets des inclusions rigides, une normalisation de cette courbe en fonction de la proportion volumique de matrice cimentaire, qui est le seul constituant sensible à l'eau et dont les dimensions varient avec l'humidité relative, les granulats siliceux utilisés n'étant pas affectés. La Fig. 4. 10 représente ces microdéformations normalisées en fonction de l'humidité relative imposée. A un rapport E/C donné, les mortiers montrent une diminution conséquente de la déformation en fonction de l'humidité par rapport à la pâte de ciment. Cette diminution est de 50% pour les matériaux à E/C de 0,8, et de 52% pour ceux à E/C de 0,5. De cette manière, l'influence des granulats est quantifiée, en évitant l'effet structurel de séchage, qui aurait eu lieu dans le cas d'un séchage « rapide ». Cette valeur rend compte de l'intensité de l'action du retrait empêché par la présence des granulats rigides, aboutissant à la création de contraintes, voire de fissures, par effet local des inclusions, comme cela a pu être observé dans le chapitre traitant de la fissuration due à la lixiviation de matériaux cimentaires.

Ce phénomène est confirmé par une observation des courbes présentées sur les Fig. 4. 11 et Fig. 4. 12, qui mettent en évidence l'évolution des déformations en fonction de la perte en poids relative des échantillons de pâtes de ciments et mortiers.

En ce qui concerne les mortiers, les trois phases généralement observées sont bien visibles, comme déjà analysé par (Granger 1995, Yurtdas 2003) sur des bétons et mortiers ou (Colina et Roux 2000) sur des argiles. La première qui est une phase où malgré la perte en poids, les déformations demeurent faibles. Cette zone s'étend de 0 à 1,5% de perte en poids pour le mortier M05, et de 0 à 2 ou 3% pour le mortier M08, selon la manière dont est tracée la courbe. En effet, on peut observer que les 2 échantillons de M08, à 2,4 % de perte en poids, montrent une déformation bien supérieure à la tendance représentée. Cette première phase, attribuée notamment par (Khelidj et al. 1998) à un départ d'eau principalement en périphérie de l'éprouvette, ne peut être retenue comme élément principal, les mesures effectuées ici l'étant pour des distributions homogènes de teneur en eau (à l'équilibre avec le palier d'HR imposé) au sein du matériau. Toutefois, une fissuration de peau (due au gradient hydrique en surface de l'échantillon au début de l'application du palier d'humidité) pourrait être à l'origine d'une relaxation d'une partie des contraintes, et à une minimisation des retraits de dessiccations mesurés. Une deuxième zone ensuite, qui englobe la majorité de la courbe, montre l'évolution du retrait principalement dû aux variations de pressions capillaires induites par le séchage. Enfin, une dernière phase, où les déformations sont à nouveau faibles à mesure que la perte en poids continue. Plusieurs effets sont proposés pour expliquer ce phénomène, tels qu'un comportement non linéaire sous contrainte hydrique (Benboudjema 2002) ou à une apparition de fissuration générée par les inclusions rigides qui devient prépondérante.

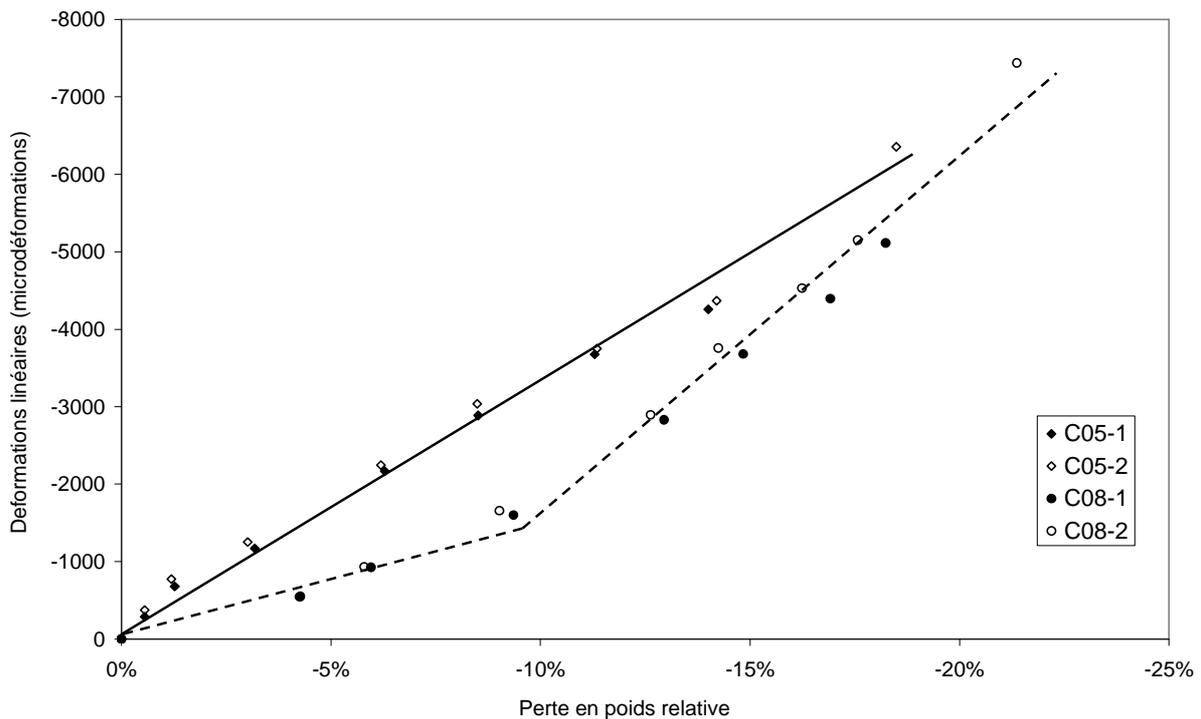


Fig. 4.11 - Evolution des déformations en fonction de la perte en poids pour les pâtes de ciment

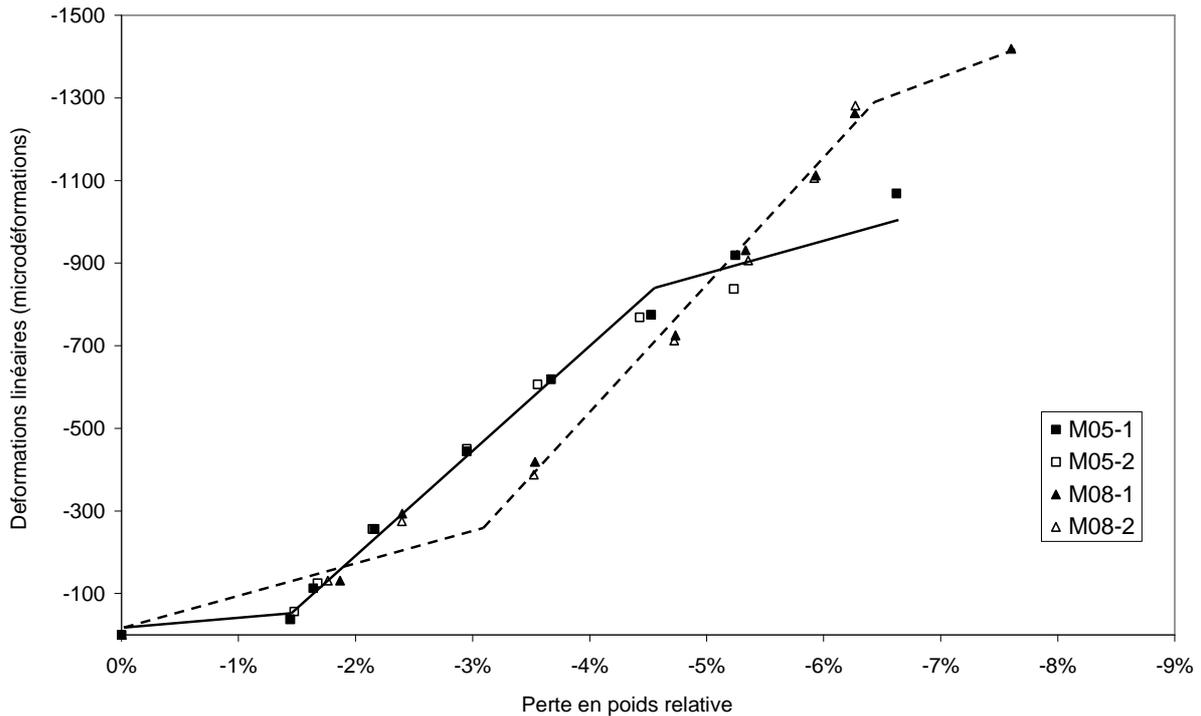


Fig. 4.12 - Evolution des déformations en fonction de la perte en poids pour les mortiers

En observant attentivement les courbes pour les pâtes de ciment, la troisième phase est totalement absente, alors que l'état hydrique de la matrice cimentaire est identique à celle des mortiers. La pente de la courbe reste identique aux fortes pertes et aux valeurs intermédiaires. Un changement de comportement de cette matrice sous l'effet de contraintes hydriques apparaît donc peu probable dans ce cas. L'apparition d'un réseau de microfissures dues au retrait différentiel entre les granulats et la matrice, qui peut engendrer des contraintes supérieures à la résistance de la pâte de ciment, est donc privilégiée.

D'autre part, concernant le mortier M05, en comparaison des résultats de (Yurtdas 2003) menés sur les mêmes matériaux, mais avec un séchage « rapide » (température 21°C et humidité ambiante variant entre 40 et 50%), la perte en poids obtenue dans ses travaux à l'équilibre (environ 4,8%) est obtenue dans nos travaux pour le palier d'humidité relative de 30% (perte en poids 4,5 %). Il est à noter quand dans les travaux de (Yurtdas 2003), les éprouvettes utilisées sont plus volumineuses (40x40x160 mm), et ne sont pas conservées exactement de la même manière. Toutefois, outre cette variabilité expérimentale et la variabilité intrinsèque du matériau qui pourrait expliquer une partie des écarts constatés, la différence demeure relativement grande. La soumission à un gradient hydrique plus important pourrait avoir pour effet une création de fissures ayant tendance à accroître la connectivité

du réseau poreux, et à rendre accessibles des pores auparavant non connectés. Une étude ultérieure dans ce mémoire (§4.4) tendra à confirmer cette hypothèse.

4.3.3 - Approche poromécanique de modélisation du retrait en fonction de l'humidité relative

L'obtention de courbes de retraits en fonction de l'humidité relative permet une meilleure connaissance des matériaux cimentaires, et fournit des informations primordiales dans l'étude de leur durabilité. Cependant, la réalisation de telles expériences demande un temps considérable, qui n'est pas disponible dans le cadre d'une utilisation en ingénierie. La création de modèles numériques est donc un aspect primordial, dans la prédiction du retrait par exemple, au moyen de données expérimentales plus facilement déterminables. Nous proposons dans ce paragraphe un modèle simple basé sur une approche poromécanique.

4.3.3.1 - Hypothèses générales du modèle

Le matériau est envisagé selon la théorie poromécanique initiée par Biot et développée par Coussy (cf. §4.2.2), à savoir constitué d'une matrice solide (partie solide de la matrice cimentaire, ainsi que les granulats) parcourue par un réseau de pores connectés où peuvent circuler des fluides (air, vapeur d'eau, eau,...). Le modèle proposé ici repose sur des hypothèses générales qui sont détaillées dans la suite.

4.3.3.1.1 - Loi de comportement du matériau poreux

Le matériau est considéré suivre un comportement poroélastique linéaire. Dans cette première approche, les effets dus à une microfissuration autour des granulats lors du séchage ne sont donc pas pris en compte. Les effets de fluage ne sont pas non plus pris en compte. Cette approche se justifie par la création d'un modèle basé sur un nombre de paramètres le plus faible possible et aisément accessible.

4.3.3.1.2 - Physique du retrait de séchage

Le réseau poreux est supposé constitué de tubes cylindriques, également répartis dans tout l'échantillon. Le retrait est généré par les variations de pressions capillaires, dues aux changements d'humidité relative imposés, au sein de ce réseau. Les variations de pressions de disjonction ou d'énergie superficielle comme mécanismes de retrait ne sont pas pris en considération. Il sera par ailleurs remarqué que les pressions de disjonction sont liées, comme pour la pression capillaire, au potentiel chimique de l'eau, qui lui-même dépend de l'humidité relative. Le modèle sera donc essentiellement valable dans la gamme des humidités relatives élevées, à savoir globalement au-delà

de 45-50% d'HR. Il doit être noté que cette gamme d'humidités est celle habituellement rencontrée par une structure en béton sous nos latitudes, ce qui explique en partie ce choix.

En outre, chaque pore d'un diamètre fixé est dans l'un des 2 états suivants. Il est soit saturé si son diamètre est inférieur au diamètre critique calculé par l'équation de Kelvin-Laplace (Eq. 2.2), sinon, il est considéré comme saturé. Dans cette première approximation que constitue le modèle présenté, la prise en compte d'une géométrie de pores en « bouteille d'encre », n'est pas effectuée. Une méthode de modélisation de ce type de distribution spatiale de pore a été réalisée par (Espinoza et Franke, 2006). Elle consiste à représenter la non accessibilité des pores d'un diamètre pourtant supérieur au diamètre critique de Kelvin par la présence entre eux et l'atmosphère environnante, de pores de dimensions plus réduites qui ne sont donc pas encore désaturés.

Enfin, la dernière hypothèse concernant le mécanisme du retrait réside dans le fait que les pressions capillaires n'agissent que dans les pores non désaturés. Quand l'échantillon est soumis à un séchage de 100 à 95% d'HR, en accord avec l'équation de Kelvin-Laplace (Eq.2.2), les pores de diamètres plus grands que 41,5 nm sont vides d'eau, alors que le reste du réseau poreux est soumis à une pression négative de 7 MPa. A chaque étape de désaturation, la proportion de pores saturés diminue alors que la pression tend à s'accroître (négativement). Il est alors proposé de considérer que le matériau partiellement saturé est équivalent à un matériau totalement saturé où les pores désaturés sont inclus comme porosité occluse dans la matrice solide, au sens poromécanique (échantillon moins le réseau de pores connectés, c'est-à-dire uniquement sa fraction « solide », y compris les pores non accessibles). Le module d'incompressibilité de la matrice solide K_m du matériau équivalent devient donc plus faible par adjonction de vides.

Sous cette hypothèse, quand le matériau est totalement saturé, le module d'incompressibilité de la matrice K_m doit être égal à celui mesuré lors de sa détermination par essais poromécaniques (§4.2.2). En effet, ce dernier est mesuré en appliquant un incrément de pression interstitielle à l'ensemble du réseau poreux, en même temps qu'un incrément de pression de confinement. Le module d'incompressibilité en revanche demeure identique, la quantité de vides de l'éprouvette réelle ou équivalente étant identique.

Quand le matériau est complètement sec, le module d'incompressibilité de la matrice K_m du matériau équivalent doit alors être égal au module d'incompressibilité drainé K_b , toute la porosité connectée étant maintenant considérée comme occluse. La Fig. 4. 13 est un schéma de principe récapitulant la manière dont est déterminé le matériau équivalent lors d'une désaturation.

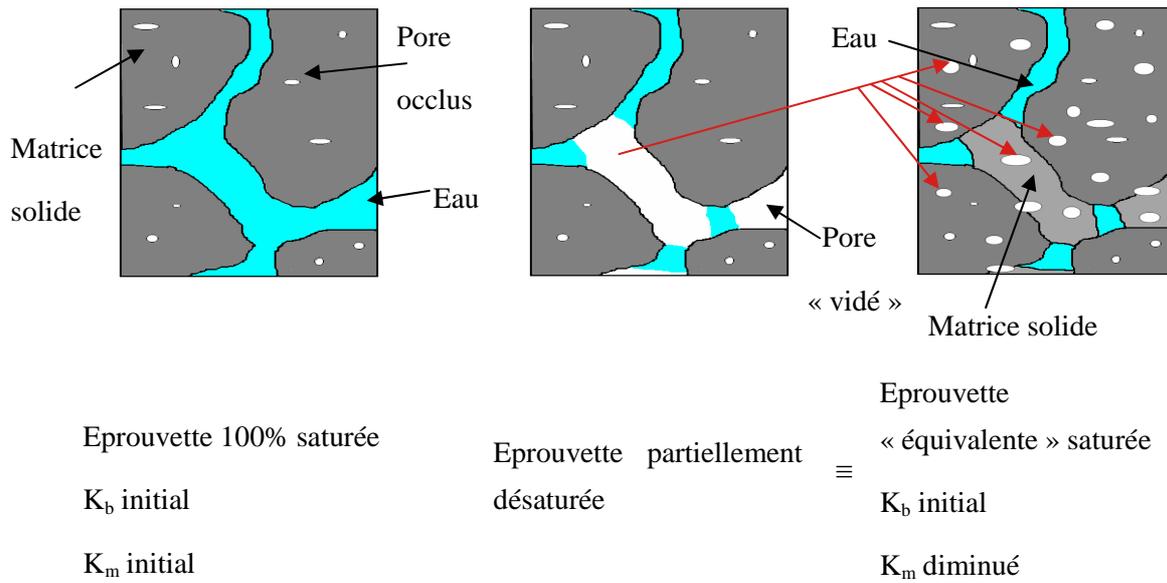


Fig. 4. 13 - Schéma de principe de la correspondance éprouvette réelle - éprouvette équivalente dans le modèle

En conséquence, une fonction décrivant la variation de K_m avec la saturation S_w entre le $K_m^{S_w=1}$ initial et K_b doit être choisie. En effet, la mise au point d'une démarche expérimentale pour déterminer cette relation n'est pas évidente. L'objectif serait de pouvoir, pour différentes saturations données du matériau, augmenter (ou diminuer) la pression interstitielle, à pression de confinement contrôlée. Or, cela s'accompagne inévitablement d'une augmentation (resp. diminution) de la saturation du matériau. Une approximation peut être obtenue en utilisant un liquide non mouillant et n'interagissant pas avec le matériau cimentaire. Une faible variation de pression d'injection de ce liquide autour d'une valeur fixée, correspondant à un état de saturation donné (par exemple, injection à une pression de 10 MPa correspondant à une saturation donnée, et variation de cette pression de plus ou moins 0,5 MPa, qui ne modifie pas grandement l'état de saturation qui peut être supposé quasiment identique), et aboutissant à des déformations mesurables, permettrait d'estimer la forme de cette relation. Pour une première approche, et dans l'attente de telles données expérimentales, elle est ici supposée linéaire (Eq. 4.18) :

$$K_m(S_w) = S_w K_m^{S_w=1} + (1 - S_w) K_b \quad (4.18)$$

Dès lors, le coefficient de Biot, conformément à la théorie de la poromécanique, dépend de la saturation, et est noté $b(S_w)$. Les déformations volumiques ε_v sont calculées à partir de l'équation 4.4a, quand elles sont dues uniquement à une pression de pores. L'état de référence est fixé pour un échantillon totalement saturé ($\varepsilon_v=0$ pour une pression capillaire P_{cap} nulle), et l'équation 4.4a peut alors s'écrire sous la forme donnée dans (Eq. 4.19) :

$$\varepsilon_v = -\frac{b(S_w)P_{cap}}{K_b} \quad (4.19)$$

Cette équation permet ainsi de déterminer, à une pression capillaire donnée, donc à une HR donnée et à une saturation déterminée à partir des isothermes de désorption, la déformation volumique de l'échantillon. Tous ces paramètres ayant été déterminés dans nos expériences précédentes, le modèle peut être utilisé.

Dans le cadre d'une utilisation industrielle d'un tel modèle, le recours à d'autres approximations ou à des essais plus simples à mettre en œuvre pour obtenir les valeurs des paramètres pourraient être envisagés. Ainsi, la mesure des isothermes de désorption requiert un temps assez long. Une approximation pourrait être réalisée au moyen du modèle de (van Genuchten 1984) calé sur un séchage rapide. Concernant le coefficient d'incompressibilité drainé K_b , il pourrait être déterminé au moyen d'un essai de compression simple avec acquisition du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν , grâce à la relation (4.11). Seule la détermination de K_m s'avère délicate. Cependant, des valeurs proches de 40000 MPa pour des mortiers, qui pourraient être étendues aux bétons pour des rapports E/C courants, fourniraient une première approximation convenable (Skoczylas et al. 2007).

4.3.3.2 - Comparaison des résultats numériques aux données expérimentales

Les données issues des mesures poromécaniques (§4.2.2) qui sont utilisées dans le modèle sont regroupées dans le Tableau 4. 6. Les coefficients d'incompressibilité mesurés exhibent une dispersion non négligeable déjà commentée dans une partie précédente du mémoire. Il a donc été décidé de prendre 2 jeux de paramètres différents, appelés « meilleures valeurs » et « valeurs moyennes ». Les premières sont choisies parmi les données expérimentales brutes comme étant celles qui aboutissent à la meilleure corrélation entre valeurs expérimentales de déformations et valeurs numériques. Ce choix est arbitraire et peut induire un biais d'interprétation du modèle. Le second jeu de paramètres est calculé à partir de la moyenne des valeurs mesurées pour le module K_b . Concernant $K_m^{S_w=1}$, conformément aux remarques du §4.2.2, la valeur pour les matériaux à fort E/C est limité par la valeur des matériaux à E/C de 0,5. L'augmentation du rapport E/C ne devrait en effet pas augmenter le module d'incompressibilité de la matrice solide.

Les courbes de saturation en fonction de l'humidité relative pour chacun des matériaux sont issues des Fig. 2.6 et 2.7. La saturation est obtenue en divisant la teneur en eau de chaque matériau par sa teneur en eau à l'état saturé.

Les résultats sont présentés dans les Fig. 4. 14a pour les ciments, et Fig. 4. 14b pour les mortiers. Elles représentent l'évolution des microdéformations linéaires en fonction de la pression capillaire résultant de l'humidité relative appliquée. Pour chaque matériau, les points isolés sont les valeurs

expérimentales (cf. Fig. 4. 9), les courbes en gras les valeurs numériques obtenues avec les « meilleures valeurs » (notées « best »), et en trait normal celles avec les « valeurs moyennes » (notées « med »).

Tableau 4. 6 - Valeurs des paramètres poromécaniques utilisées dans le modèle

	« Meilleures » valeurs		Valeurs moyennes	
	K_b (MPa)	$K_m^{S_w=1}$ (MPa)	K_b (MPa)	$K_m^{S_w=1}$ (MPa)
C05	7900	24600	9300	24500
C08	5100	20700	5900	24500
M05	19700	34100	16100	34000
M08	12700	42300	10400	34000

Qualitativement et quantitativement, le modèle proposé modélise convenablement la diminution de la pente du retrait linéaire en fonction de la pression capillaire. Quantitativement, les résultats pour les mortiers mettent en évidence une très bonne concordance avec les résultats expérimentaux, principalement dans la gamme de 0 à -100 MPa de pression capillaire, qui correspond à des humidités relatives de plus de 50%. Aux très hautes HR, la pente est en accord avec les expériences. Pour les plus faibles humidités, le choix de n'utiliser que les dépressions capillaires comme mécanisme de retrait n'est plus approprié, et pourrait expliquer la divergence des résultats expérimentaux et numériques. Un écrouissage du matériau, ainsi qu'un fluage sous pression capillaire (supérieure à 100 MPa) ne sont également pas à exclure à ce niveau.

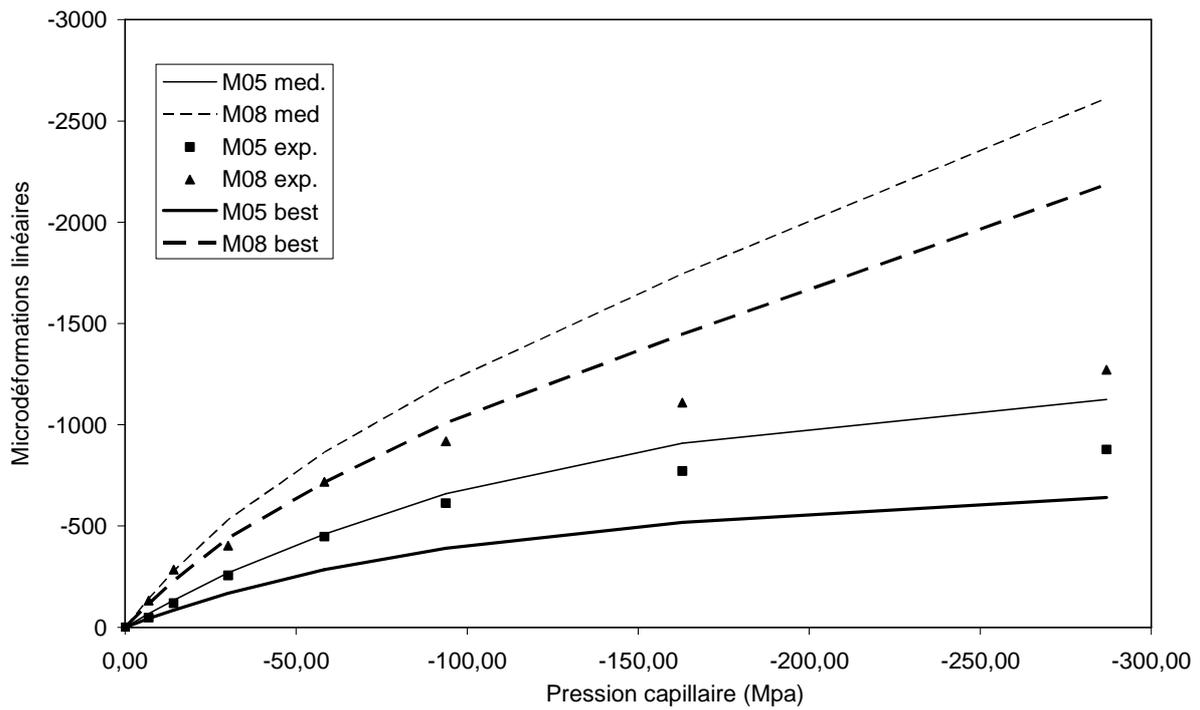
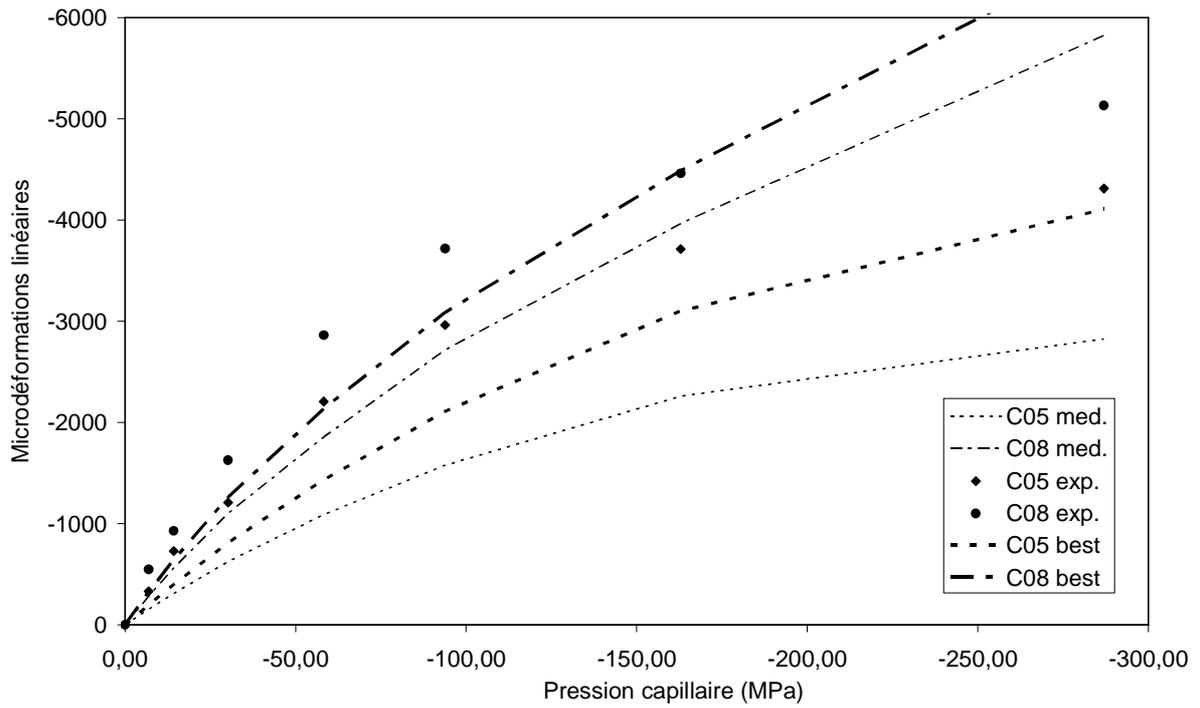


Fig. 4. 14 a et b - Evolution du retrait linéaire en fonction de la pression capillaire, obtenu expérimentalement et numériquement pour les pâtes de ciments (a) et les mortiers (b)

Concernant les pâtes de ciment, les calculs numériques sous-estiment les valeurs expérimentales. Même aux très hautes HR, la pente est sous-estimée, pour les 2 jeux de paramètres testés, et principalement pour le matériau C05 (environ 30% plus faible). La précision de mesure des paramètres poromécaniques est probablement l'une des causes de ce problème. En effet, selon le jeu de paramètre utilisé, les écarts entre expérimental et numérique peuvent être considérablement amoindris. La Fig. 4. 14a, pour la pâte C05 montre bien cette amélioration de la prédiction du retrait entre les « meilleures valeurs » et les « valeurs moyennes ». On pourra noter que seul le module d'incompressibilité drainé varie sensiblement (changement de 7900 à 9300 MPa) entre ces 2 jeux. La variabilité des matériaux cimentaires, ainsi que les biais expérimentaux, peuvent induire des écarts de l'ordre de 1000 MPa pour ce module (environ 10 % de variation). La prise en compte d'une dépendance linéaire du module d'incompressibilité de la matrice solide dans l'éprouvette équivalente avec la saturation pourrait également expliquer les écarts observés.

4.3.3.3 - Comparaison à un modèle existant

Une comparaison du modèle proposé à celui présenté par (Baroghel-Bouny et al., 1999), qui s'appuie également sur une approche poromécanique, est effectuée. Les rapports E/C de nos matériaux sont sensiblement plus élevés dans notre étude, et concernent à la fois les ciments et les mortiers. Les travaux de (Baroghel Bouny et al 1999) s'attachaient à l'étude de ciments ordinaires et à hautes performances. Dans ce modèle, le coefficient de Biot est supposé égal à la saturation du matériau. Dans notre modèle, cette hypothèse est remplacée par une variation du coefficient de Biot dépendante de la saturation et du module d'incompressibilité de la matrice solide, qui devrait permettre d'obtenir un modèle applicable à un plus grand nombre de matériaux cimentaires.

Les Fig. 4. 15a et b présentent la comparaison entre ces deux modèles pour les pâtes de ciment d'une part, et les mortiers d'autre part. Les paramètres utilisés sont uniquement ceux issus des valeurs moyennes, qui permettent d'assurer une meilleure base de comparaison. Notre modèle est indexé « med », tandis que le modèle de la littérature est indexé « BB ». Pour les matériaux M05, M08 et C08, le retrait prédit apparaît meilleur avec le modèle proposé dans ce mémoire. En revanche, la prédiction pour le C05 est moins correcte. Malgré cet inconvénient, qui pourrait être relié aux imprécisions de mesures, le modèle semble améliorer le modèle existant. L'avantage majeur réside dans sa capacité à mieux prendre en compte l'effet du rapport E/C pour la prédiction du retrait. En effet, pour le modèle BB sur les mortiers, les 2 courbes sont quasiment superposées, alors que les résultats expérimentaux sont différents entre ces 2 matériaux. Au contraire, avec le modèle proposé, l'amoindrissement des déformations avec la diminution du rapport E/C est mieux capté. La même tendance est observable pour les pâtes de ciment.

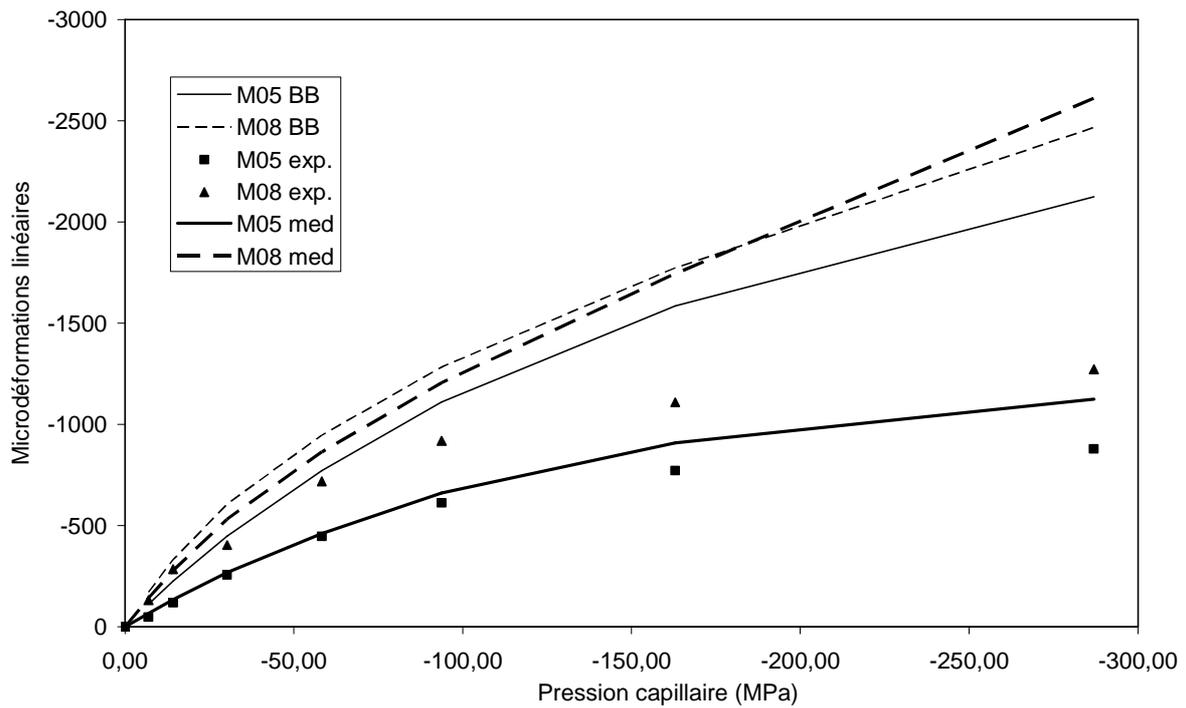
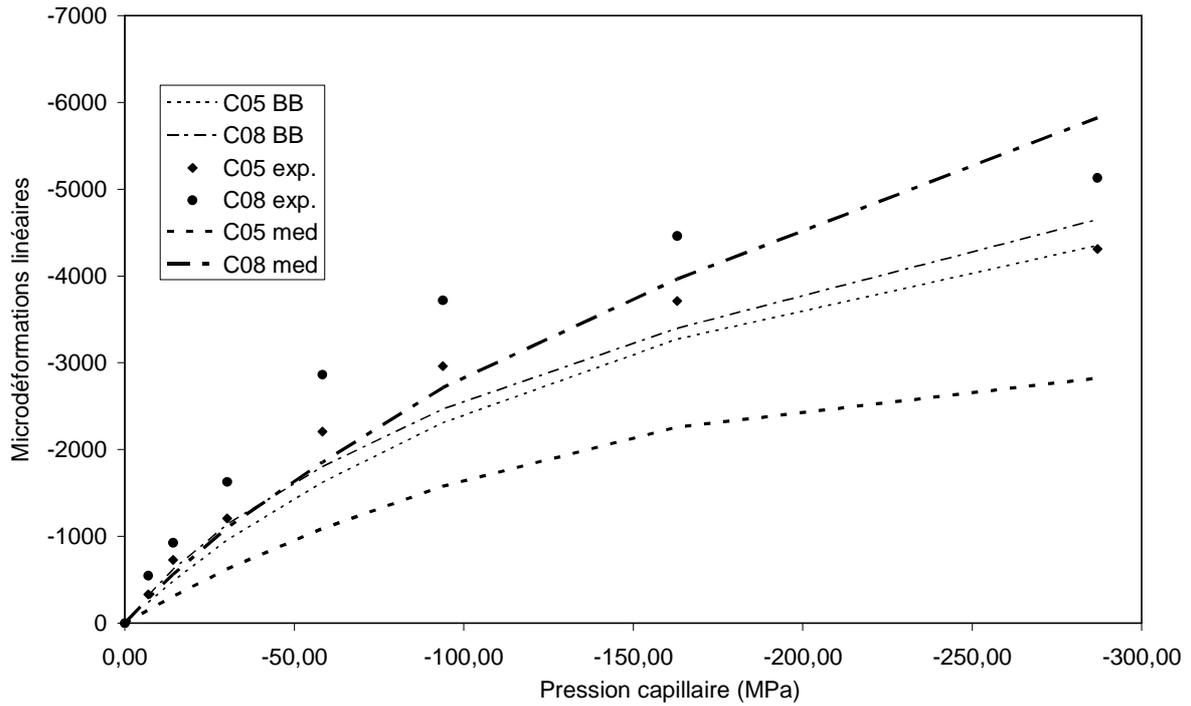


Fig. 4. 15 a et b - Comparaison de la prédiction du retrait de séchage entre le modèle proposé dans le mémoire et un autre modèle poromécanique issu de la littérature (Baroghel-Bouny et al., 1999), pour les pâtes de ciment (a) et les mortiers (b)

En conclusion, le modèle présenté dans ce mémoire apparaît comme une bonne voie dans l'approche de la prédiction du retrait en fonction de l'humidité relative. Il permet globalement une amélioration de cette prédiction comparativement à un autre modèle poromécanique existant, en autorisant l'étude d'une plus grande variété de matériaux (mortiers, différents E/C). Certaines améliorations doivent cependant être apportées sur la détermination des paramètres poromécaniques, pour tenter de supprimer les écarts quantitatifs observables pour les pâtes de ciment entre les résultats expérimentaux et numériques. D'autre part, la prise en compte d'autres mécanismes de retrait pour les faibles humidités relatives pourrait permettre d'étendre la validité de ce modèle à cette gamme de conditions ambiantes. Enfin, une confirmation ou infirmation expérimentale de la modification du module d'incompressibilité de la matrice solide avec la saturation devra être réalisée.

4.4 - Effet d'un pré-endommagement sur le comportement hydrique

Le rôle du séchage sur le retrait, et l'apparition d'une fissuration ont été abordés au cours du paragraphe précédent. L'effet réciproque d'une fissuration sur le comportement mécanique, et en particulier la déformation du matériau ainsi que les cinétiques de séchage n'a fait, jusqu'à maintenant, l'objet que d'une étude au niveau microscopique. Elle a mis en évidence que la présence de fissures était une voie préférentielle de l'avancée d'un front de lixiviation, et donc à agir négativement concernant les aspects de durabilité de ces matériaux cimentaires. Une confirmation des effets de cette fissuration au niveau macroscopique se révèle nécessaire. Un nombre élevé d'expériences différentes peuvent être mises en œuvre pour caractériser cet effet. Une mesure de l'accroissement de la diffusivité par étude de la diffusion des ions chlorures, ou une élévation de la perméabilité au gaz par la présence de fissures sont des pistes pouvant être envisagées (§4.1). L'utilisation des isothermes de désorption est une autre manière de traiter ce problème, qui allie plusieurs avantages. Les mécanismes physiques qui entrent en jeu dans ce séchage sont à la fois la perméation d'eau au cœur de la phase capillaire condensée dans les hautes humidités relatives, mais aussi la diffusion via les échanges gazeux (vapeur d'eau, air) aux plus faibles humidités. Elles couvrent donc une partie des phénomènes physiques liés à la durabilité. Par ailleurs, les éprouvettes ne subissent un retrait structurel que limité, permettant d'étudier à un état d'endommagement donné le matériau. Ce paragraphe présente ainsi l'influence d'une fissuration sur les isothermes de désorption de vapeur d'eau, en s'attachant particulièrement à l'effet de macrofissures locales et de microfissures réparties au sein des échantillons. D'autre part, la réalisation de ces nouvelles expériences de désorption, sur des matériaux semblables à ceux déjà testés (mortiers et pâtes de ciment) mais avec des protocoles légèrement différents, permettra de réaliser une étude portant notamment sur le rôle de la taille des échantillons testés, l'effet de variabilité du matériau lors de son gâchage, ainsi que les conséquences d'une modification des différents paliers d'humidité relative auxquels ils sont soumis.

4.4.1 - Effet d'une macrofissuration

Cette partie se focalise d'abord sur la conséquence de présence de macrofissures locales traversantes sur les isothermes de désorption et les cinétiques de séchage. Le protocole expérimental mis en œuvre dans le cadre de cette caractérisation, et l'analyse des résultats, sont abordés dans la suite.

4.4.1.1 - Description de l'essai

Les essais conduits dans ce cadre s'appuient à nouveau sur le protocole d'obtention d'isothermes de désorption. Des éprouvettes prismatiques de dimensions 20x20x160 mm de pâtes de ciment et de mortiers (matériaux nommés C05, C08, M05 et M08, les compositions respectives sont rappelées dans le §2.2.2.1) sont confectionnées. Elles sont munies à leurs extrémités de plots pour la mesure des déformations linéiques au moyen d'un déformètre. Leur démoulage s'effectue 24 heures après le coulage, et elles sont placées en conservation dans une piscine d'eau saturée en chaux maintenue à 20°C. Leur poids ainsi que les déformations qu'elles subissent sont relevés régulièrement. Leur maturation est considérée comme achevée lorsque leur variation de poids est quasi nulle. La durée de conservation est plus longue que pour les matériaux testés auparavant. Elle est d'environ 270 jours (au lieu de 130). L'accroissement de cette durée de conservation modifie légèrement les gains en poids des échantillons. Ainsi, le gain relatif de poids (par rapport au poids de l'éprouvette après démoulage) pour les éprouvettes C05 passe de 2,9% à 130 jours à 3 % à 270 jours, de 1,6% à 1,8% pour les C08, de 2 à 2,2% pour les M05 et de 1 % à 1,1% pour les M08. Il est donc remarquable qu'au bout de 130 jours la maturation n'est pas complète (hydratation non achevée). Cependant, ce processus est très lent, et peut être considéré comme négligeable au-delà de 140 jours. Une comparaison peut être effectuée entre ces gains relatifs en poids avec les éprouvettes du chapitre 2 lors de leur maturation. Les matériaux à E/C de 0,5 présentent des similitudes (3% pour les C05, 2,3 % pour les M05). Les M08 ont un gain en poids plus faible dans les expériences présentes (1% contre 2%), tout comme les C08 (1,6% contre 3,3%). L'utilisation de moules métalliques (à la place de moules en contreplaqué bakélinisé saturé) pourrait être en partie à l'origine de ces différences (meilleure étanchéité des moules métalliques).

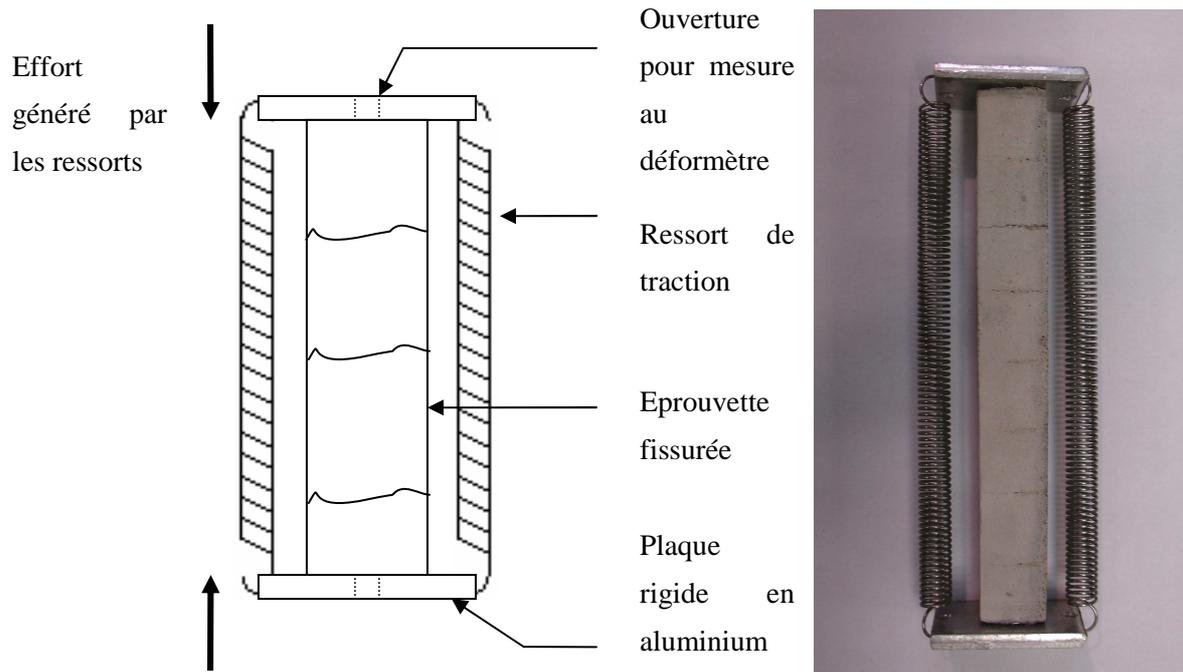


Fig. 4. 16 - Schéma du dispositif à ressorts et photo du montage

Pour étudier l'impact d'une macrofissuration sur le séchage de ces éprouvettes, il est nécessaire de réaliser ces fissures. Elles sont générées au moyen de traction par flexion 3 points sur les prismes. Le protocole détaillé est le suivant :

- juste après démoulage, des entailles au moyen d'une lame de cutter (ou de scie pour les mortiers) sont réalisées tous les 2 centimètres sur les éprouvettes, soit un total de 7. Ces entailles superficielles (profondeur d'environ 2mm) ont pour but de guider l'apparition des fissures lors de la traction par flexion. Elles sont réalisées sur l'une des faces coffrées, pour limiter les effets parasites dus aux irrégularités de la surface libre lors du coulage.
- les prismes sont mis en conservation pendant 270 jours dans la piscine thermostatée
- après cette maturation, un dispositif est mis en place autour de l'éprouvette. 2 plaques en aluminium, percées d'un trou permettant le libre accès aux plots de mesures de la déformation, sont disposées aux extrémités de l'éprouvette. Elles sont reliées entre elles au moyen de 2 ressorts calibrés, qui appliquent une force de précontrainte de 20 N à l'éprouvette. Ceci a pour but de maintenir l'éprouvette en un seul tenant après que la fissuration aura été générée, et de permettre la mesure des retraites au cours du séchage. La force a été choisie de telle sorte à maintenir suffisamment l'éprouvette pour qu'elle puisse être manipulée sans problème, sans

pour autant trop refermer les fissures. Un schéma et une photographie de ce dispositif est donné dans la Fig. 4. 16.

- le poids et la longueur de l'éprouvette ainsi équipée sont relevés.
- les prismes sont ensuite soumis à de la flexion 3 points. Le chargement est appliqué sur la face opposée à l'entaille où la fissure doit être créée. Il est augmenté jusqu'à rupture complète de l'éprouvette, afin d'assurer que la fissure est complètement traversante. La fissure ainsi obtenue est sensiblement plane et perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette. Puis, le chargement est retiré. Sous l'effet du dispositif à ressort, la fissure se referme en partie et l'éprouvette reprend alors sa forme initiale. Une aide manuelle à cette remise en forme est apportée, au cas où elle ne se produise pas automatiquement (présence de grains dans la fissure qui se sont détachés de l'éprouvette lors de la flexion).
- divers états d'endommagement (nombre de fissures par éprouvette) peuvent alors être générés, en renouvelant cette opération sur différents nombres d'entailles. 3 états sont retenus. Le premier est formé par une éprouvette munie d'une seule fissure (2 morceaux de 8 cm de long séparés par une fissure). Le deuxième consiste à réaliser 3 fissures (4 morceaux de 4 cm de long). Enfin le dernier est achevé avec 7 fissures (8 morceaux de 2 cm de long). Chacun des états est étudié sur une base de 3 éprouvettes représentatives.
- la longueur de l'éprouvette après génération de l'endommagement est relevée. La différence de longueur avec la longueur avant fissuration permet de déterminer l'ouverture moyenne des fissures créées.

Deux autres états sont également étudiés. Il s'agit d'un état « sain », où l'éprouvette est munie du dispositif à ressorts, mais où aucune fissure n'est générée. Le dernier état est un état « témoin » où l'éprouvette n'est ni munie du dispositif, ni fissurée. Il est alors possible de vérifier que les ressorts et plaques en aluminium n'influent pas sur le séchage, et déterminer la variabilité de mesure induite par le protocole expérimental.

Aucune saturation postérieure à la création de ces macrofissures n'est effectuée. Cela revient à considérer que les fissures sont exemptes d'eau, *i.e.* non saturées. Seul le réseau poreux initial est considéré saturé.

Les éprouvettes sont ensuite mises en désaturation. Ce processus est réalisé en plaçant les éprouvettes dans une chambre climatique où la température et l'humidité relative sont contrôlées. La température retenue est de 20°C. Les paliers utilisés sont différents de ceux utilisés dans le chapitre 2 : 95%, 85%, 70%, 55%, 40% et 25% d'HR. La stabilité du poids, pour considérer que l'état hydrique au sein du

matériau est à l'équilibre, doit être atteinte pour chaque palier, et est fixée par une variation de masse inférieure à 0,1% sur 7 jours pour l'ensemble des éprouvettes.

4.4.1.2 - Résultats et analyse

Le Tableau 4. 7 récapitule les ouvertures moyennes de chacune des fissures pour les différents matériaux testés, et selon l'état d'endommagement considéré. Chaque valeur est la moyenne de 3 éprouvettes. La colonne « moyenne » représente la moyenne d'ouverture d'une fissure pour un matériau considéré, quel que soit son endommagement.

Tableau 4. 7 - Ouverture moyenne de chaque fissure (en μm)

Etat d'endommagement	1 fissure	3 fissures	7 fissures	Moyenne
C05	6	14	13	11
C08	23	10	16	17
M05	71	86	76	78
M08	33	46	45	41

Pour un même matériau, cette ouverture moyenne est globalement homogène, quel que soit l'état d'endommagement considéré. La flexion 3 points telle qu'utilisée pour créer des fissures apparaît comme un processus assurant une assez bonne répétitivité des fissures. L'avantage est qu'il est possible d'admettre que pour un matériau donné, l'état d'endommagement dépend essentiellement du nombre de fissures, et non de leur ouverture.

En revanche, l'ouverture moyenne de la fissure dépend fortement du matériau considéré. Pour les pâtes de ciment, l'ouverture est plus faible que pour les mortiers. Ceci peut s'expliquer par la présence de granulats qui engendrent une plus grande rugosité du plan de fracture, et limite donc une bonne mise en contact lors de la refermeture. L'effet du rapport E/C n'est quant à lui pas clairement mis en évidence. Tandis que les fissures dans le matériau C08 sont environ 50% plus ouvertes que dans le C05, une tendance inverse s'observe pour les mortiers (environ 50% moins ouvertes pour le M08).

Le terme de « macrofissuration » pour ce type de fissures apparaît potentiellement inadéquat au vu des ouvertures mesurées, comprises entre 10 et 80 μm . Elles sont néanmoins d'un ordre de grandeur supérieur en dimensions aux fissures observées par microtomographie (en deçà de 10 μm pour les éprouvettes en lixiviation) et sont visibles à l'œil nu sur les échantillons (au moins pour les mortiers).

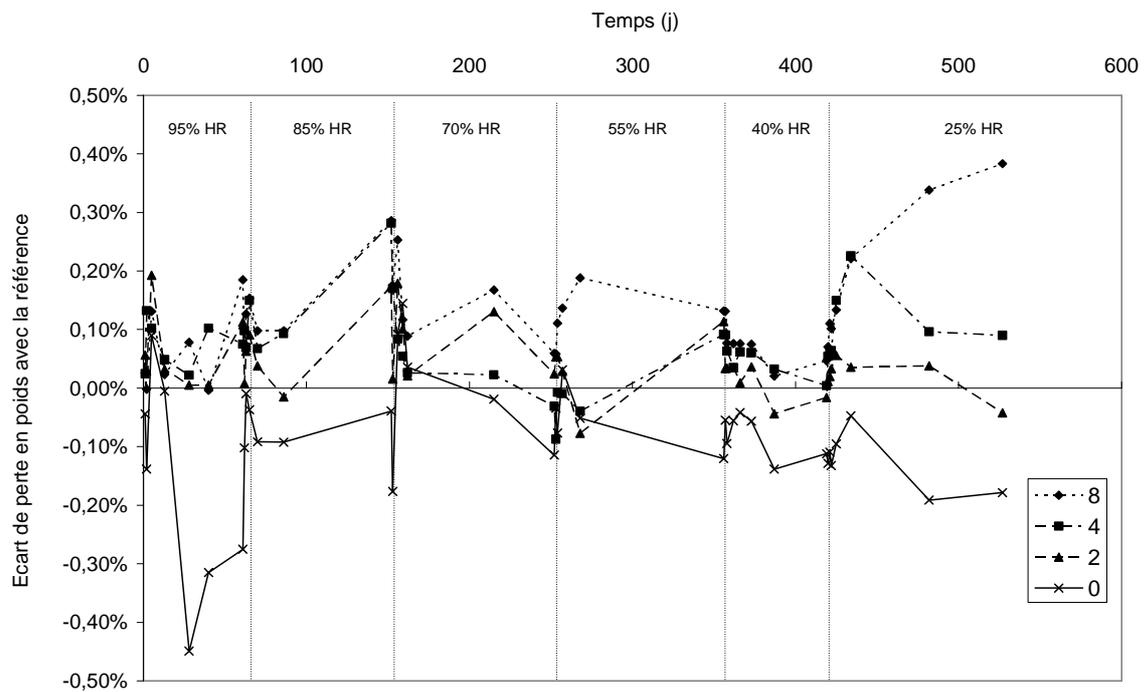
D'autre part, elles sont traversantes ce qui signifie que leur « longueur », dans le sens *plus grande dimension* de la géométrie de la fissure, est de l'ordre de 20 mm. Ceci nous amène à justifier l'emploi du terme « macrofissure » pour ce type d'essai.

Les résultats sont présentés sous la forme d'une différence de perte en poids (Fig. 4. 17a) et de microdéformations (Fig. 4. 17b) entre l'éprouvette à un état d'endommagement considéré et l'éprouvette de référence, définie comme étant celle non fissurée et munie du dispositif à ressorts. Le temps représente la durée de séchage, les paliers d'HR correspondants sont indiqués. Cette présentation a pour avantage de mieux visualiser les cinétiques de séchage éventuellement différentes en lien avec la macrofissuration, les isothermes ne renseignant que sur le matériau à l'équilibre hydrique. Le nombre élevé d'états d'endommagement étudiés et de matériaux testés nous conduit à ne présenter ici que les courbes pour le C05. Le lecteur est invité à se référer à l'Annexe 2 pour consulter les courbes des autres matériaux, qui seront cependant analysées dans ce paragraphe.

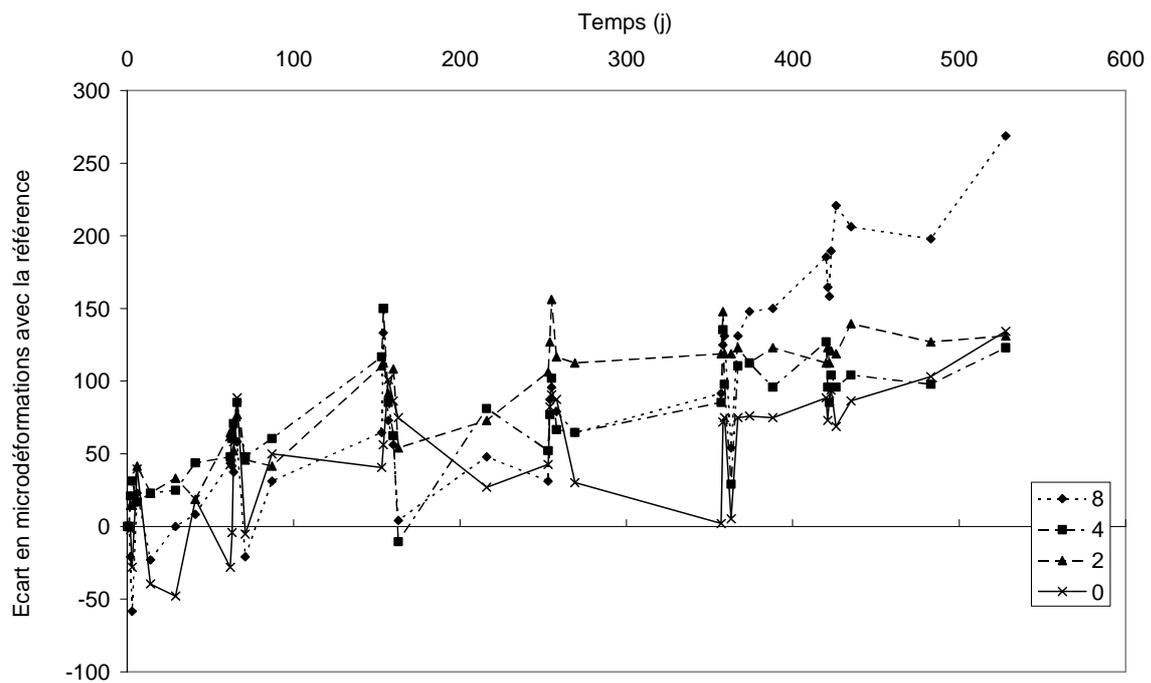
Chaque état d'endommagement est représenté par le nombre de morceaux constitutifs de l'éprouvette. Par exemple, la courbe repérée par « 8 » sur la Fig. 4. 17a représente la moyenne de l'écart de poids des 3 échantillons de C05 brisés en 8 morceaux (endommagement : 7 macrofissures) avec la moyenne des éprouvettes de C05 intactes (munies du dispositif à ressorts). L'éprouvette intacte sans le dispositif est repérée par « 0 » (trait continu).

Les éprouvettes de référence ainsi que celles intactes sans le dispositif devraient présenter des variations de poids et longueur similaires, la seule différence étant la mise en place ou non des ressorts. En effet, les efforts appliqués par ce dispositif (20 N) sont trop faibles pour induire des changements structurels dans les échantillons (pas de zones plastiques, pas de fluage). Le seul effet pourrait être un séchage limité sur les faces en contact avec les plaques rigides en aluminium, qui est négligeable au vu de la surface séchante.

En consultant la courbe « 0 », nous pouvons nous apercevoir qu'elle n'est pas confondue avec l'axe des abscisses comme elle le devrait. L'écart en poids peut atteindre 0,2% pour le C05, et celui en déformations 100 microdéformations. Les légères variations observées sont essentiellement à relier à la précision des mesures effectuées, et la variabilité intrinsèque du matériau, même si elle est faible (cf. chapitre 2). Le même type d'observations peut être réalisé sur les autres matériaux, avec des variations plus ou moins importantes. L'analyse des autres états d'endommagement doit donc intégrer ces variations dues à la mesure. Les écarts de perte en poids pour les éprouvettes endommagées demeurent proches du « bruit » d'acquisition, et ne présentent pas de tendance nette. En particulier, en s'attachant aux variations lors d'un changement de palier d'HR, une accélération de la cinétique de séchage, traduite par une perte plus rapide du poids pour des éprouvettes fissurées, n'est pas clairement mise en évidence. Les matériaux endommagés exhibent même une perte en poids plus faible que les matériaux sains.



(a)



(b)

Fig. 4. 17 - Ecart de poids (a) et de déformations linéaires (b) entre les éprouvettes aux différents états d'endommagement et les éprouvettes de référence (0 : éprouvette sans dispositif à ressorts, 2 : éprouvette en 2 morceaux, 4 : en 4 morceaux, 8 : en 8 morceaux)

La création de quelques macrofissures au sein de l'éprouvette modifierait uniquement localement la cinétique de séchage, et ne s'avère pas détectable avec le protocole mis en place. La Fig. 4. 18 schématise une éprouvette saine avec certaines des microfissures ou pores présents. Après endommagement, l'éprouvette est sous forme de deux morceaux, écartés en moyenne de quelques dizaines de microns. La création d'une macrofissure tend à connecter à son voisinage les réseaux poral et de microfissures existants. Au-delà, le réseau n'est pas modifié. La meilleure connectivité du réseau poral est en conséquence très limitée et localisée et ne peut engendrer des modifications de cinétiques très marquées.

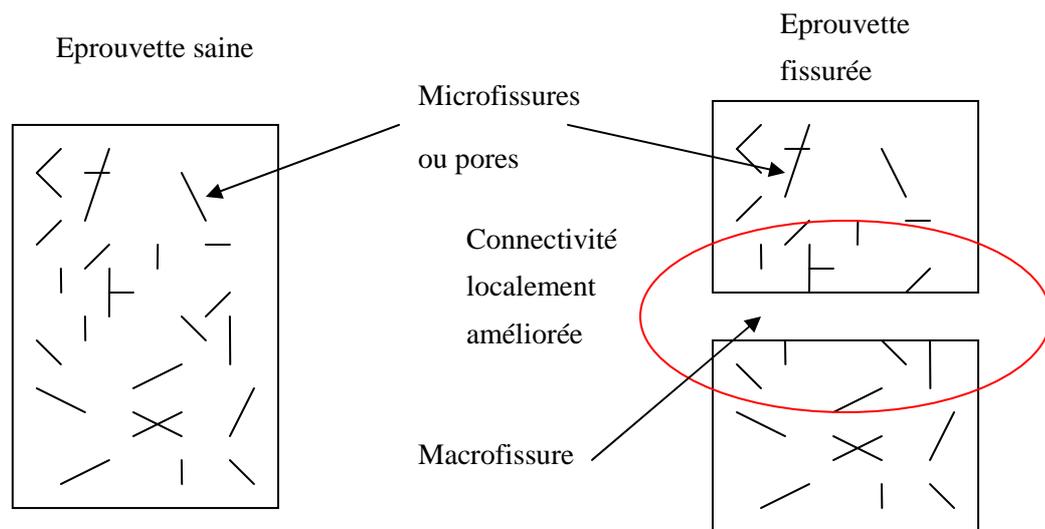


Fig. 4. 18 - Schéma de principe de la modification locale de la connectivité du réseau poreux

Enfin, des réactions chimiques au niveau des fractures générées par flexion 3 points sont possibles, en rendant par exemple accessible à l'eau des grains de ciment anhydre à ce niveau, et donc à un liaisonnement chimique de l'eau présente au sein du réseau poreux à la matrice cimentaire, entraînant une diminution de la quantité d'eau évaporable, expliquant la perte d'eau plus faible dans les matériaux fissurés que ceux sains. Cette fissuration peut également favoriser la carbonatation du matériau en augmentant les surfaces en contact avec le dioxyde de carbone, et peut diminuer localement les propriétés de transferts du matériau, réduisant dès lors les cinétiques de séchage.

4.4.2 - Effet d'une microfissuration engendrée par choc thermique

Une macrofissuration localisée comme testée précédemment ne modifie pas sensiblement les caractéristiques des isothermes de désorption et les cinétiques de séchage. L'idée consiste maintenant à déterminer si une fissuration répartie de manière plus homogène dans le matériau conduit à des

modifications plus notables sur les caractéristiques hydriques du matériau. La campagne expérimentale visant à étudier cet effet est décrit dans la suite.

4.4.2.1 - Protocole expérimental

Les matériaux étudiés sont identiques à ceux du §4.4.1, *i.e.* des mortiers M05 et M08, ainsi que des pâtes de ciment pures C05 et C08. Les tests sont conduits sur des éprouvettes cylindriques de 36 mm de diamètre et 72 mm de longueur. Elles sont coulées dans des moules en acier, puis démoulées après 24 heures. Elles sont ensuite placées en maturation dans une piscine thermostatée (température de 20°C) d'eau saturée en chaux, jusqu'à stabilisation du poids.

Le choix doit maintenant porter sur la méthode de fissuration à mettre en œuvre pour créer un réseau de fissures réparties et peu ouvertes dans l'ensemble de l'éprouvette. Une première option consiste à soumettre l'éprouvette à une compression simple jusqu'à un pourcentage fixé de sa résistance. Les travaux des différents auteurs évoqués dans le §4.1 montrent que ce pourcentage doit être élevé pour observer des changements dans la perméabilité ou la diffusivité du matériau. Mais cette technique a pour inconvénient majeur de créer des fissures plutôt orientées dans le sens de l'axe de chargement. Or lors du séchage, au vu des dimensions choisies pour nos matériaux, il est essentiellement radial. L'impact de cette fissuration serait donc peu discernable, les fissures étant perpendiculaires à la direction du séchage. Découper un sous-échantillon en forme de galette (hauteur faible par rapport à son rayon) au sein de l'éprouvette aurait pu en partie résoudre le problème. Cette technique s'avère complexe à mettre en œuvre.

Il est proposé ici de créer un endommagement de l'éprouvette par un choc thermique. Cette méthode agit de plusieurs manières sur l'éprouvette pour générer de la fissuration :

- par retrait thermique différentielle entre le cœur et la surface de l'éprouvette, qui aboutirait à des fissures orientées majoritairement radialement.
- par retrait thermique différentiel entre les granulats et la matrice cimentaire.
- par élévation de la température de l'eau saturant les pores, qui engendrerait des surpressions au sein du réseau poreux, pouvant conduire à de la fissuration répartie dans l'éprouvette

Pour assurer que cette fissuration soit la plus répartie possible, l'éprouvette est sollicitée par un cycle thermique rapide. L'état de saturation de l'éprouvette ne doit pas changer lors de l'application de choc thermique, afin que les fissures générées ne se remplissent pas avec de l'eau externe (pour préserver la quantité d'eau présente dans l'échantillon).

Après la période de maturation, l'éprouvette est emballée dans du papier aluminium afin d'éviter les échanges hydriques avec l'extérieur. Puis elle est plongée dans un bain d'eau bouillante (température

de 97°C mesurée) pendant 5 minutes, ce qui élève rapidement sa température. Immédiatement après, elle est retirée de ce bain puis immergée dans une eau glacée, pour une durée de 5 minutes. La température relevée y est de 4°C, maintenue constante par ajout de glace. Enfin, l'éprouvette est déballée de sa protection en aluminium. Une comparaison du poids avant et après fissuration est effectuée pour vérifier que l'état hydrique de l'éprouvette est demeuré constant au cours de ce choc thermique.

Cette fissuration est réalisée sur 3 éprouvettes de chaque matériau. 3 autres éprouvettes (soit 12 au total pour l'ensemble des matériaux testés) servent de témoin à l'expérience, et ne sont pas soumises à ce choc thermique.

La totalité des éprouvettes est ensuite placée en enceinte climatique pour y subir une désaturation par paliers successifs d'humidité relative. Les paliers retenus sont les suivants : 95%, 60% et 25% d'HR, à une température constante de 20°C. Ils sont plus espacés que dans les autres expériences de désorption de vapeur d'eau pour que les différences de perte en poids avec les éprouvettes saines puissent être mesurables. L'état sec de l'éprouvette est obtenu par un étuvage final à 90°C. Le poids au cours de cette désorption est régulièrement relevé, afin de déterminer d'éventuels écarts entre les éprouvettes témoins et celles fissurées.

4.4.2.2 - Estimation de l'endommagement induit par choc thermique

Quantifier les effets du choc thermique sur le matériau, notamment en termes de fissuration induite, est un point important qui permettrait de déterminer dans quelles proportions le matériau a été endommagé. Une mesure visuelle de la fissuration pourrait être envisagée par une acquisition microtomographique, étant donné qu'elle est non destructive et qu'elle a montré sa capacité dans la détection de fissures. Mais cela nécessite l'utilisation de moyens lourds. Un autre procédé indirect de quantification de l'endommagement est proposé. Il s'appuie sur la dégradation du module d'Young qu'il engendre. En effet, de nombreux modèles proposent de la corrélérer à une densité scalaire de fissuration, par des relations plus ou moins complexes (De Sa et al. 2008, Bary et al. 2008)..

Ainsi, les éprouvettes sont soumises à des cycles de compression pour déterminer leur module d'Young avant et après fissuration. Cette compression est réalisée au moyen d'une presse hydraulique Instron® d'une capacité de 500 kN. Les éprouvettes sont munies de deux capteurs LVDT montés sur deux colliers en aluminium liés à l'éprouvette par serrage, tels que décrits au §4.2.1. Ils mesurent la déformation axiale des éprouvettes au cours du chargement, qui est acquise au moyen d'une chaîne d'acquisition à une fréquence 10Hz. La force appliquée est également enregistrée par cette chaîne. Les cycles utilisés sont les suivants : 0 - 10 - 7 -17 - 10 -20 - 10 - 20 kN. L'essai est piloté en déplacement des plateaux de chargements à une vitesse de 0,002 mm par seconde, qui est assez lente pour assurer un chargement quasi-statique. Le module d'Young est déterminé par la mesure du module sécant sur

les 2 derniers cycles (cycles 17 - 10 - 20 et 20 - 10 - 20 kN). La durée d'un essai, pendant lequel l'éprouvette sèche sous les conditions ambiantes, est de 5 minutes. Pour tenir compte de ce léger séchage, les éprouvettes témoins sont placées dans les mêmes conditions pour une même durée.

Le Tableau 4. 8 présente les valeurs de modules d'Young sécants mesurés sur les éprouvettes avant (E_0) et après choc (E) thermique. Chaque valeur est la moyenne sur les 3 éprouvettes d'un même matériau.

Tableau 4. 8 - Modules d'Young avant et après fissuration

	E_0 (MPa) avant fissuration	E (MPa) avant fissuration	$\frac{E - E_0}{E_0}$
C05	15700	13500	- 14 %
C08	12100	10200	- 16 %
M05	36400	29900	- 18 %
M08	21600	16200	- 25 %

Bien que non récapitulées ici, les valeurs des 3 éprouvettes qui servent au calcul de la moyenne sont assez peu dispersives entre les éprouvettes et entre les cycles. Une variation de l'ordre de plus ou moins 5% peut être observée.

La dégradation du module d'Young pour un matériau donné est également semblable entre les différents échantillons. A titre d'exemple pour les mortiers M05, les valeurs du module d'Young pour les 3 éprouvettes sont de 37700, 36200 et 35200 MPa avant fissuration et de 30100, 30700 et 28700 MPa après. Cela correspond à des diminutions respectives de 20, 15 et 18%, ce qui demeure très équivalent. La méthode de génération de fissuration par choc thermique assure globalement une bonne répétitivité du réseau de fissures généré.

La diminution de module d'Young apparaît plus notable pour les mortiers que pour les pâtes de ciment. Les granulats sont probablement à l'origine de ce surcroît d'endommagement. Une comparaison pour les deux rapports E/C met en évidence une diminution plus importante du module d'Young pour le rapport 0,8.

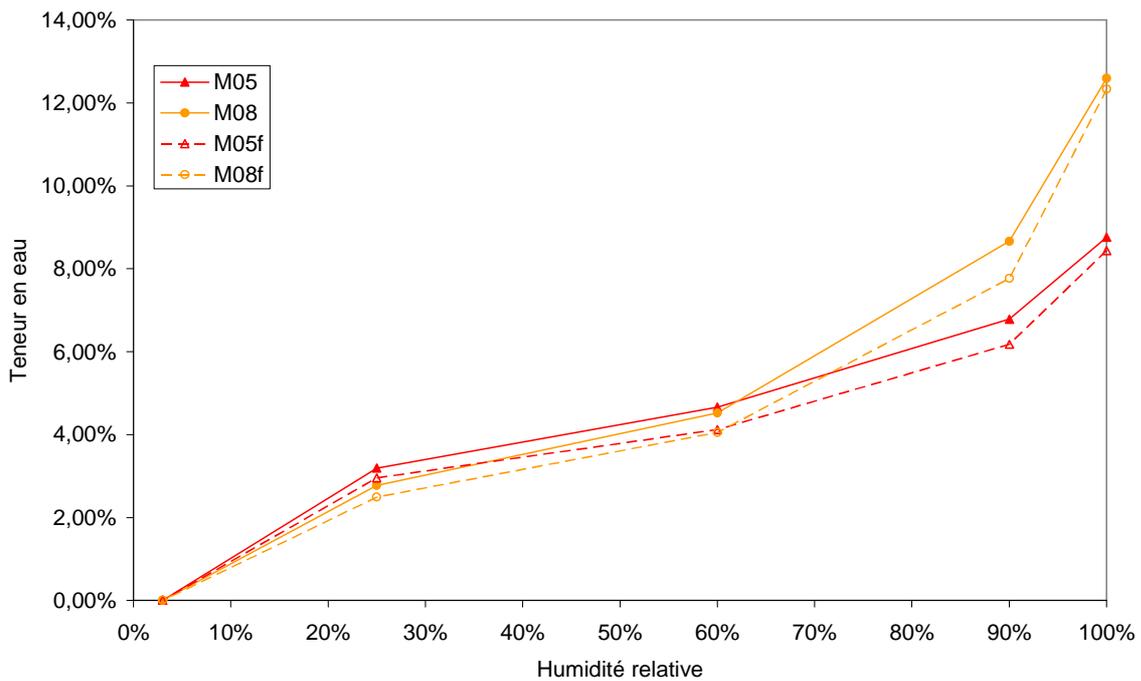
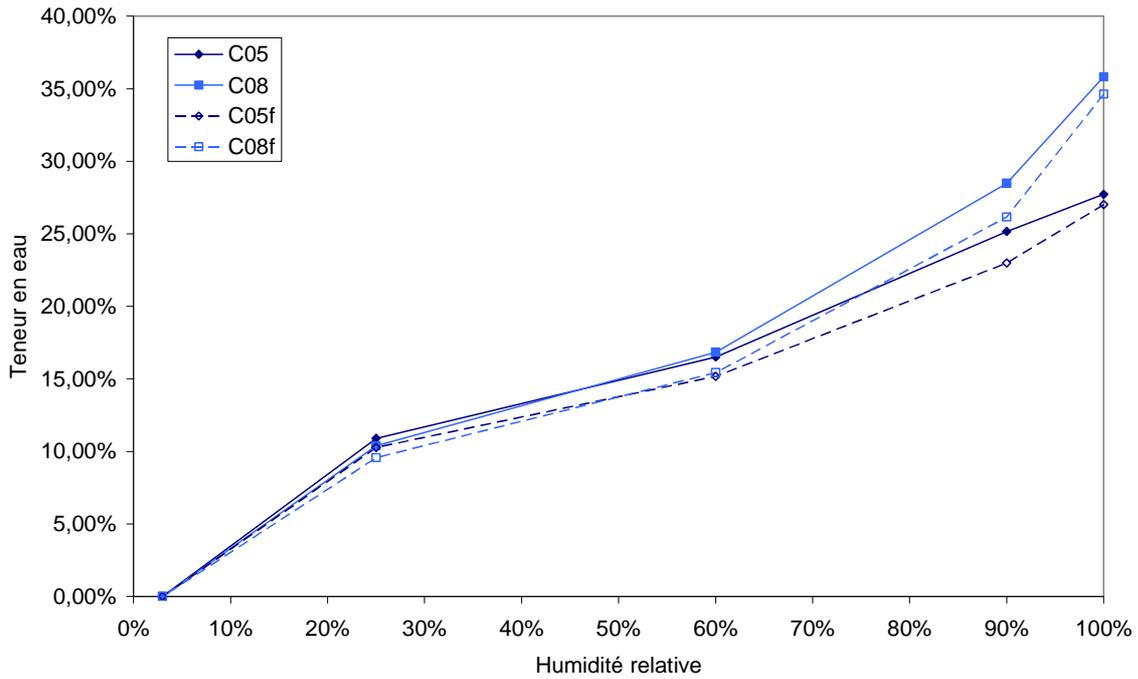


Fig. 4. 19 a et b - Isothermes de désorption pour les pâtes de ciment (a) et mortiers (b) sains (trait plein) et fissurés (trait pointillé, indiqué par un « f » dans la légende)

Les éprouvettes de mortiers ne présentent pas, à l'œil nu, de fissures visibles en surface. Elles y sont donc moins ouvertes que celles générées par la flexion 3 points. Sur la plupart des pâtes de ciment, une

fissure dans l'axe de l'échantillon et sur toute sa hauteur apparaît après choc thermique. L'effet de déformations différentielles entre le cœur et la périphérie pourrait en être à l'origine. L'absence d'une telle fissure dans les mortiers pourrait être due aux granulats qui se comportent comme de multiples points de nucléation des fissures, et tendraient à limiter l'apparition d'une seule fissure. Cette unique fissure ne constitue qu'un défaut local et ne devrait pas être la cause prépondérante des écarts observés entre échantillons sains et fissurés.

4.4.2.3 - Courbes de désorption de vapeur d'eau sur éprouvettes saines et microfissurées

Les Fig. 4. 19 présentent les isothermes de désorption réalisées sur les pâtes de ciment saines (C05 et C08) et fissurées (C05f et C08f), ainsi que sur les mortiers sains (M05 et M08) ou fissurés (M05f, M08f). Les courbes sont les moyennes de 3 éprouvettes. La forme générale des isothermes est semblable à celle obtenue sur les éprouvettes prismatiques du chapitre 2. Une comparaison plus approfondie entre les diverses isothermes obtenues dans les différents chapitres sera effectuée au §4.6.

La première remarque porte sur la non superposition des courbes pour les échantillons sains et fissurés. Tout au long de la désaturation, un écart variable existe, et apparaît comme le témoin d'une modification des isothermes de désorption par l'état d'endommagement. Pour étudier plus précisément cet effet, la Fig. 4. 20 met en évidence la différence de teneur en eau entre ces 2 états de fissuration aux différentes humidités relatives testées, pour les 4 matériaux.

A l'état saturé (humidité relative de 100%), il peut être souligné qu'un écart existe dans la teneur en eau. Les éprouvettes fissurées présentent toutes une teneur en eau plus faible que les éprouvettes témoins. Plusieurs hypothèses peuvent être avancées. La création de fissures pourrait rendre accessible à l'eau des grains de ciments non hydratés. Une reprise d'hydratation, et donc un liaisonnement chimique de l'eau à la matrice cimentaire qui ne peut être retirée par le processus de séchage imposé, pourrait être envisagé comme cause de cette différence. Une carbonatation plus rapide dans les matériaux fissurés que sains, et donc un gain en poids de l'échantillon, pourrait également intervenir et modifier cette teneur en eau. Le choc thermique pourrait aussi légèrement modifier la structure du matériau, et expliquer la différence relevée. Il est à souligner que dans le calcul de la teneur en eau, l'état de référence commun aux éprouvettes est l'état sec. Selon si l'on considère la différence due à une carbonatation et une reprise d'hydratation ou bien à une modification lors de la structure même de la partie solide du matériau, cet état de référence est plus ou moins pertinent. La reprise d'hydratation ou une carbonatation sont en effet des processus plutôt lents, et qui se produiraient au cours du séchage, et non instantanément à la création de la fissure comme cela serait le cas si l'on envisage que le choc thermique perturbe l'organisation du matériau (changements dans la structure des CSH,...). Une approche où l'état saturé est considéré comme référence sera développée au §4.4.2.4, dans l'étude des cinétiques de séchage.

Au premier palier de désorption, correspondant à une humidité relative imposée de 90%, l'écart augmente sensiblement entre la teneur en eau de l'état sain et de l'état fissuré pour tous les matériaux. La fissuration entraîne une perte d'eau supérieure durant cette étape. Or la quantité d'eau initiale est identique. La création de fissures aurait donc tendance à accroître la connectivité du réseau poreux. En effet, certains pores qui devraient être désaturés par le palier d'humidité appliqué peuvent être masqués par des pores d'un diamètre plus petit encore remplis d'eau en phase condensée. Celle-ci agit comme un bouchon en limitant la désaturation totale de tous les pores supérieurs au diamètre critique. La différence observée est de l'ordre de 2,2% pour les pâtes de ciments et 0,7% pour les mortiers. Si on retire l'écart observé sur la teneur en eau initiale, l'écart reste respectivement de 1,4% et 0,4 % en teneur en eau, soit une variation de 5% par rapport à celle initiale. Il est à noter que la teneur en eau des 3 éprouvettes, qui permettent de tracer la moyenne pour un matériau dans un état d'endommagement donné, est très peu dispersive, et que les valeurs pour un état fissuré sont toutes en deçà de celles des éprouvettes témoins. Cela tend à indiquer que l'écart relevé est significatif, et non engendré par des variabilités de mesures.

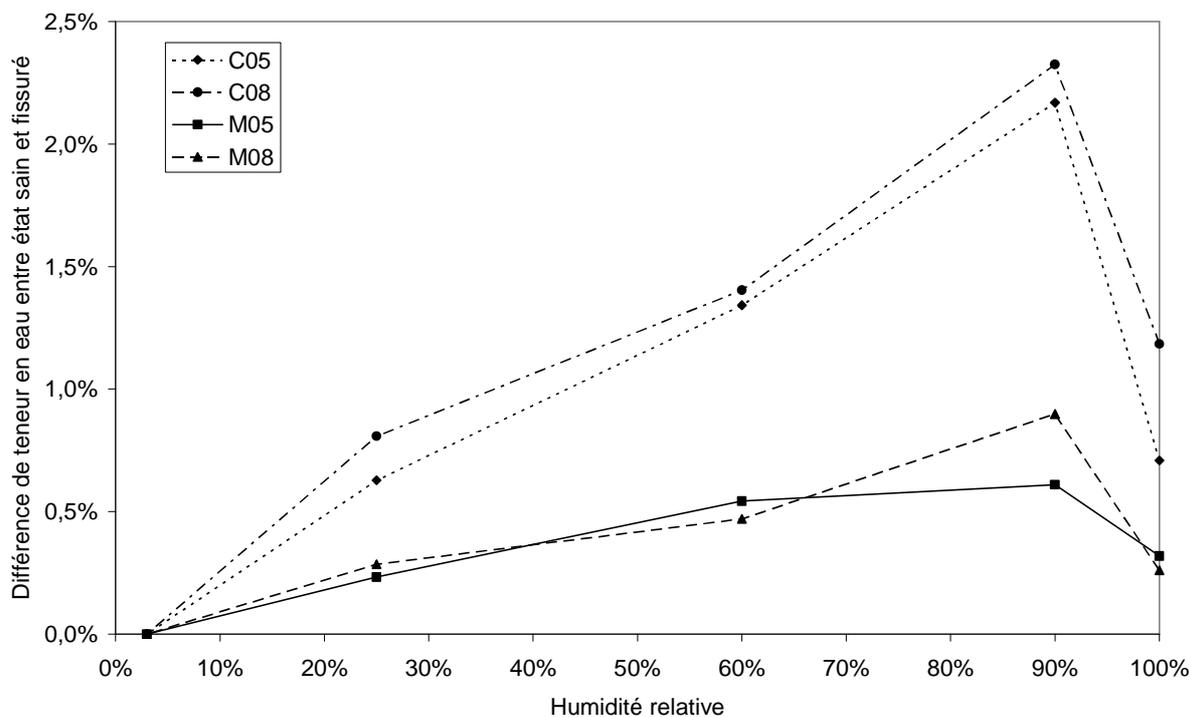


Fig. 4. 20 - Différence de teneur en eau entre les éprouvettes saines et fissurées

Le deuxième palier de désaturation retenu est de 60% d'HR. L'écart de teneur en eau devient plus faible qu'au palier précédent. Cela traduit qu'au cours du palier à 60% d'HR, les éprouvettes saines perdent plus d'eau que celles microfissurées. L'hypothèse que le réseau poreux est mieux connecté par

les fissures et qu'il rend accessible des pores masqués paraît se confirmer par cette observation. En effet, lorsque le réseau se désature, la probabilité qu'un pore puisse être masqué par un pore de diamètre plus fin devient plus faible. Une partie des pores masqués non vidés dans les matériaux sains lors du palier à 90% de HR commencent alors à se vider. C'est cette partie supplémentaire de séchage qui pourrait expliquer que la différence de teneur en eau devienne plus faible lors de ce deuxième palier.

En observant la Fig. 4a.4, cette tendance se poursuit pour les autres états testés (25% d'HR et totalement sec par étuvage à 90°C), comme attendu. Cependant, le rôle de la fissuration n'est jusqu'à présent étudié que pour un équilibre hydrique à un palier donné. La cinétique de séchage est abordée dans le paragraphe suivant.

4.4.2.4 - Influences sur la cinétique de séchage

Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour l'étude de la cinétique de séchage des éprouvettes. Il pourrait ainsi être tracé la perte en poids par jour des éprouvettes. Mais la comparaison de ces cinétiques entre les 2 états d'endommagement n'est pas facilement exploitable. Une évolution de la différence de perte en poids entre les éprouvettes saines et fissurées au cours de la désorption est plus aisément analysable, et est donc retenue. Elle est représentée sur la Fig. 4. 21. L'état de référence où les poids pour les 2 états d'endommagement étudiés sont identiques est fixé pour une saturation totale. Cette présentation est plus appropriée si l'on considère que les différences de quantités d'eau retirées par séchage sont liées à des processus consommateurs d'eau (reprise d'hydratation,...) au cours de la désorption. Sur cette figure, l'axe des abscisses représente le nombre de jours de séchage de l'éprouvette. Les paliers appliqués correspondants y sont indiqués.

Durant la première phase de séchage à une humidité relative de 90% (de 0 à 42 jours), la perte en poids à l'équilibre est plus grande dans les éprouvettes fissurées que saines, comme cela avait été relevé au §4.4.2.3. Si aucun pore n'était masqué par un effet de bouteille d'encre, et donc qu'ils étaient tous accessibles de manière identique, la différence devrait être nulle à l'équilibre. Dans les premiers jours du palier, la différence tend à augmenter rapidement jusqu'à un pic. Puis elle se remet à diminuer pour se stabiliser à la fin du palier. Cela traduit que la cinétique de séchage est d'abord plus grande dans les éprouvettes fissurées, puis qu'elle devient plus lente par épuisement de l'eau qui peut être retirée. Les fissures accélèrent donc la cinétique de séchage, les matériaux sains perdant moins rapidement d'eau que ceux endommagés. Le pic s'observe à des instants différents selon le matériau. Ainsi, il apparaît au bout d'une journée pour le M05, de 6 jours pour le C08 et le M08, et de 13 jours pour le C05. En outre, l'asymptote en fin de palier n'est pas à 0%, mettant bien en évidence que certains pores ne sont pas accessibles.

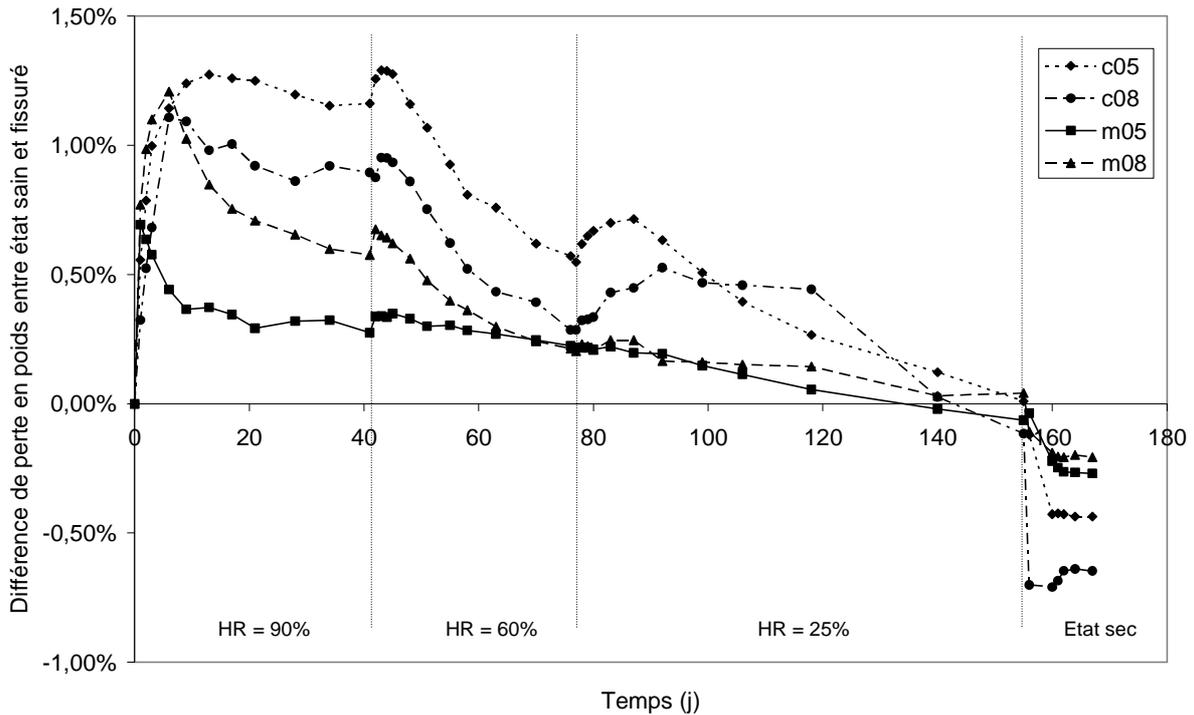


Fig. 4. 21 - Evolution de la différence de perte en poids entre état sain et état endommagé au cours du séchage

Le palier 90 - 60 % d'HR met en évidence une tendance similaire. Les éprouvettes endommagées perdent d'abord plus d'eau que les témoins, puis la tendance s'inverse. Les pics apparaissent néanmoins plus rapidement (entre 1 et 3 jours), et sont moins marqués que précédemment. La fissuration joue donc à nouveau un rôle d'accélérateur de la cinétique de séchage. La diminution de l'écart de poids entre l'état sain et fissuré est bien observée à la fin du palier.

Lors du séchage à 25% d'HR, des pics ne sont observables que pour les pâtes de ciment, et interviennent au bout de 10 jours pour le C05 et une vingtaine de jours pour le C08. Les phénomènes physiques du séchage sont différents de ceux observés aux hautes humidités relatives (§4.1) et sont essentiellement liés à la diffusion de vapeur d'eau, et non plus à de l'écoulement capillaire d'eau. Ceci pourrait expliquer le ralentissement des cinétiques d'apparition du pic, la diffusion de l'eau présente au cœur de l'éprouvette demandant un certain temps. La meilleure connectivité du réseau poreux dans les matériaux fissurés accroît ainsi cette cinétique, aboutissant à une perte en eau plus rapide. On notera que le changement de cinétique s'observe également par le temps d'obtention de l'équilibre hydrique (environ 40 jours pour le passage de 90 à 60% d'HR, le double pour le passage de 60 à 25%). L'absence de pic pour les mortiers pourrait être dû à la perméabilité (et diffusivité) bien plus faible de ces matériaux comparativement aux pâtes de ciment (§4.2.3), tendant à « lisser » le pic qui n'est plus détectable.

Enfin, l'achèvement de l'état sec par séchage en étuve à 90°C ne met plus en évidence de désorption plus rapide pour les matériaux fissurés. D'autre part à l'équilibre en poids des éprouvettes soumises à ce séchage, les matériaux fissurés présentent une perte en poids globale plus faible que les matériaux sains. Or, il pouvait être attendu que la préfissuration, outre l'augmentation de la connectivité du réseau poreux, amène à rendre accessible certains pores occlus. Cet effet semble masqué par une possible reprise d'hydratation au niveau des microfissures engendrées thermiquement, qui donnent accès à l'eau contenue dans le matériau, principalement à l'état saturé, à des grains de ciment anhydre. Ainsi une partie de l'eau libre (i.e. pouvant être retirée par séchage) contenue dans les éprouvettes endommagées réagirait chimiquement et deviendrait de l'eau liée, non évaporable. Toutefois, cette reprise d'hydratation ne contrebalance qu'en partie l'accroissement de connectivité du réseau poreux par microfissuration préalable, comme le montrent les cinétiques de séchage observées dans les paliers précédents.

4.5 - Influence de l'état de saturation sur le comportement en traction

La dernière partie des travaux menés dans le cadre de cette thèse aborde la modification du comportement mécanique en traction des éprouvettes selon leur saturation. Le choix de la traction comme sollicitation repose sur le fait que la caractérisation d'un matériau est plus adéquate, avec des effets parasites moindres. Ce risque s'avère beaucoup plus important en compression, l'état de sollicitation n'étant pas homogène au sein de l'éprouvette, notamment à cause du frottement dû au contact entre les plateaux de chargement et cette dernière, bien que des dispositifs puissent cependant le réduire. La réalisation d'un essai de traction sur des matériaux cimentaires n'est cependant pas chose aisée. En effet, ces matériaux ont une très faible tenue aux contraintes de traction et ont un comportement fragile, qui nécessite la mise en œuvre de dispositifs adaptés à leur caractérisation. L'objectif est ici de déterminer les influences que peut avoir l'humidité relative à laquelle est conservée l'éprouvette sur, principalement, la contrainte à la rupture, qui sera mesurée par fendage. Le second but envisagé était d'obtenir une courbe caractéristique contrainte-déformation par des essais de traction directe, permettant une détermination du module d'Young, du coefficient de Poisson et des contraintes à la rupture, ainsi que leur évolution avec l'humidité relative. Toutefois la mise en œuvre d'un tel essai s'est révélé complexe, et seuls la démarche d'établissement du protocole expérimental, ainsi que quelques résultats préliminaires, seront présentés. L'obtention effective des données fera l'objet de travaux futurs.

4.5.1 - Traction par fendage

Le but de cet essai expérimental consiste à mesurer la contrainte de résistance au pic en traction. La méthode retenue est une méthode qui génère de la traction indirectement. La première méthode possible consiste à réaliser une traction par flexion 3 points d'une éprouvette prismatique. La fibre inférieure de l'éprouvette est alors mise en traction. Cet essai possède toutefois l'inconvénient de ne pas solliciter de manière homogène en traction l'ensemble de la section de l'éprouvette (compression en fibre supérieure, traction de plus en plus intense à mesure que l'on se rapproche de la fibre inférieure). De plus, la contrainte de rupture ainsi déterminée est fortement influencée par l'état de surface de l'échantillon. Une autre technique est alors utilisée. Elle repose sur la méthode dite de l'« essai brésilien », autrement appelé traction par fendage, qui consiste à solliciter l'éprouvette en compression dans l'axe d'un de ses diamètres, produisant alors un état de contrainte de traction quasi homogène selon ce diamètre, sauf au niveau de l'application du chargement. Le protocole est décrit plus précisément dans le paragraphe suivant.

4.5.1.1 - Protocole expérimental

Les expériences réalisées portent à nouveau sur des matériaux C05, C08, M05 et M08. Des éprouvettes cylindriques (diamètre 36 mm, hauteur environ 80 mm) sont réalisées en 1 gâchée pour chacun des matériaux, et sont coulées dans des moules en acier. Leur démoulage s'effectue 24 heures après, et elles sont placées en piscine thermostatée (20°C) remplie d'eau saturée en chaux pour permettre d'assurer une bonne hydratation du ciment. Après au moins 28 jours de cure, les éprouvettes cylindriques sont tronçonnées afin de réaliser des échantillons d'une longueur d'environ 30 mm, puis replacées en piscine, jusqu'à stabilisation de leur masse.

Le choix d'une longueur proche du diamètre réside dans la volonté d'obtenir un séchage qui progresse de manière sensiblement uniforme par toutes les faces de l'éprouvette, et non uniquement de manière essentiellement radiale. L'éventuelle fissuration résultant de ce séchage pourrait alors être à la fois radiale et axiale, ce qui permet de limiter l'anisotropie induite par la fissuration et de tester un matériau sensiblement isotrope (Burlion et al. 2003).

Au bout de la période de maturation, les éprouvettes sont placées en enceinte climatique à une température de 20°C et subissent un processus de séchage par faibles paliers d'humidité relative. Les différents paliers pour sécher l'éprouvette initialement saturée utilisés sont les suivants : 85, 70, 55, 40, et 25 % d'HR, qui limite les gradients hydriques dans les matériaux. L'équilibre hydrique est attendu pour chacun d'entre eux. Les tests de traction sont menés sur des échantillons uniquement à saturation totale et aux paliers 85, 55, 25 % de HR, qui couvrent une large gamme d'humidité.

L'objectif de l'étude étant l'influence de la saturation sur la résistance à la traction, et cet essai mécanique étant destructif, une même éprouvette ne peut être testée qu'à un état de saturation donné. Pour assurer une bonne représentativité du matériau aux différents HR, 3 éprouvettes de chacun des matériaux et pour chaque palier d'HR considéré sont testées. En outre, le temps d'obtention des éprouvettes pour ces paliers diffère fortement (quelques semaines pour 85% d'HR, plusieurs mois pour atteindre le palier à 25%), il a été décidé de procéder à la traction le même jour pour l'ensemble des éprouvettes. Ainsi, une fois que l'éprouvette devant être testée à 85% de HR atteint son équilibre hydrique, elle est placée dans un récipient étanche conservé à 20°C pour éviter les échanges hydriques et les effets d'une variation de température. Les autres éprouvettes devant être testées aux paliers inférieurs poursuivent quant à elles le processus de séchage. La même mise en récipient étanche des éprouvettes à 55% de HR a lieu une fois leur équilibre en poids atteint. Cette technique possède l'avantage outre de limiter les variations dues à la durée de conservation, de permettre de parfaire l'homogénéisation de l'état hydrique des éprouvettes. De plus le placement en récipient étanche une fois le palier ciblé atteint devrait éviter la carbonatation, l'air n'y étant pas renouvelé.

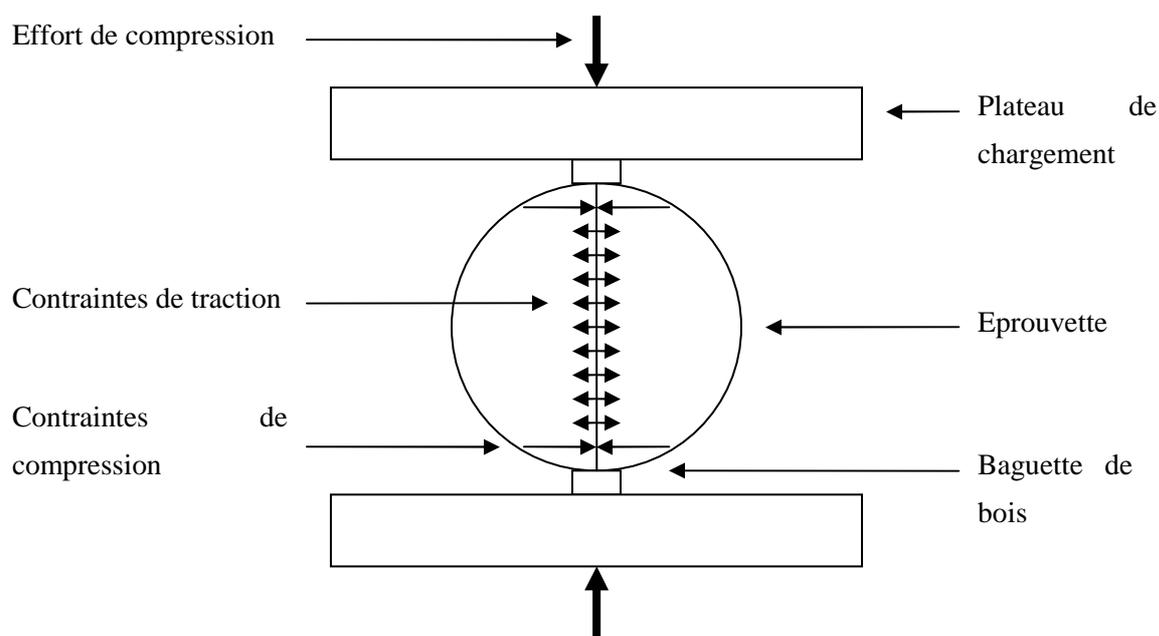


Fig. 4. 22 - Schéma de principe de l'essai de traction par fendage

Pour les éprouvettes totalement saturées, elles sont conservées en piscine thermostatée jusqu'au jour du test de traction. Ce choix s'explique par la volonté d'assurer que l'éprouvette testée est entièrement saturée. Il comporte néanmoins un inconvénient : la réaction d'hydratation peut se poursuivre, et le matériau peut poursuivre sa maturation, qui même si elle est presque achevée, continue lentement de

progresser. Le matériau pourrait alors se révéler légèrement plus mature que les autres testés. Néanmoins, comme cela sera évoqué dans le paragraphe abordant les résultats, le gain en poids durant cette conservation sous eau se révélera faible.

Une fois les matériaux amenés à l'humidité souhaitée, l'essai de traction par fendage est réalisé. L'éprouvette est placée entre les plateaux de chargement d'une presse Instron® d'une capacité de 500 kN, identique à celle utilisée dans les essais de compression simple. Le contact avec les plateaux de chargement (sans rotulage) se réalise au travers de l'utilisation de baguettes en bois souple (épaisseur : 3 mm, largeur 4 mm) qui ont pour rôle d'assurer une transmission des efforts sur toute la longueur de l'éprouvette, en rattrapant les différentes aspérités de la surface de l'éprouvette lors de la mise en compression. Ces deux baguettes sont placées de part et d'autre du diamètre de l'éprouvette servant à l'application de la charge. Un effort de compression est alors appliqué via les plateaux de chargement, ce qui va induire sur le diamètre sollicité de l'éprouvette un état de traction quasi uniforme. Seule aux extrémités, proche des baguettes de bois, l'état de sollicitation est une compression élevée. Toutefois, cela ne perturbe pas outre mesure la mesure de la résistance au pic. La Fig. 4. 22 donne un schéma de ce dispositif. Cette méthode aboutit à une traction qui s'initie plutôt au cœur de l'échantillon : les irrégularités de surface ne sont en conséquence pas source d'erreurs dans la mesure du pic de résistance.

Le chargement de compression est piloté en déplacement à une vitesse de 0,02 mm/sec jusqu'à écrasement des baguettes de bois, puis à une vitesse de 0,005 mm/sec qui assurent un chargement quasi-statique. La fin d'écrasement des baguettes de bois est détecté par un changement assez net de la vitesse d'accroissement de la contrainte, et constitue l'élément déclencheur de la réduction de la vitesse de déplacement. L'effort de compression, généralement observé, assurant l'écrasement pour l'ensemble de nos éprouvettes était d'environ 2 kN, ce qui était attendu, cet écrasement dépendant de la baguette et non de l'éprouvette. La résistance de traction par fendage R_t (en MPa) est déterminée comme étant la contrainte maximale observée lors de l'essai (résistance au pic). La mécanique des milieux continus fournit l'équation décrivant les contraintes de traction σ_t que subit l'éprouvette en fonction de l'effort de compression F en kN (Eq. 4.20) :

$$\sigma_t = \frac{10F}{\pi r l} \quad (4.20)$$

où l est la longueur et r le rayon de l'échantillon (en cm). R_t s'obtient pour la valeur de F maximale.

4.5.1.2 - Résultats et analyse

La première vérification consiste à déterminer si la méthode de conservation des éprouvettes jusqu'au jour du test de fendage est adaptée, et n'induit pas de biais expérimentaux dans les valeurs mesurées.

Le Tableau 4. 9 présente les variations de poids observées entre le jour où les éprouvettes sont mises en récipient étanche, et le jour du test de traction.

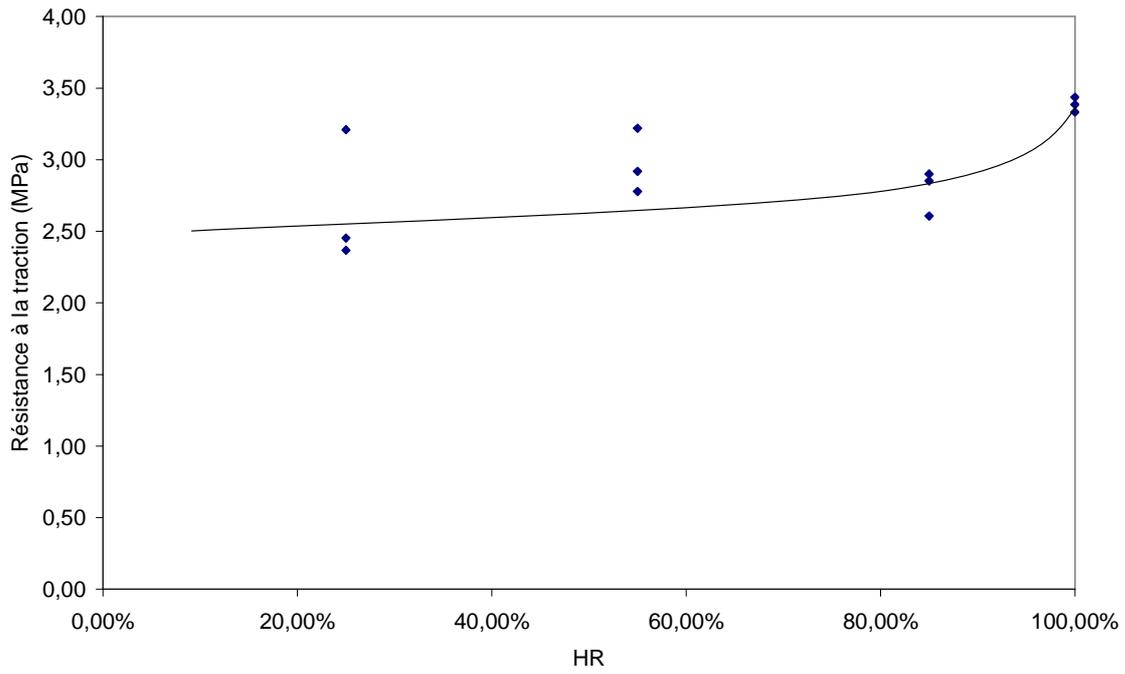
Tableau 4. 9 - Variation relative de poids entre le jour de mise en récipient étanche (sauf éprouvettes à 100% de HR laissées immergées dans l'eau) et le jour de test (en fonction du palier d'HR considéré)

HR	100%	85%	55%	25%
Variation	+0,5%	+0,1%	+0,1%	0%

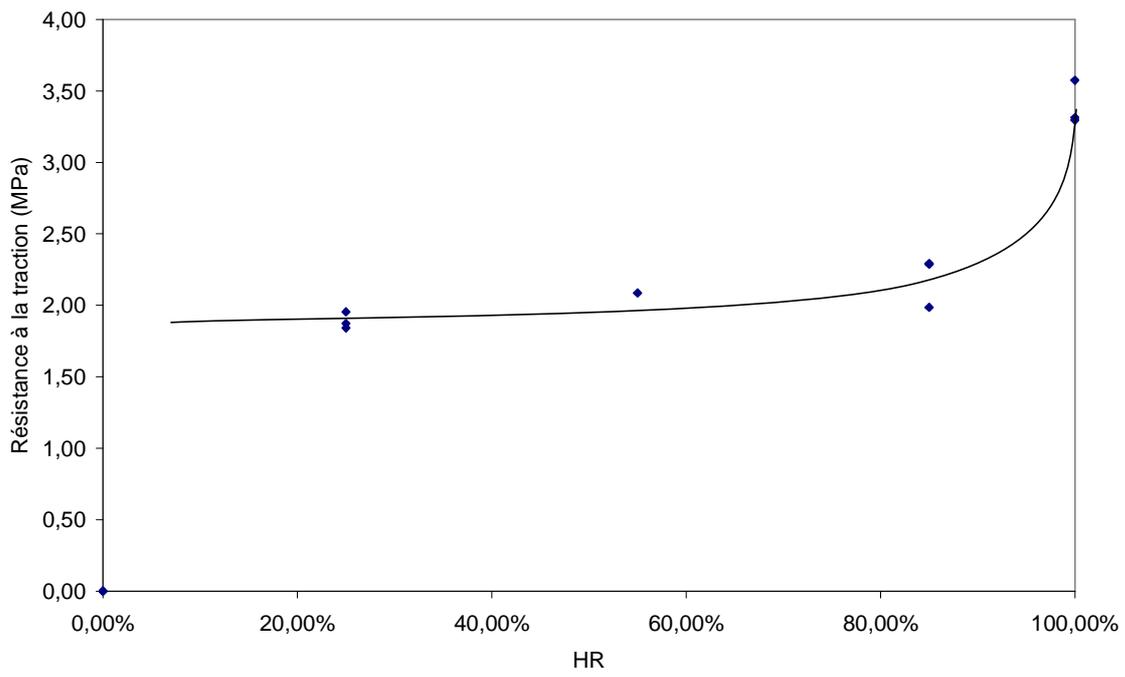
Il apparaît nettement que les variations pour les paliers de 85, 55 et 25% demeurent très faibles (notamment pour le palier à 25% de HR, les éprouvettes étant testées très peu de temps après l'atteinte du palier). Les différences observées proviennent très probablement de la précision de la mesure des poids, aucun apport d'eau externe n'étant possible. La durée de conservation en récipient étanche n'induit donc pas d'écart significatif. Pour les éprouvettes conservées sous eau, le gain en poids est plus important, et traduit les effets de la continuation de la maturation du matériau. Le gain en poids de l'ordre de 0,5 % au cours de cette conservation sous eau est à mettre en relation avec un gain en poids moyen des éprouvettes lors de 7 premiers mois de maturation après coulage, qui était de 2,2 %. Cela indique bien qu'après 7 mois, la maturation n'est pas totale, mais que la majeure partie est déjà achevée.

Les Fig. 4. 23 a à d représentent l'évolution de la résistance à la traction des différents matériaux testés en fonction du palier d'humidité correspondant. Chaque point est la valeur mesurée sur une éprouvette, la courbe tracée étant l'interprétation de la tendance qui semble se dégager des résultats expérimentaux. Elle passe généralement par la moyenne des 3 mesures.

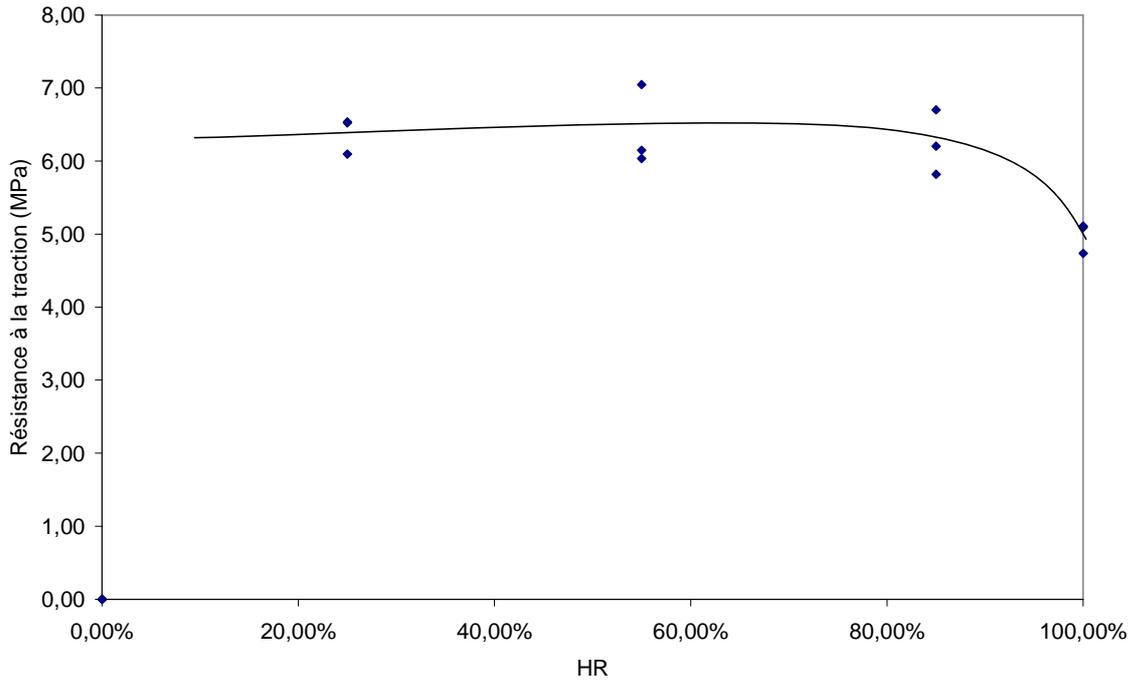
Comparativement aux résistances à la rupture en compression (§4.2), la valeur de la rupture à la traction est globalement 10 fois inférieure, ce qui est généralement observé sur des matériaux cimentaires. En étudiant plus précisément chacune des courbes, il peut en être déduit qu'à l'état saturé, les résistances mesurées sont peu dispersives, comparativement à ce qui est observable sur les paliers d'humidité utilisés ultérieurement.



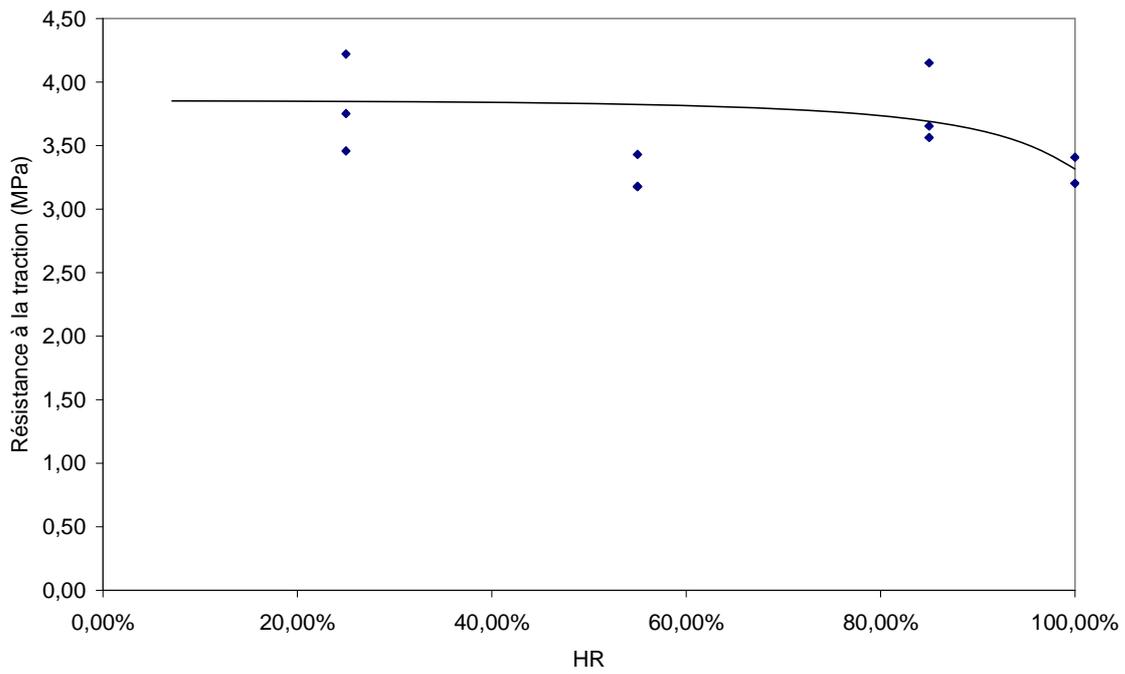
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 4. 23 a à d - Résistance à la traction par fendage en fonction de l'humidité relative appliquée pour les C05 (a), C08 (b), M05 (c) et M08 (d). chaque point représente la mesure sur une éprouvette.

La résistance à la traction d'un C05 pour cet état saturé est de 3,4 MPa, d'un C08 de 3,4 MPa, d'un M05 de 5 MPa et d'un M08 de 3,3 MPa. L'augmentation du rapport E/C n'a pas d'influence notable sur cette résistance pour les pâtes de ciment, alors que les mortiers y sont plus sensibles. La valeur plus élevée pour le M05 que pour le C05 pourrait s'expliquer par une plus grande rugosité de la surface de rupture de l'éprouvette : les inclusions rigides tendent à contraindre la fissuration à les contourner, ce qui aboutit à la sollicitation en traction d'une plus grande section de matrice cimentaire. Toutefois, la même tendance n'est pas observable entre le C08 et le M08 qui exhibent des résistances équivalentes. Une moindre cohésion entre les granulats et la pâte de ciment, par diminution de la résistance de l'aurole de transition, pourrait contrebalancer l'effet dû aux inclusions rigides. Enfin, la faible variation de résistance entre le C05 et le C08 pourrait être le résultat combiné d'une diminution de résistance de la matrice et d'une augmentation des effets provenant de la présence d'eau au sein du matériau, différente en proportion dans les deux pâtes étudiées..

En s'attachant maintenant à l'évolution de la résistance avec l'humidité relative, une distinction assez nette peut être faite entre les mortiers et les pâtes de ciment. Ainsi, au cours du séchage, les pâtes de ciment voient leur résistance à la traction diminuer, de manière encore plus marquée pour les C08 (chute de 40% entre les paliers à 100 et à 25%) que les C05 (diminution de 25%). Cette diminution est très importante lors du premier palier (passage de l'état saturé à un palier à 85% d'HR), puis moins marquée à mesure que le séchage se poursuit. Au contraire de ce qui a été décrit pour les pâtes de ciment, les mortiers voient quant à eux leur résistance à la traction augmenter avec la diminution de l'humidité relative (augmentation d'environ 20% pour le M05 et de 15% pour le M08). De manière analogue, la variation de résistance se produit principalement au cours du premier palier de séchage.

Les résultats de la littérature tendent à montrer que pour des bétons, le séchage tend à augmenter la résistance (§4.1). L'hypothèse avancée pour expliquer ce phénomène repose sur le confinement du cœur et une augmentation de la pression capillaire par le séchage, dont les effets sont plus importants que la microfissuration induite par ce même séchage. Dans les essais mis en œuvre ici, la microfissuration est encore plus limitée par l'emploi d'un séchage par paliers successifs d'humidité relative. Or, même si cette hypothèse semble confortée avec nos résultats sur les mortiers, les pâtes de ciment montrent un comportement contradictoire. Elles subissent en effet un confinement de cœur et d'augmentation de la pression capillaire, avec une fissuration induite très limitée, mais leur résistance à la traction diminue tout de même.

L'hypothèse émise n'est donc pas suffisante à elle seule, ou tout du moins suffisamment détaillée pour expliquer ce comportement. Le fait que les variations de résistance se produisent essentiellement à haute HR tendrait à prouver que les effets dus à la dépression capillaire sont ceux qui doivent faire l'objet d'une attention particulière, et qui seraient effectivement à l'origine d'une autocontrainte du matériau, aboutissant à une précontrainte dans l'éprouvette. Par ailleurs, la microfissuration engendrée

par les retraits de dessiccation, même si elle est limitée par le séchage « lent » appliqué, pourrait avoir une morphologie différente entre les mortiers et les pâtes de ciment, aboutissant à des comportements dissemblables. Dans le cas des mortiers, les inclusions rigides que constituent les granulats vont, comme cela a pu être étudié dans le cadre du chapitre 3 par une approche microscopique, engendrer de la fissuration à leur proximité par retrait différentiel entre la matrice cimentaire et l'inclusion rigide. Du fait du grand nombre de grains de sable constituant les mortiers étudiés, la fissuration devrait se révéler très répartie au sein de l'éprouvette, mais également avoir une ouverture moyenne très faible et donc peu connectée, comme cela avait été constaté par comparaison de composites à inclusions rigides sphériques d'un millimètre de diamètre. Dans la pâte de ciment au contraire, l'absence de granulats fait que le retrait empêché par des inclusions rigides est quasiment absent. Seul le retrait structurel, qui ne peut être totalement évité par un séchage même lent pourrait engendrer de la fissuration, principalement dans le sens des gradients hydriques. Les fissures n'auront pas autant de lieux de nucléation, cette matrice étant relativement homogène. Seuls certains vides ou anhydre pourraient être à l'origine de la nucléation de la fissuration. Dès lors, la fissuration dans les pâtes de ciment devrait s'avérer moins répartie, mais bien plus ouverte, pouvant expliquer en partie les diminutions sensibles de résistance à la traction par cet endommagement. Cela est notablement visible sur des éprouvettes séchées rapidement en étuve : les pâtes de ciment exhibent une fissuration visible à l'œil nu, alors que les mortiers ne la présentent pas de façon évidente.

D'autre part, une autre explication pourrait être à l'origine de la diminution de résistance des pâtes de ciment avec le séchage, contrairement aux mortiers. La présence de microfissures autour des granulats dans le cas des mortiers pourrait perturber la répartition des contraintes dans l'éprouvette. Ceci pourrait alors engendrer une influence sur la surface de rupture de l'éprouvette, qui pourrait être plus « rugueuse », i.e. la surface de la fissuration pourrait s'avérer plus grande. La Fig. 4. 24 donne un schéma de cette explication au voisinage d'un granulats avec et sans fissuration. Dans le cas où il y a une inclusion sans fissuration (état saturé par exemple), la surface de rupture « réelle » différerait de la surface de rupture « idéale » (correspondant à la surface le long du diamètre sollicité de l'échantillon) uniquement au voisinage de l'inclusion. En revanche, si une microfissuration existe autour de l'inclusion (due à un séchage préalable), elle pourrait perturber la surface de rupture réelle, qui pourrait être amenée à solliciter un plus grand volume de matrice cimentaire, et aboutir à une énergie de fissuration plus élevée, malgré la préexistence de microfissures. Cette microfissuration pourrait aboutir à un effet non pas néfaste, mais bénéfique pour la résistance du matériau. Pour les pâtes de ciment, l'absence d'une telle fissuration locale ne modifierait pas cette surface de rupture, et le changement de morphologie de fissures (macrofissures pour les pâtes de ciment) engendrerait une plus grande susceptibilité à la rupture. La confirmation expérimentale que la surface de rupture, et que l'énergie de fissuration, est plus grande dans le cas d'un mortier en cours de séchage que dans un mortier sain (n'ayant subi aucun séchage préalable) n'est pas aisément déterminable. La seule

constatation possible concerne la « rugosité » de la surface de rupture très différente entre les pâtes de ciment (surface « lisse ») et les mortiers (« surface « rugueuse », la fissure se propageant autour des granulats et non en leur sein).

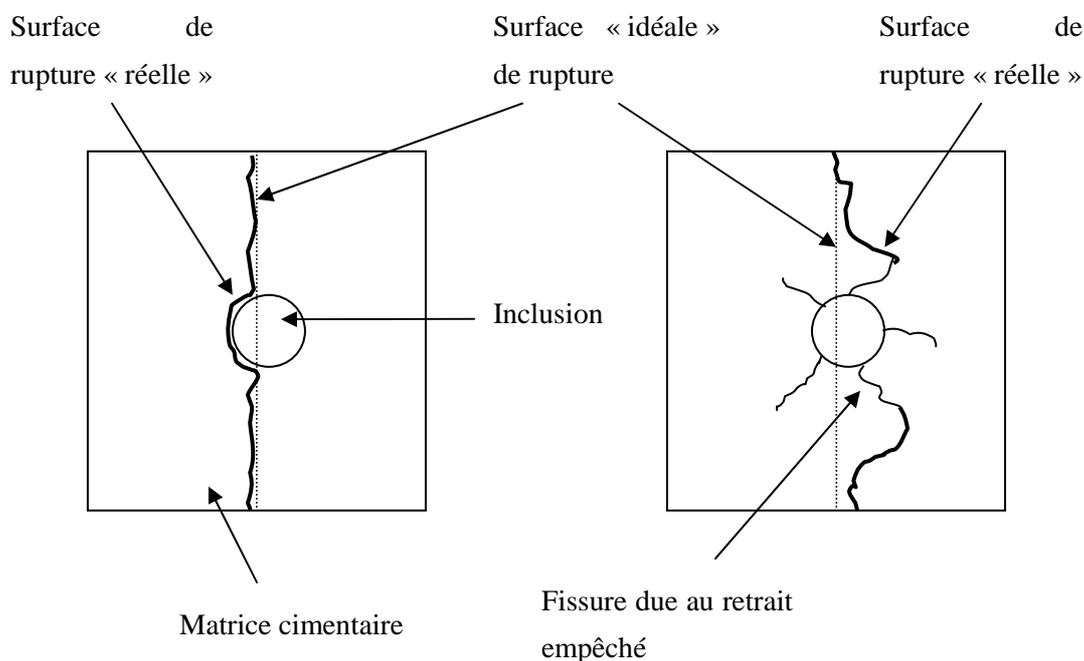


Fig. 4. 24 - Schéma de principe de propagation de fissuration au voisinage d'une inclusion rigide sans ou avec existence d'une microfissuration locale

L'obtention d'une fracture fraîche en traction par fendage permet en outre de pouvoir quantifier l'état de carbonatation au cœur de l'éprouvette. Cette carbonatation est déterminée par pulvérisation sur la surface de fracture de phénophtaléine, qui vire au rose si le pH est supérieur à 9. Dès lors, la carbonatation étant un processus mettant en jeu des réactions chimiques entre la chaux et le dioxyde de carbone, le pH de la matrice tend à diminuer par consommation de la chaux. La Fig. 4. 25 présente des photographies prises sur nos matériaux juste après le test de traction par fendage, pour les différents états d'humidité étudiés. Les matériaux à faible E/C restent dans toute la gamme d'humidité sensiblement insensibles à la carbonatation, un léger front pouvant être visible à partir de 55% HR et en deçà, mais qui reste très superficiel (1mm). Pour les matériaux à fort E/C, le front de carbonatation reste très superficielle au-delà de 85 % de HR, mais devient non négligeable à 55 %. Le front progresse d'environ 6 mm, puis n'évolue plus notablement entre 55 et 25 % d'HR. Les mesures des isothermes de désorption pour les matériaux à E/C de 0,5 ne sont donc globalement pas perturbées par la carbonatation. Pour les autres matériaux, une sous-estimation de la quantité de pores les plus fins est

probable, la carbonatation étant un phénomène qui aboutit à des gains de masse. Le choix d'éprouvettes avec une dimension minimale de 20 mm était donc judicieux pour limiter ces effets.

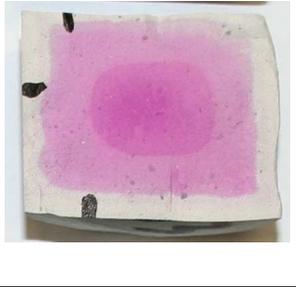
HR	100%	85%	55%	25%
C05				
C08				
M05				
M08				

Fig. 4. 25 - Etats d'avancement du front de carbonatation dans les matériaux testés en fonction de HR

4.5.2 - Traction directe

L'utilisation d'une méthode indirecte de traction dans les éprouvettes cimentaires implique que l'homogénéité des contraintes ne peut être complètement assurée. Ainsi, les tests réalisés ne sont pas

des tests de traction purement uniaxiale. L'idée proposée dans ce paragraphe est de recourir à une traction directe de nos matériaux, afin d'en mesurer les caractéristiques mécaniques avec l'influence de l'état de saturation. Le comportement post-pic cherche également à être évalué, pour étudier de quelle manière la saturation peut modifier les phénomènes plastiques et de rupture.

4.5.2.1 - Difficultés de l'essai de traction uniaxiale

Le test de traction directe est couramment utilisé sur les matériaux métalliques, tels que les aciers et aluminiums, pour en caractériser leur comportement. Des éprouvettes généralement en forme de « diabolo » sont réalisées et sont serrées via des mors sur la presse servant au chargement. La différence majeure avec les matériaux cimentaires est que l'acier est un matériau peu fragile, qu'il est donc assez simple de tester et d'en mesurer son comportement élastique et plastique ainsi que post-pic. Nos matériaux ont un comportement très fragile en traction : la moindre apparition de fissure tend à aboutir rapidement à la ruine de l'échantillon.

Les points majeurs à contrôler pour la réalisation d'un tel essai dans des matériaux cimentaires sont les suivants :

- choix de l'interface échantillon - machine, qui conditionne la transmission des efforts à l'éprouvette, et qui doit l'assurer de manière à obtenir un état de contraintes de traction homogène
- système de chargement, qui doit pouvoir être piloté finement pour obtenir des résultats comparatifs sur le comportement post-pic
- la forme et la taille de l'échantillon, qui influencent l'initiation et la densité de fissures générées
- alignement de l'éprouvette avec l'axe de chargement pour éviter les effets parasites dus à des moments de flexion
- fabrication correcte des éprouvettes, avec un état de surface homogène notamment, pour limiter les effets dus aux aspérités, qui pourraient modifier la nucléation et la propagation de la fissuration

Un rappel des différentes techniques adoptées pour la réalisation d'un tel essai est proposé ci-après. (Swaddiwudhipong et al. 2003) proposent d'ancrer des barres en acier dans les éprouvettes devant être testées en traction, et d'appliquer le chargement à ces barres. Cette méthode tend à concentrer les contraintes à l'interface entre les barres et l'éprouvette, ce qui peut aboutir à des états de contraintes non homogènes. (Lu et al. 2004) utilisent un principe similaire, avec une modification du positionnement de ces barres pour limiter les concentrations de contrainte. (Slowik et al., 1996)

améliore le dispositif et transmet les efforts via des plaques en aluminium ancrées sur les faces sollicitées des éprouvettes de béton, par la présence d'ancrages d'une longueur de 76 mm répartis sur ces plaques, et qui assurent la liaison avec l'éprouvette. En outre, le chargement est réalisé au moyen de deux dispositifs, permettant d'assurer un chargement le plus uniaxial possible. L'obtention de la courbe force - ouverture de la fissure, y compris post pic, est observée au niveau des entailles réalisées au milieu de l'éprouvette. Un exemple du résultat obtenu est proposé sur la Fig. 4. 26. Cependant, la présence d'une entaille, et la transmission des efforts via les barres ancrées dans le béton perturbe les mesures obtenues (champ de contraintes différent au niveau de l'entaille notamment) et n'est pas un test de traction direct « pur ».

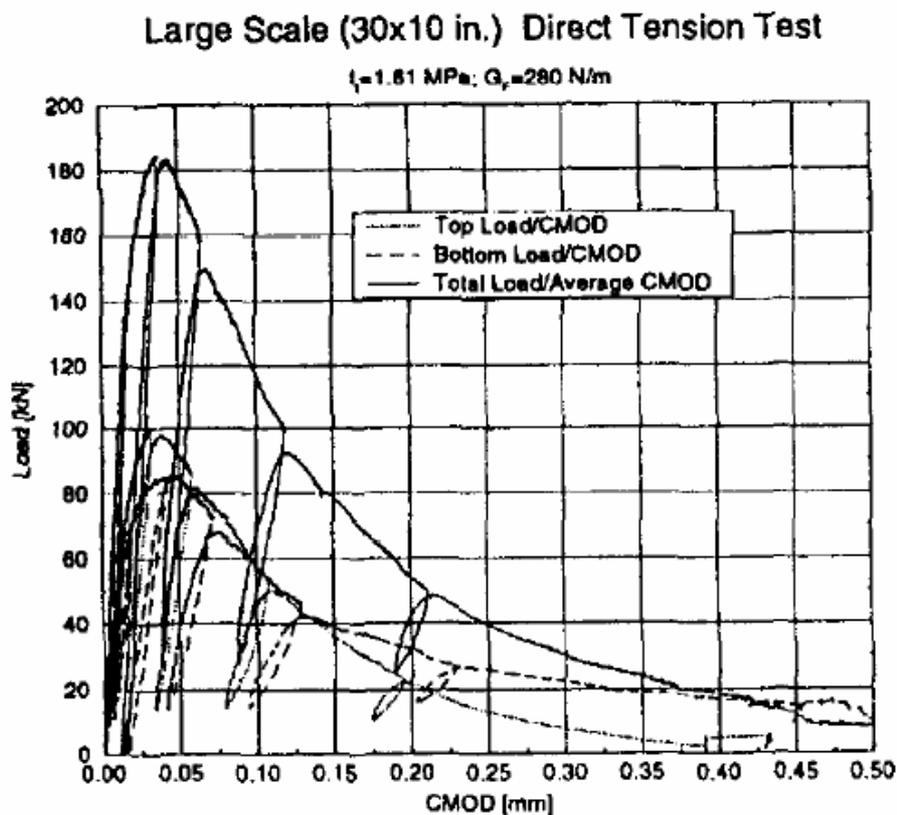


Fig. 4. 26 - Courbe force - ouverture de la fissure en traction (Slowik et al. 1996)

Une autre possibilité est de réaliser des éprouvettes dont les têtes sont liées mécaniquement par contact dans les plateaux de chargement. Ces éprouvettes s'inspirent des éprouvettes « diabolo » utilisées pour les aciers. Elles peuvent soit être liées par serrage dans des mors (Gopalaratnam et Shah 1985) qui peuvent cependant perturber le champ de contraintes de traction ou encore provoquer des cassures au niveau de ce serrage, soit avoir des extrémités coniques qui viennent s'insérer dans les plateaux de

chargement. La transmission se fait alors directement par contact, sans serrage nécessaire (Toutanji et al. 2003). Seule la partie centrale de l'éprouvette est soumise à de la traction uniaxiale. Enfin, le collage direct de l'éprouvette aux plateaux de chargement est envisageable (Zheng et al. 2001, van Mier et van Vliet. 2002).

Le contrôle de la phase post-pic est amélioré par l'utilisation de plusieurs LVDT mesurant les déplacements dans la zone où la traction est homogène. La moyenne des déplacements mesurés peut alors être prise pour le pilotage des déplacements imposés, ce qui accroît la stabilité de la propagation de la fissure (Hordjik, 1991, Van Mier et Schlangen 1989), la modification de la valeur du chargement appliqué étant mieux contrôlée que par l'utilisation du déplacement des plateaux de chargement.

Une question peut se poser sur le choix des conditions aux limites de l'éprouvette : les plateaux de chargement doivent-ils être fixes, ou au contraire rotulés. Le premier cas aboutit à une résistance en traction plus élevée, l'apparition d'une fissuration étant contrebalancée par un moment créé par les plateaux de chargement, qui tend à la stopper. Avec des plateaux rotulés, ce moment ne peut se développer, ce qui aboutit à une diminution de l'énergie de fissuration, comparativement au cas où les plateaux sont fixes (van Mier et Vervuurt, 1995). La fissuration est par ailleurs moins répartie.

L'ensemble de ces considérations a guidé la mise en place d'un protocole expérimental, permettant de tester l'évolution du comportement mécanique de nos matériaux cimentaires avec le séchage. Différentes pistes ont été explorées, et sont présentées dans la suite.

4.5.2.2 - Protocoles expérimentaux testés

Les protocoles décrits ici ne concernent que les essais préliminaires réalisés dans le but de mettre au point un protocole adapté à l'objectif recherché. Des difficultés expérimentales, ainsi que des imprévus (indisponibilité de la presse, ...) ont empêché la réalisation des essais. Les éprouvettes destinées à cette traction directe sont néanmoins à l'heure actuelle prêtes à être testées (conditionnement aux différents paliers de HR achevé), lorsque une presse adéquate permettant de réaliser ces sollicitations de traction pourra être utilisée.

4.5.2.2.1 - Eprouvettes en forme de diabolos fixées mécaniquement aux plateaux de chargement

Le nombre de matériaux différents étudiés (M05, M08, C05 et C08), ainsi que la nécessité de tester à diverses humidités relatives pour obtenir des courbes représentatives de l'évolution de la traction avec l'état de saturation conduit en première approche à un protocole où les essais peuvent être réalisés de manière rapide. Un serrage mécanique de l'éprouvette aux plateaux de chargement apparaissait alors comme une technique adéquate, le temps de mise en place de l'éprouvette étant assez réduit. Il a donc été proposé de réaliser des éprouvettes en forme de diabolos (Fig. 4. 27), dont la tête vient s'encastrier dans les plateaux de chargement, puis mise en compression par serrage. La partie centrale de

l'éprouvette constituait la partie testée en traction, où les contraintes sont les plus homogènes, le cône reliant la tête au centre de l'éprouvette étant destiné à minimiser les concentrations de contraintes qui pourraient engendrer une rupture de l'éprouvette ailleurs que dans la partie centrale..

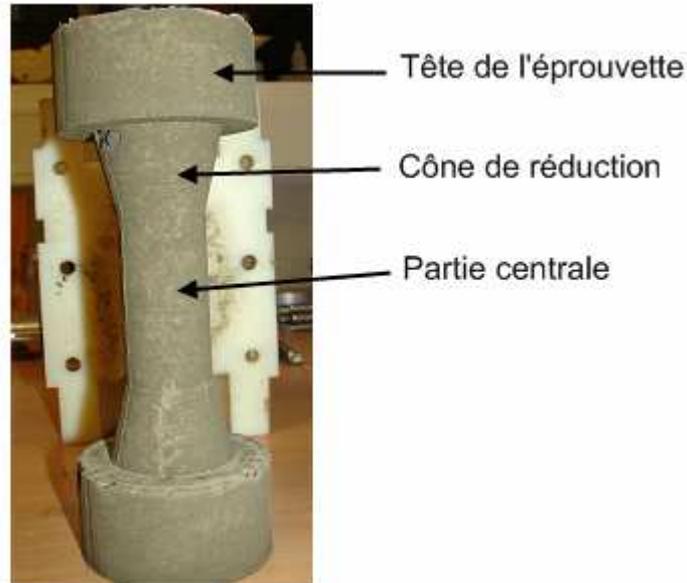


Fig. 4. 27 - Exemple d'une éprouvette « diablo » démontée

Les problèmes inhérents à cette technique sont multiples. Tout d'abord, le démoulage de ces éprouvettes a posé quelques difficultés. En effet, les éprouvettes étaient moulées dans des coffrages en nylon composés de 2 parties uniquement, afin d'éviter les jeux entre les différentes pièces du moule, et que la cylindricité de l'éprouvette soit maximale, pour éviter les problèmes d'excentricités et d'aspérités à la surface. Malgré l'utilisation d'huile de décoffrage ou de PTFE (téflon ®) pour faciliter l'extraction de ce moule, la proportion d'éprouvettes cassées à l'issue du démoulage s'avérait trop important (de l'ordre de 30%). D'autre part, l'utilisation de telles éprouvettes nécessitait des états de surfaces des têtes d'éprouvettes les plus lisses possibles, afin d'assurer la bonne transmission des efforts par les plateaux de chargement. Enfin, le montage de l'éprouvette dans ces plateaux imposait des précautions particulières lors du serrage, pour éviter tout moment de flexion engendré par un serrage différentiel, qui aboutit à la fissuration du matériau avant même de procéder aux tests.

Ce protocole a donc été abandonné rapidement au vu des travers évoqués précédemment.

4.5.2.2.2 - Eprouvettes cylindriques collées aux plateaux de chargement

La deuxième idée s'est appuyée sur un collage direct de l'éprouvette aux plateaux de chargement. Dans le cadre de la thèse de (Sayehi 1992), réalisée au sein de notre laboratoire, des grès avaient été testés en traction directe sur une presse d'une capacité de 100 kN, avec un suivi des déformations par LVDT fixés à l'échantillon. Le comportement post-pic avait pu y être observé. Le grès étant un matériau fragile comme nos matériaux cimentaires, bien que son module d'Young soit moins élevé, il a donc été envisagé d'adopter un protocole expérimental proche de celui qui avait été proposé pour ces essais.

Des éprouvettes cylindriques de diamètre 36 mm et d'une hauteur de 72 mm, dont les faces sont rectifiées pour assurer leur parallélisme, sont alors confectionnées dans un moule en acier, démoulées au bout de 24 heures puis conservées dans une piscine thermostatée remplie d'eau saturée en chaux jusqu'à maturation. Comme dans le cas de la traction par fendage, elles sont ensuite séchées en enceinte climatique à différents paliers successifs d'humidité. Une fois le palier ciblé atteint pour l'éprouvette (85, 55 et 25% d'HR), elle est placée dans un récipient étanche et conservée ainsi jusqu'au jour du test.

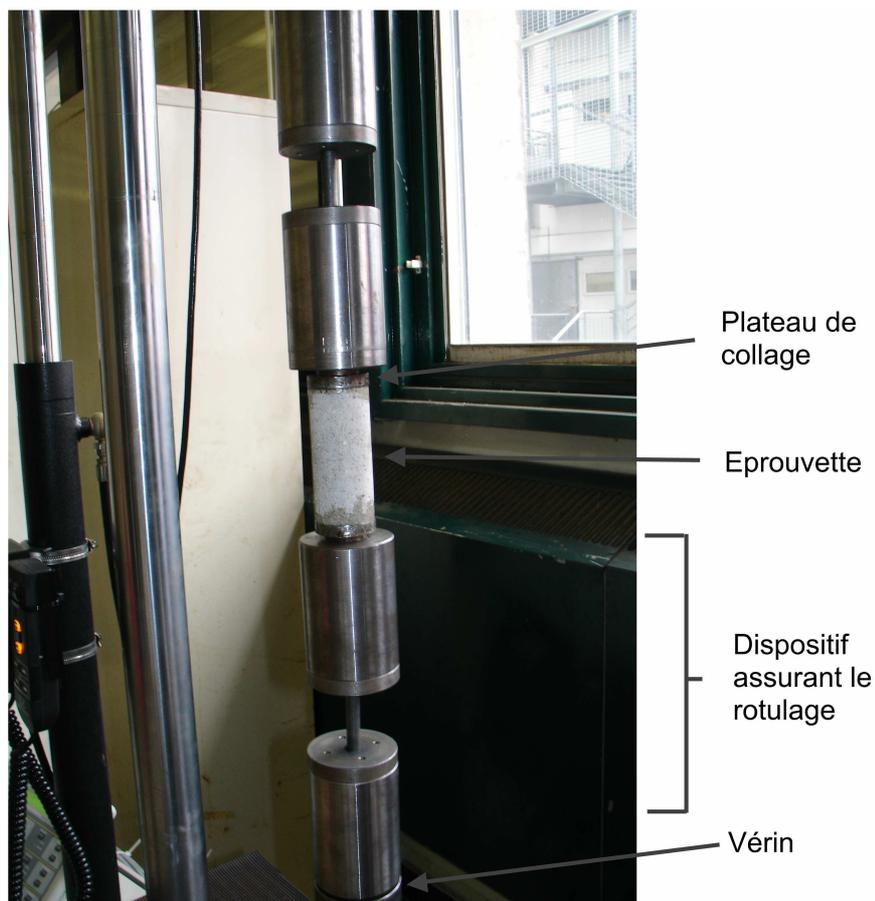


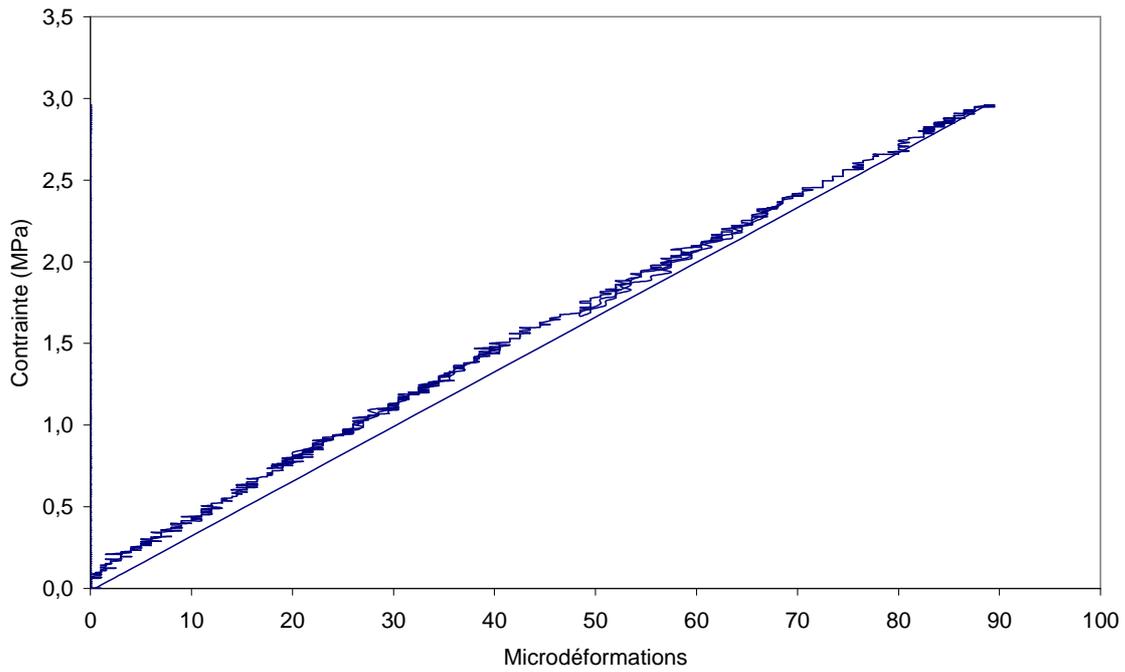
Fig. 4. 28 - Dispositif de rotulage en traction directe

Dans le cadre des tests préliminaires, les éprouvettes utilisées (échantillons de pâtes de ciment et mortiers cylindriques de 36 mm de diamètre et 72 mm de hauteur) ont subi une maturation minimale de 28 jours, et sont testées en conditions saturées et partiellement séchées (séchage non contrôlé en humidité relative), pour valider le protocole sur toute la gamme d'HR étudiée dans ces tests.

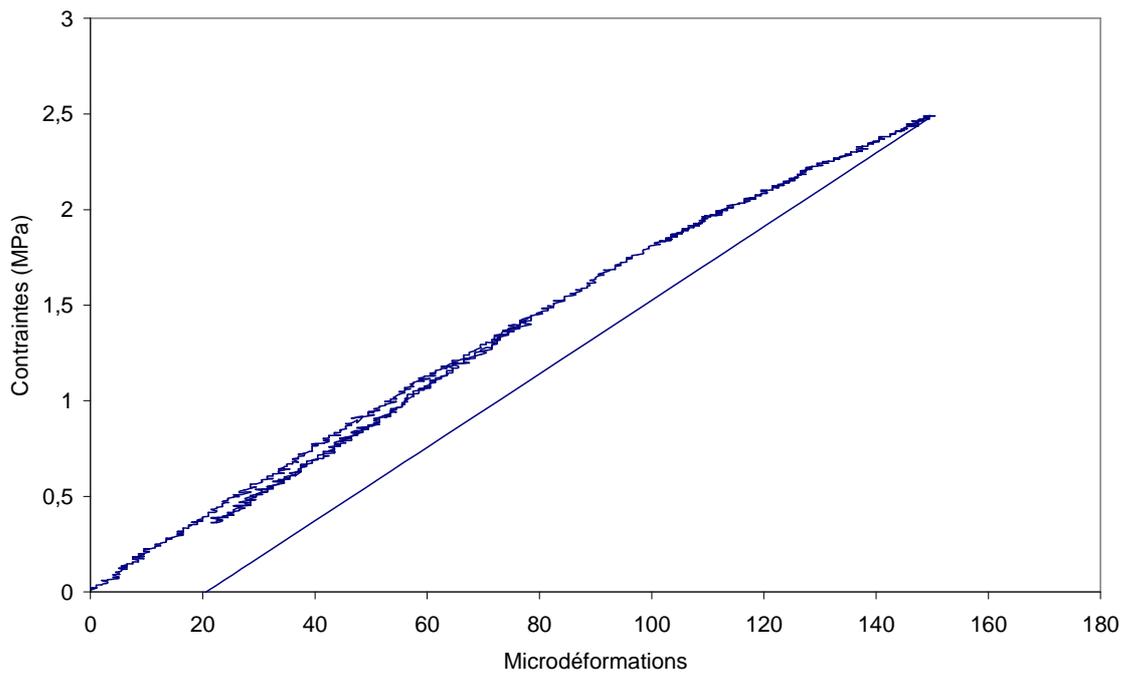
Le chargement est réalisé au travers d'une presse Instron® hydraulique d'une capacité de 100 kN pilotée en déplacement du vérin de chargement. Ce type de pilotage est celui qui avait été utilisé par (Sayehi 1992) pour les essais sur des grès. La vitesse de déplacement imposée est de 0,3 $\mu\text{m/s}$, pour assurer la quasi-staticité du chargement, et éviter une propagation trop brutale de la fissuration. En effet, il existe un temps de réponse inhérent aux servo-commandes de la presse pour contrôler la force exercée par le vérin ; l'utilisation d'une vitesse de déplacement très lente permet de limiter les effets néfastes de ce décalage temporel.

L'ensemble du dispositif de traction est présenté sur la Fig. 4. 28. Il est constitué de deux dispositifs symétriques de part et d'autre de l'éprouvette qui ont pour but d'assurer la libre rotation des plateaux de chargement et d'avoir un alignement optimal de l'éprouvette avec l'axe d'application de la charge. Le rotulage se compose de deux cylindres en acier reliés par une barre rotulée. Le premier cylindre est relié à la presse Instron®, le second étant muni d'un taraudage permettant de visser une pièce d'adaptation au diamètre de l'éprouvette testée. Cette pièce d'adaptation est le plateau sur lequel l'éprouvette est collée au moyen d'une colle epoxydique de type Araldite © 2012. La durée de prise et durcissement de la colle de 3 heures au minimum est observée. Une légère compression est appliquée pendant cette période (de l'ordre de 2 MPa), et l'éprouvette est emballée au moyen d'un film d'aluminium pour éviter sa dessiccation. Ce type de colle s'avère adapté pour tester les éprouvettes aux différents états d'humidité. Des précautions sont néanmoins prises pour les éprouvettes saturées, dont les surfaces où le collage est effectué sont au préalable séchées à l'air ambiant pendant 1 heure, pour permettre une bonne prise de la colle.

Une fois cette période de prise écoulée, l'éprouvette est sollicitée en traction, avec des cycles de chargement-déchargement afin d'en déterminer le module d'Young, jusqu'au pic de résistance, puis en comportement post-pic. Elle est munie d'un collier de LDVT identique à celui utilisé en compression pour acquérir les déformations sur une longueur de 35 mm, au centre de l'éprouvette, permettant d'accéder au module d'Young. Une jauge transversale y est collée afin de mesurer les déformations transversales et d'obtenir le coefficient de Poisson. Pour certains des essais préliminaires, 2 jauges axiales remplacent le collier LVDT pour la mesure des déformations axiales, afin de vérifier finement l'homogénéité des déformations sans être perturbé par un éventuel mauvais contact entre le collier LVDT et l'éprouvette (problème abordé dans les essais de compression uniaxiale).



(a)



(b)

Fig. 4. 29 a et b - Courbes contraintes déformations en traction directe sur un mortier M05 (a) et M08 (b)

Les essais préliminaires effectués ont montré la possibilité d'effectuer le test en traction jusqu'au pic sans rencontrer de difficultés spéciales. Ceci a permis de valider une première partie du protocole

expérimental. Les Fig. 4. 29 a et b, présentent des courbes contrainte-déformation pour des mortiers M05 et M08. Seules les déformations axiales sont mesurées par 2 jauges diamétralement opposées. Le M05 ne possède quasiment pas de zone de plasticité, au contraire du mortier M08. Cela pouvait déjà être observé dans les essais de compression simple.

Le Tableau 4. 10 donne les valeurs de résistance au pic en traction directe ainsi que le module d'Young déterminés sur une série d'éprouvettes ayant servies aux tests préliminaires. Les états de saturation peuvent être variables selon les éprouvettes, seuls ceux bien connus sont précisés.

Tableau 4. 10 - Module d'Young et résistance à la traction directe pour nos essais préliminaires

	Module d'Young (MPa)	Résistance au pic (MPa)
M05 n°1	32300	3,8
M05 n°2 (environnement ambiant)	32800	3
M08 n°2	19400	2,5
M08 n°4	18900	2,7
M08 n°5	20300	2,3

Les valeurs de module d'Young mesurées sont similaires à celles obtenues en compression simple et analysées dans les paragraphes précédents de ce chapitre. Toutefois, l'histoire hydrique des échantillons est différente de celles utilisées pour la compression (conditions saturées), ce qui empêche une comparaison plus en détails. En ce qui concerne les résistances au pic en tractions, des valeurs plus faibles que celles relevées en traction par fendage dans la gamme 100 à 25% d'HR sont mesurées. La diminution de la résistance par la mesure en traction directe peut s'expliquer par le fait que l'état de surface de l'éprouvette peut rentrer en compte. De plus, la traction par fendage force la fissuration le long du diamètre de l'éprouvette. Dans la traction directe, la fissuration va se développer dans la zone la moins résistante, de façon libre sans être liée à une localisation particulière due au test. Les résultats sont donc encourageants. La Fig. 4. 30 représente les déformations axiales mesurées par les 2 jauges axiales placées de part et d'autre d'un échantillon testé en traction directe. La concordance des valeurs met en évidence que la sollicitation est bien homogène dans l'éprouvette. Enfin la Fig. 4. 31 met en évidence une éprouvette soumise au test de traction simple, après rupture. La fissuration se produit bien au sein du matériau, dans une zone sensiblement perpendiculaire à l'axe de chargement. La réponse de la jauge axiale après pic renseigne sur le déchargement élastique dans la partie du matériau non fissurée. Ce déchargement élastique est bien visible sur les Fig. 4. 29 a et b, après pic.

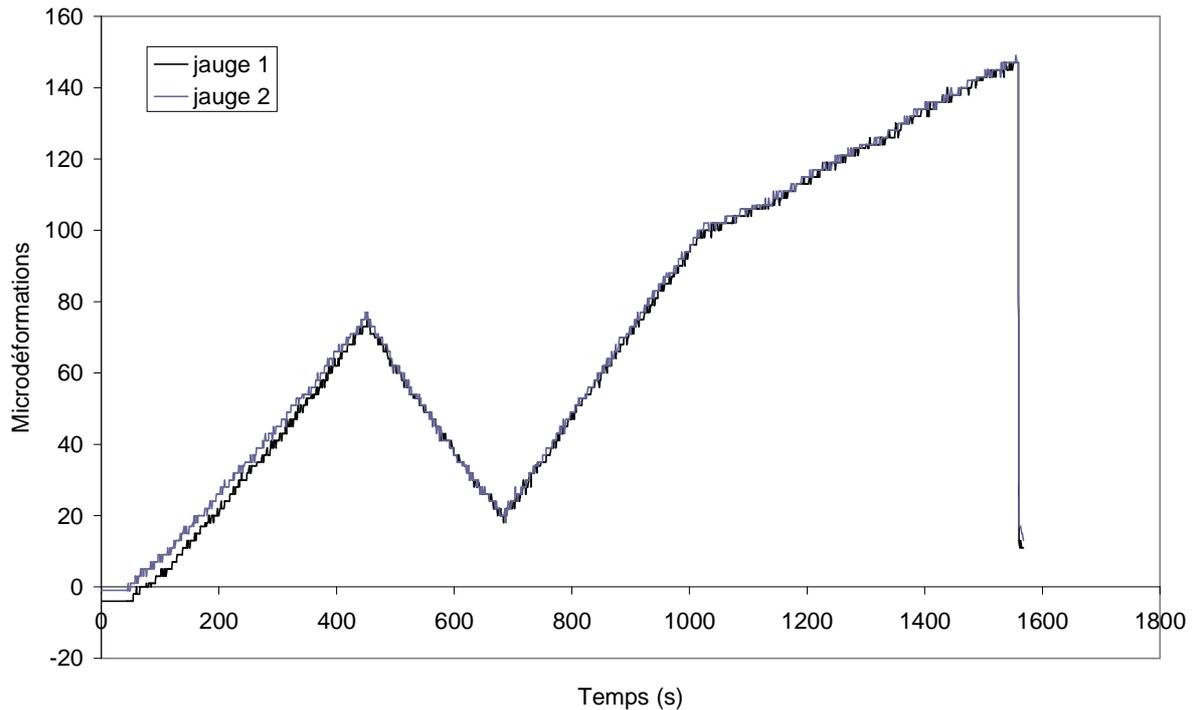


Fig. 4. 30 - Evolution pour les 2 jauges axiales des déformations mesurées au cours de l'essai. Un ralentissement de la vitesse de déplacement du plateau est appliqué après 1000 secondes.

Cependant, le comportement post-pic n'était pas observable, la rupture de l'échantillon n'arrivant pas à être contrôlée. Ce phénomène pourrait être dû à une rigidité insuffisante de la presse (avec le dispositif de rotulage) ou bien à des effets de précision du pilotage du déplacement qu'elle réalise (temps de latence trop élevé, ...). Pour pallier ces problèmes, plusieurs pistes peuvent être envisagées : asservir le déplacement en fonction de la mesure de déplacement renvoyée par le collier de LVDT, utiliser une presse de facture plus récente, avec une électronique plus précise ou bien encore utiliser des plateaux de chargement fixes, afin d'augmenter la rigidité du système de chargement en supprimant le dispositif de rotulage (mais un moment de flexion compensatoire est alors engendré).

La presse Instron® utilisée dans le cadre des essais préliminaires a malheureusement été indisponible pour une longue période, et a empêché la poursuite d'essais complémentaires. Ils pourront être poursuivis dans le cadre de travaux futurs.

4.5.2.3 - Conclusions et perspectives sur l'essai de traction directe

Quelques tests encourageants ont pu être réalisés en utilisant des plateaux de chargement fixes, mais le parallélisme s'avère difficile à assurer. L'utilisation du dispositif de rotulage sera donc probablement conservée. La mise en œuvre de cet essai via une nouvelle presse électro-mécanique devrait améliorer

la stabilité de la propagation de la fissure proche du pic, et permettre d'observer un comportement post-pic. Ce dernier nécessitera l'utilisation d'un collier LVDT, les jauges ne pouvant fournir de renseignements une fois le pic atteint, car elles peuvent être endommagées ou fournir les déformations dues au déchargement élastique après rupture si elles ne sont pas au niveau de la fissure. L'asservissement via les déplacements mesurés par ce collier est envisagé dans le cas où la phase post-pic ne serait pas stable malgré l'emploi de la nouvelle presse.

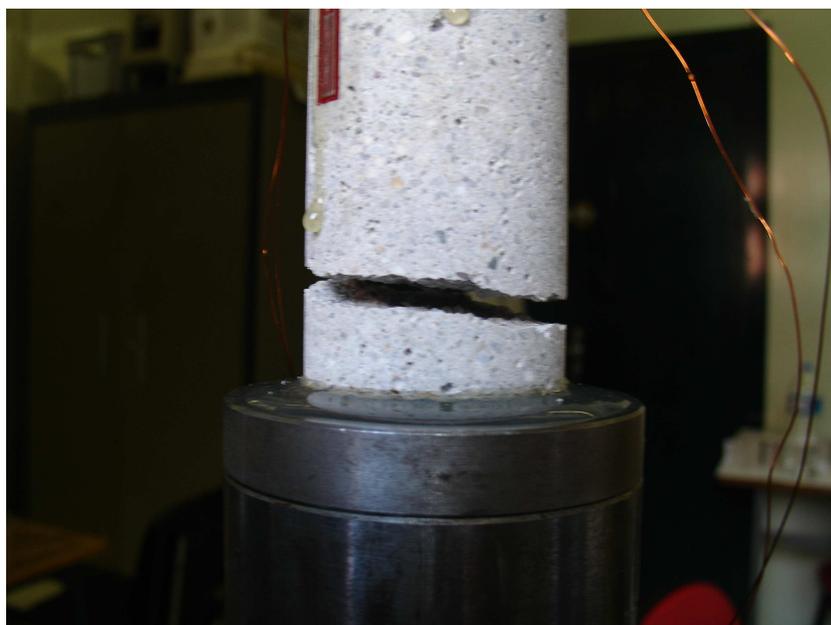


Fig. 4. 31 - Epreuve après rupture en traction directe

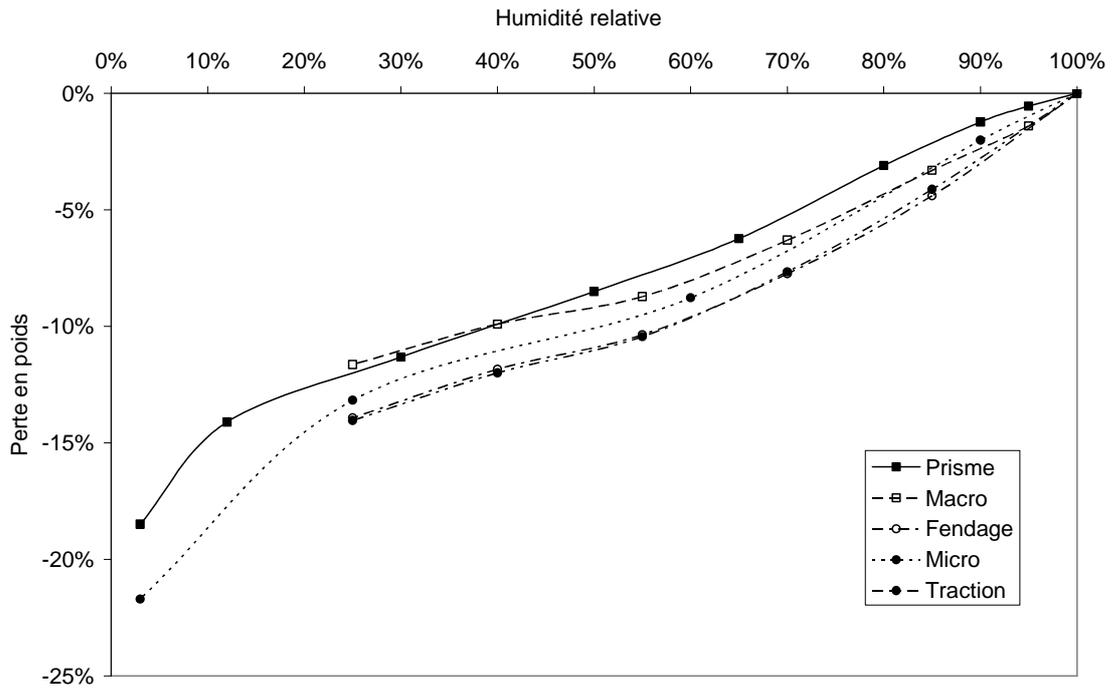
4.6 - Comparaisons des courbes de désorption de vapeur d'eau sur les différents matériaux testés

Nous proposons ici une comparaison des courbes obtenues par désorption de vapeur d'eau sur les diverses éprouvettes testées. Le Tableau 4. 11 récapitule les échantillons testés, avec leurs dimensions, le numéro de gâchée de laquelle ils sont issus, leurs dimensions, ainsi que les informations concernant les paliers d'humidités imposés, la durée écoulée entre le début de la désorption et le dernier palier atteint et le nombre d'échantillons (pour chaque matériau) pris en compte pour cette analyse. Nous pourrions ainsi comparer les influences liées à la variabilité du matériau, au choix de l'éprouvette (cylindrique ou prismatique) et au processus de séchage retenu. Il est à noter que pour chaque essai, l'ensemble des 4 matériaux (C05, C08, M05 et M08) sont testés.

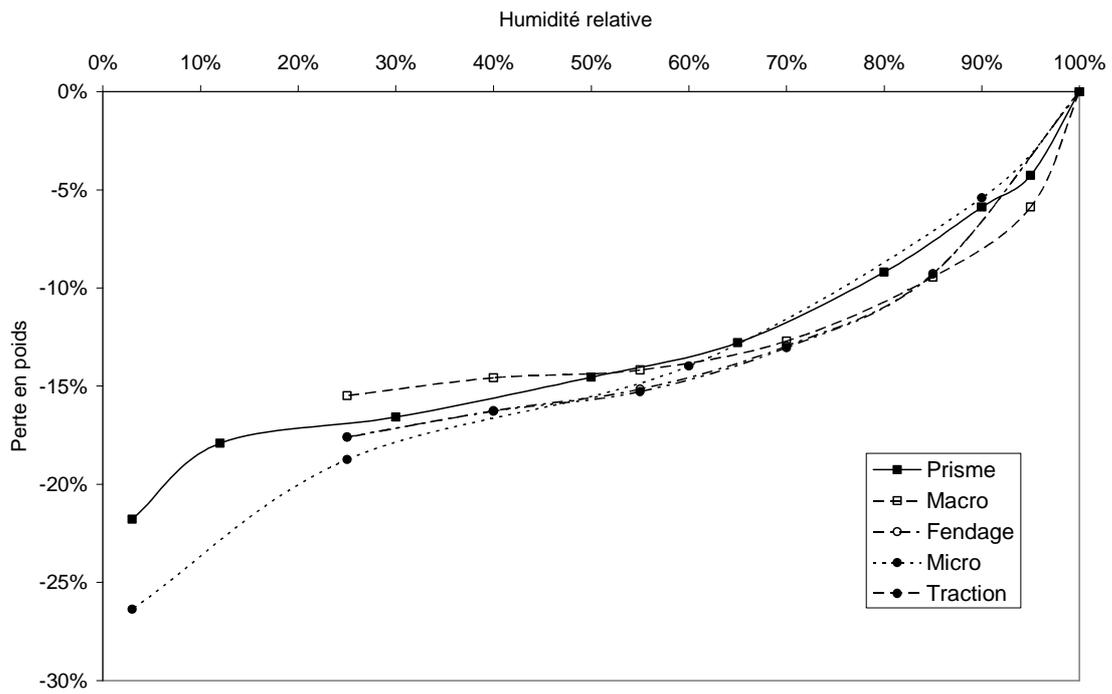
Tableau 4. 11 - Récapitulatif des essais réalisés où un processus de désaturation par paliers est mis en oeuvre

Essai (nom sur le Fig. 4. 32)	Gâchée	Eprouvette	Paliers d'HR	Durée totale de la désaturation	Nombre d'éprouvettes
Isothermes de désorption (prismes)	N°1	Prisme 20*20*160 mm	95 - 90 - 80 - 65 - 50 - 30 - 12 % - sec (90°C)	510 jours	2
Rôle d'une macrofissuration (Macro)	N°2	Prisme 20*20*160 mm	95 - 85 - 70 - 55 - 40 - 25 %	528 jours	6
Rôle d'une microfissuration (Micro)	N°3	Cylindre 36*72 mm	90 - 60 - 25 - sec (90°C)	167 jours	3
Fendage (Fendage)	N°4	Cylindre 36*30 mm	85 - 70 - 55 - 40 - 25 %	466 jours	6
Traction directe (Traction)	N°4	Cylindre 36*72 mm	85 - 70 - 55 - 40 - 25%	466 jours	6

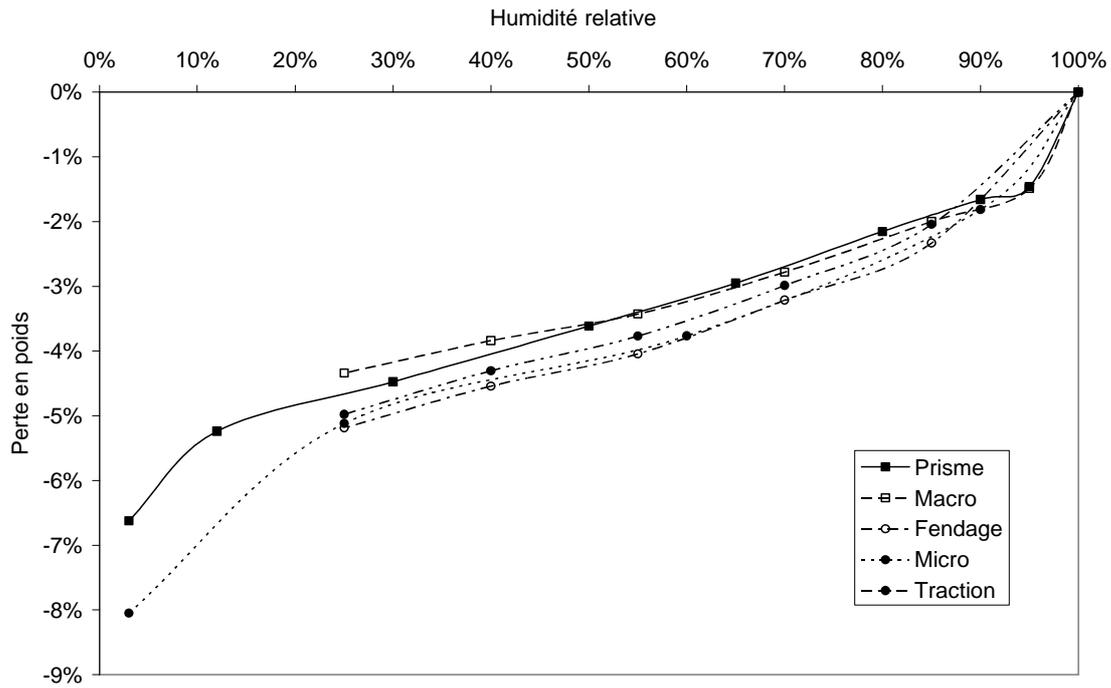
Les Fig. 4. 32 a, b, c et d fournissent la perte en poids en fonction de l'humidité relative pour l'ensemble de nos matériaux et éprouvettes testées. La présentation sous cette forme est celle qui rend les comparaisons plus aisées, car elle ne fait pas appel à la masse sèche des échantillons. Ainsi, même si l'état sec (par séchage à 90°C par exemple) n'est pas atteint pour certains tests, une étude demeure possible sans approximation sur la masse sèche. Le lecteur pourra éventuellement extrapoler les résultats manquants s'il souhaite obtenir une véritable isotherme de désorption, ou encore une courbe liant le degré de saturation en eau du matériau à l'humidité relative.



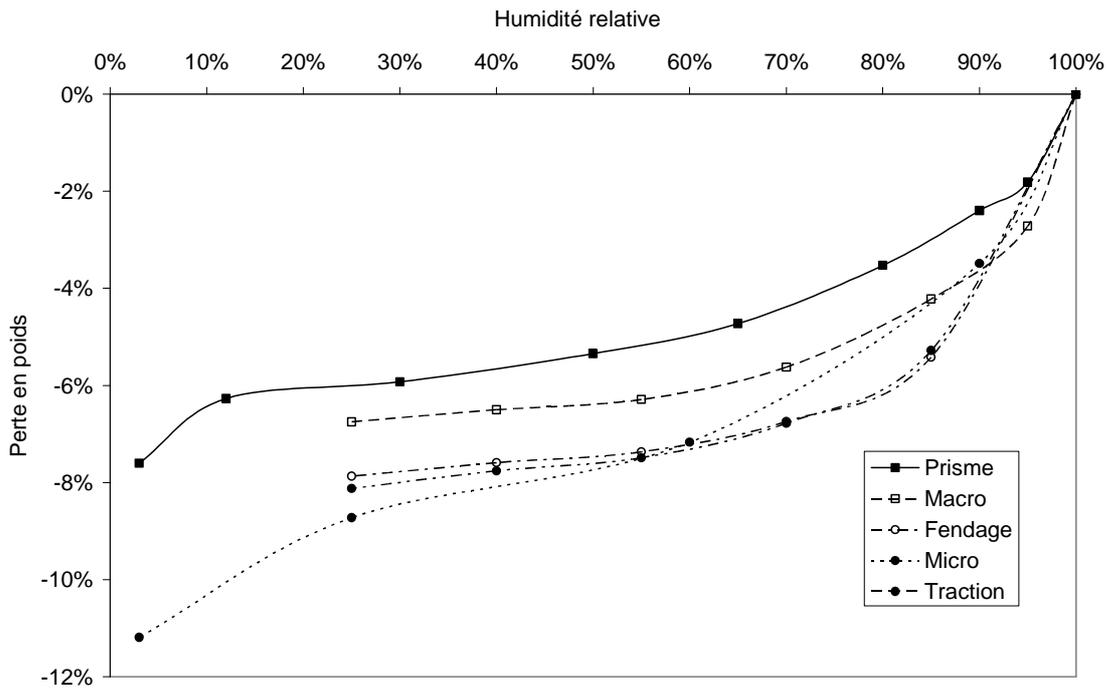
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 4. 32 a, b, c et d - Evolution de la perte en poids avec l'humidité relative imposée lors des différents essais de désaturation (Prisme : §2, Macro : §4.4.1, Micro : §4.4.2, Fendage : §4.5.1, Traction : §4.5.2) pour les C05 (a), C08 (b), M05 (c) et M08 (d). Chaque point est la moyenne du nombre d'éprouvettes définis dans le Tableau 4. 11.

Les formes générales des courbes, pour un matériau donné, sont similaires, témoignant du fait que la désorption de vapeur d'eau permet la détermination de valeurs caractéristiques du matériau, même si, en les étudiant plus attentivement, des différences apparaissent selon le protocole suivi.

La variabilité du matériau entre les différentes gâchées réalisées peut s'étudier en comparant les résultats sur un type donné d'éprouvette, en particulier les prismes 20*20*160 mm, qui ont suivi des paliers de désaturation très proches, pour une durée totale de séchage équivalente. Une carbonatation notamment aboutirait alors à des effets semblables. Pour les C05 et M05, les deux courbes sont pratiquement superposées. Les C08 et M08 mettent en évidence une plus grande différence, probablement liée à la plus grande difficulté à assurer la répétabilité de confection des matériaux à fort E/C, à cause des problèmes de ressuage, de ségrégation et de protection contre la dessiccation lors de la prise. La variabilité intrinsèque du matériau, pour une même gâchée, a déjà fait l'objet d'une étude au chapitre 2, et se révèle très faible.

L'influence de la longueur d'un échantillon est visible par la comparaison de ceux destinés au fendage et à la traction directe. Pour l'ensemble des matériaux, les courbes sont confondues. L'état d'équilibre à chacun des paliers étudiés est donc identique. La longueur de l'éprouvette ne modifie pas le comportement hydrique du matériau, la fissuration liée aux gradients hydriques restant équivalente pour les 2 types d'éprouvettes. En revanche, l'utilisation d'une éprouvette prismatique 20*20*160 mm ou cylindrique 36*30 mm engendre un changement dans l'évolution du perte en poids avec l'humidité. En effet, l'échantillon aux dimensions les plus grandes présente systématiquement, sur l'ensemble de la gamme d'HR testée, une teneur en eau plus faible. Cela apparaît clairement en comparant la courbe moyenne des prismes et celle des cylindres, avec une diminution systématique d'environ 10%. Cet effet peut être attribué à l'existence de gradients hydriques plus importants dans les éprouvettes de grandes dimensions, menant à des retraités différentiels entre la surface et le cœur de l'éprouvette et provoquant plus de fissuration. Cette dernière augmente alors la connectivité du réseau poreux et donc les pores accessibles, comme avancé au §4.4.2 pour les essais de couplage entre microfissuration d'origine thermique et modifications des courbes de désaturation.

Enfin, une dernière remarque peut être tirée concernant le choix des paliers de désaturation, et l'influence sur la mesure des isothermes de désorption. En choisissant uniquement 4 paliers (cas de l'étude de la microfissuration, avec 90, 60, 25 % d'HR et l'état sec), l'isotherme n'est pas profondément modifiée comparée à celle obtenue lors des essais de traction. La précision est cependant moins grande, du fait que le comportement exact, notamment entre 90 et 60% ne peut être qu'interpolé. En revanche, l'application de gradients hydriques plus importants (paliers moins ressérés) n'a pas d'effet clairement visible, la courbe étant proche de celles obtenues avec les échantillons destinés à la traction directe ou au fendage. L'augmentation des dimensions de l'éprouvette serait alors prépondérante dans l'apparition de la microfissuration, comparée à

L'augmentation des écarts entre chaque palier d'HR retenu. En deçà de 50% d'HR pour les matériaux à fort E/C (C08 et M08), une très légère tendance engendrant une augmentation de la perte en poids semble apparaître, et pourrait être liée à ces gradients hydriques plus élevés, même si une variabilité entre les gâchées ne peut être écartée.

4.7 - Conclusions

L'approche expérimentale à une échelle méso et macroscopique développée dans ce chapitre a eu pour but d'étudier les liens entre les sollicitations hydriques, essentiellement de séchage, et le comportement mécanique de matériaux cimentaires.

Une caractérisation de nos matériaux a été entreprise en premier lieu, afin de situer leur comportement mécanique et poromécanique par rapport à d'autres matériaux à matrice cimentaire, tels que des bétons, ou d'autres mortiers étudiés dans les laboratoires. Elle s'est attelée à déterminer les principales propriétés mécaniques que sont le module d'Young, le coefficient de Poisson, la courbe contrainte-déformation et la résistance au pic en compression uniaxiale. En conditions saturées, les mortiers, de par la présence de granulats siliceux, s'avèrent plus rigides que les pâtes de ciment. Le coefficient de Poisson se révèle peu différent entre nos différents matériaux, même s'il est légèrement plus grand pour des pâtes de ciment. Les valeurs obtenues sont en adéquation avec celles généralement mesurées sur des matériaux équivalents, à savoir un coefficient de Poisson de l'ordre de 0,20 à 0,25, et un module d'Young de 35000 MPa pour les mortiers M05 à l'état saturé.

Une détermination des propriétés poromécaniques des matériaux a ensuite été réalisée. Outre l'aspect caractérisation du comportement du squelette et de la matrice solide, selon les pressions de confinement et interstitielles appliquées, au travers des modules d'incompressibilité drainés et non drainés, du coefficient et module de Biot, des modifications de ces valeurs ont pu être observées entre des éprouvettes préconditionnées par un séchage rapide et des éprouvettes n'ayant subi aucune dessiccation préalable. Le module d'incompressibilité du squelette décroît avec le séchage, témoignant de l'effet d'un endommagement, tandis que celui d'incompressibilité de la matrice solide ne varie pas. La microfissuration induite par le conditionnement est donc principalement connectée, car affectant essentiellement les propriétés du squelette.

Cette caractérisation poromécanique a par ailleurs servi à l'établissement d'un modèle simple prédictif du retrait dans les matériaux cimentaires en fonction de l'humidité relative à laquelle ils sont soumis. Ce modèle est basé sur la variation de pression capillaire comme mécanisme principal du retrait, qui ne s'applique que dans les pores encore saturés. La confrontation de ce modèle à des mesures expérimentales de déformations sous séchage par faibles paliers d'humidité relative sur nos matériaux met en évidence sa validité à rendre compte qualitativement et quantitativement de ces évolutions pour

des HR supérieures à 50%. En outre, les retraits étudiés sont des caractéristiques propres du matériau, les effets de l'endommagement induit par les gradients hydriques étant limités par ce séchage « lent ».

L'impact d'une microfissuration diffuse et d'une macrofissuration localisée sur la désorption de vapeur d'eau et les cinétiques de séchage a également fait l'objet d'investigations, dans le but de déterminer dans quelles proportions elle peut affecter la durabilité d'une structure en béton. Les mesures expérimentales sur des éprouvettes macrofissurées en traction par flexion n'ont pas révélé de changements majeurs sur les propriétés de séchage du matériau. En revanche, la microfissuration générée par choc thermique induit des variations détectables. Une augmentation de la cinétique de séchage entre 100 et 25% d'humidité relative, ainsi qu'une connectivité accrue du réseau poreux aboutissant à l'accessibilité de certains pores masqués, par effet de « bouteille d'encre », ont été constatés pour l'ensemble des matériaux testés.

Enfin, la saturation du matériau joue un rôle sur la résistance en traction par fendage. Au cours du séchage, elle tend à augmenter la résistance des mortiers, et à diminuer celle des pâtes de ciment, principalement lorsque l'éprouvette passe d'un état de saturation à une humidité relative de 85%. La différence de comportement est attribuée à une morphologie différente de la fissuration induite dans ces deux types de matériaux, par la présence ou non des granulats, et à une propagation dissemblable au cours du chargement menant à la rupture. Des essais complémentaires en traction directe seront conduits ultérieurement pour confirmer ou infirmer ces résultats.

Conclusions générales et perspectives

L'objectif des travaux présentés dans ce mémoire de thèse consistait à étudier les couplages hydro-mécaniques et chimiques dans des mortiers et pâtes de ciment, avec une approche microscopique et macroscopique expérimentale. L'étude s'est concentrée principalement sur les liens entre sollicitations hydriques et chimiques par séchage et lixiviation, et le comportement mécanique au travers des propriétés élastiques et de l'endommagement du matériau.

Une détermination préalable des caractéristiques des matériaux étudiés a d'abord été réalisée. Des isothermes de désorption et une porosimétrie mercure ont été employées comme méthodes complémentaires pour l'étude de la structure du réseau poreux. L'augmentation du rapport E/C modifie essentiellement la dimension des pores de diamètre supérieur à 2 nanomètres, qui par interprétation via le modèle de (Jennings 2008) sont ceux résultant de l'arrangement des floculats de globules de CSH et des pores entre les gels d'hydrates. L'effet dilutif par une quantité supérieure d'eau introduite dans le mélange pour les grands ratios E/C en serait à l'origine. En revanche, les pores liés à l'arrangement des hydrates au sein des globules (taille de l'ordre de 1 nanomètre) n'y sont pas sensibles. La présence de granulats modifie très légèrement la porosité autour de 80 nm, probablement due à l'auréole de transition entre granulat et matrice cimentaire. D'autre part, une caractérisation mécanique au travers de compression simple et d'une étude poromécanique a été réalisée. La rigidification du matériau liée aux granulats et à la diminution du rapport E/C est clairement déterminée. Cependant, le module d'incompressibilité de la matrice solide est peu affecté par le changement de ce rapport. Deux hypothèses peuvent être émises pour expliquer ce résultat : soit l'existence de biais expérimentaux, tels qu'une saturation plus difficile du réseau poreux des matériaux à faible E/C, qui conduit à une sous-estimation de ce module, soit une absence effective de diminution de ce module lié à un gel d'hydrates (partie solide) identique pour les différents E/C testés, seul leur arrangement étant affecté (augmentation des interdistances, ...).

A partir de cette caractérisation des matériaux, l'influence d'une sollicitation hydro-chimique sur le comportement mécanique peut être investiguée. L'effet d'une lixiviation du matériau par décalcification accélérée au nitrate d'ammonium est observé au moyen d'imagerie tridimensionnelle par microtomographie par rayons X, avec un suivi dans le temps de l'évolution de la dégradation. Cette technique est alors une approche 4D complète, à une échelle microscopique (résolution d'environ 5 micromètres). Des fissurations induites par deux effets ont été mis en évidence. Le premier est un effet local lié à des déformations différentielles entre l'inclusion rigide et la matrice cimentaire subissant des retraits engendrés par la décalcification et le mode de conservation des

échantillons, aboutissant à des contraintes de traction orthoradiales en périphérie des granulats, et à de la fissuration. Le diamètre de ces inclusions joue un rôle majeur dans le type de fissuration observée. Pour les grands diamètres, la fissuration est très localisée et ouverte. Plus le diamètre diminue, plus la fissuration est fine et diffuse. Le second effet est quant à lui structurel et provient du retrait différentiel entre la matrice saine et celle lixiviée, et explique en partie la fissuration observée sur des pâtes de ciment pures.

Le séchage, et plus précisément de l'état de saturation du matériau, fait également l'objet de recherches sur son interaction avec le comportement mécanique, à une échelle macroscopique. Les essais poromécaniques mettent en avant la diminution du module d'incompressibilité du squelette avec un séchage rapide en étuve, alors que celui de la matrice solide n'est pas perturbé. Ceci traduit la création d'une fissuration connectée dans le matériau. Par ailleurs, les retraits engendrés par un séchage « lent », i.e. par faibles paliers d'humidité relative qui limitent l'endommagement du matériau, sont quantifiés en fonction du rapport E/C et de la présence ou non de granulats. Un modèle poromécanique prédictif est proposé, permettant d'estimer ces déformations de séchage de manière globalement correcte. L'influence de l'état de saturation sur la résistance à la traction est aussi déterminée. Une diminution de cette dernière avec le degré de saturation est constatée sur les pâtes de ciment, alors qu'elle augmente sur les mortiers. Le confinement de l'éprouvette par le séchage, ainsi que la présence de granulats tendent à accroître cette résistance. Toutefois, la microfissuration autour des granulats, liée aux déformations différentielles comme observé par microtomographie sur des éprouvettes en lixiviation, pourrait avoir un effet bénéfique en augmentant la surface de rupture en traction, et donc l'énergie de fissuration nécessaire, expliquant en partie la différence de comportement entre pâtes de ciment et mortiers avec la saturation. Les évolutions des propriétés élastiques en traction directe avec le séchage feront l'objet de travaux ultérieurs, seuls certains résultats préliminaires ayant pu être obtenus du fait des difficultés rencontrées pour la mise en œuvre de cet essai.

Réciproquement, l'influence des propriétés mécaniques, et en particulier d'une fissuration, sur le comportement hydrique (et chimique) des matériaux cimentaires est étudiée. Des essais de lixiviation sur des éprouvettes endommagées localement, ainsi que par séchage rapide préalable, ont montré l'importance de la fissuration sur les cinétiques de dégradation, en les accélérant considérablement. La microfissuration par séchage préalable se révèle être une voie préférentielle de dégradation, et augmente la profondeur du front de lixiviation de 1,2 mm sur une éprouvette saine à 2 mm sur l'éprouvette préfissurée. Ce même type de comportement est détecté à l'échelle macroscopique sur les cinétiques de séchage d'éprouvettes pré-endommagées par choc thermique, qui s'accompagne en outre d'un accroissement de la connectivité du réseau poreux. Cependant, une fissuration macroscopique localisée présente une influence nettement moindre sur ces cinétiques, et sur les isothermes de désorption.

Les perspectives aux travaux présentés dans ce mémoire sont multiples, les techniques expérimentales mises en oeuvre étant pour certaines, nouvellement appliquées dans le domaine du génie civil, et pouvant être perfectionnées ou voir leur champ d'application élargi. Seules trois principales sont abordées ici.

La première repose sur l'analyse des matériaux cimentaires par le biais de la microtomographie. Cette approche originale nécessite tout d'abord une amélioration de l'analyse des données récoltées. Un développement d'algorithmes d'analyse d'images plus performants et adaptés à nos matériaux cimentaires est incontournable. Ainsi, une automatisation du recalage des images et des procédés de segmentation et squelettisation devraient permettre une quantification exacte des évolutions de la porosité et de sa connectivité avec la lixiviation, et servir de base de données pour des modélisations ultérieures. Cette approche microtomographique pourrait aussi être utilisée pour déterminer les effets d'un séchage « lent » sur la microfissuration, et valider les mécanismes physiques émis dans l'exploitation de nos résultats sur notamment l'effet de la fissuration sur les isothermes de désorption. D'autre part, une utilisation de cette technique pour « visualiser » et quantifier les transferts hydriques lors d'un séchage est une piste à explorer, en complément des recherches menées par résonance magnétique nucléaire. En effet, en utilisant une résolution fine, plus proche de la taille de la porosité « capillaire » et un traceur de l'eau interstitielle détectable aisément par microtomographie (contraste élevé par rapport à la matrice cimentaire), une détermination des mouvements de fluide à une échelle micro, voire nanoscopique, ainsi qu'une quantification des retraits de dessiccation plus proche de l'échelle où les mécanismes physiques s'appliquent, serait possible. Néanmoins, l'obtention d'une résolution suffisante, de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres, est encore en voie de développement.

La deuxième perspective retenue tient à l'amélioration du modèle poromécanique prédictif des retraits en fonction de la saturation du matériau. Une divergence aux plus faibles humidités relatives a été constatée, et est en lien avec la considération que seules des pressions capillaires entrent en compte pour le calcul des déformations de séchage. L'introduction des concepts de variations d'énergies superficielles, ainsi que la prise en compte des phénomènes physiques non pris en compte, tels que fluage et endommagement, pourrait améliorer la précision de la prédiction. Les apports de la microtomographie sur des éprouvettes en cours de désaturation pourraient également fournir des indications supplémentaires sur les mécanismes physiques invoqués dans ce processus. En outre, une validation expérimentale de l'interpolation linéaire de la variation du module d'incompressibilité de la matrice solide avec la saturation entre celui à l'état saturé et celui à l'état sec se doit également d'être réalisée.

Enfin, le dernier point évoqué est la réalisation effective des essais de traction. Elle aboutira à une meilleure compréhension du comportement des matériaux cimentaires en lien avec le séchage, et

fournira des données expérimentales lacunaires dans ce domaine pour l'amélioration de lois de comportement hydro-mécaniques en traction. De plus, l'interprétation de l'évolution de la résistance par fendage avec la saturation en sera probablement facilitée. En effet, l'état de contraintes dans le matériau est purement de la traction en traction directe, alors que de la compression parasite et l'imposition d'un trajet préférentiel pour la fissuration sont engendrées par ce fendage.

Bibliographie

A

F. Agostini, Z. Lafhaj, F. Skoczylas, H. Loodsveldt, Experimental study of accelerated leaching on hollow cylinders of mortar, *Cement and Concrete Research* 37 (2007) p. 71-78

P.C. Aïtcin, *Bétons - Haute performance*, éd. Eyrolles, Paris (2001)

A.J. Allen, R.A. Livingston, Relationship between differences in silica fume additives and fine-scale microstructural evolution in cement based materials, *Adv. Cem. Based Mat.* Vol. 8 (3) (1998), p. 118-131

D.J. Anstice, C.L. Page, M.M. Page, The pore solution phase of carbonated cement pastes, *Cement and Concrete Research*, vol. 35 (2) (2005), p. 377-383

F.M. Auzeais, J. Dunsmuir, B.B. Ferreol, N. Martys, J. Olson, T.S. Ramakrishnan, D.H. Rothman, L.M. Schwartz, Transport in sandstone: A study based on three dimensional microtomography, *Geophysical Research Letters* 23 (1996) p. 705-708

B

L. Babout, E. Maire, J.Y. Buffière, R. Fougères, Characterization by X-ray computed tomography of decohesion, porosity growth and coalescence in model metal matrix composites, *Acta Materiala* 49 (2001) p. 2055-2063

L. Babout, E. Maire, R. Fougères, Damage initiation in model metallic materials: X-ray microtomography and modelling, *Acta Materiala* 52 (2004), p. 2475-2487

Y. Bai, F. Darcy, P.A.M. Basheer, Strength and drying shrinkage properties of concrete containing furnace bottom ash as fine aggregate, *Construction and Building materials*. 19 (2005) p. 691-697

F. Bangert, S. Grasberger, D. Kuhl, G. Meschke, Environmentally induced deterioration of concrete: physical motivation and numerical modelling, *Engineering Fracture Mechanics* 70 (2003) p. 891-910

V. Baroghel-Bouny, *Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances*, Thèse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées (1994)

V. Baroghel-Bouny, M. Mainguy, T. Lassabatere, O. Coussy, Characterization and identification of equilibrium and transfer moisture properties for ordinary and high-performance cementitious materials, *Cem. Con. Res.* 29 (1999) p. 1225-1238

- V. Baroghel-Bouny, Water vapour sorption experiments on hardened cementitious materials. Part I: Essential tool for analysis of hygral behaviour and its relation to pore structure, *Cem. Con. Res.* 37 (2007), pp. 414–437.
- E.P. Barrett, L.G. Joyner, P.P. Halenda, The determination of pore volume and area distributions in porous substances. I- Computations from nitrogen isotherms, *J. Amer. Chem. Soc.*, vol. 73, 1951, p. 373-380
- B. Bary, G. Ranc, S. Durand, O. Carpentier, A coupled thermo-hydro-mechanical-damage model for concrete subjected to moderate temperatures, *Int. J. of Mass and Heat. Transfer* 51 (2008) p. 2847-2862
- C. Le Bellégo, B. Gérard, G. Pijaudier-Cabot, Chemo-mechanical effects in mortar beams subjected to water hydrolysis, *ASCE J. of Engineering Mechanics* 126 (2000) p. 266-272
- C. Le Bellégo, G. Pijaudier-Cabot, B. Gérard, J.F. Dubé, L. Molez, Coupled Mechanical and Chemical Damage in Calcium Leached Cementitious Structures, *ASCE J. Engrg. Mech.* 129 (2003) p. 333-341
- D.P. Bentz, O.M. Jensen, Mitigation strategies for autogenous shrinkage cracking, *Cem. Con. Comp.* 26 (2004) p. 677-685
- D. Bernard, G.L. Vignolles, J.M. Heintz, Synchrotron X-ray micro-tomography: a tool for porous materials evolution modelling. In: J. Baruchel, J.Y. Buffière, E. Maire, P. Merle and G. Peix, Editors, *X-ray Tomography in Materials Science*, Hermès Science, Paris (1999) p. 177–192.
- D. Bernard, D. Gendron, J.M. Heintz, B. Bordère, J. Etourneau, First direct 3D visualisation of microstructural evolutions during sintering through X-ray computed microtomography, *Acta Materialia* 53 (2005) p. 121-128
- F. Benboudjema, Modélisation des déformations différées du béton sous sollicitations biaxiales. Application aux enceintes de confinement des bâtiments réacteurs des centrales nucléaires, Thèse de Doctorat, Université de Marne la Vallée (2002)
- D. Bentz, E. Garboczi, Modelling the leaching of calcium hydroxide from cement paste: effects on pore space percolation and diffusivity, *Materials and Structures* 25 (1992) p. 523-533
- J.P. Bigas, J.P. Ollivier, Fissuration et transferts dans les mortiers, *Durabilité des géomatériaux GEO*, Poitiers (1999) p. 82-91
- M.A. Biot, General theory of the three dimensional consolidation, *J. Appl. Phys.* 12 (1941) p. 155-164
- M.A. Biot, Theory of elasticity and consolidation for a porous anisotropic solid, *J. Appl. Phys.* 26 (1955) p. 182-185

- M.A. Biot, Non linear and semilinear rheology of porous solids, *J. Geophys. Res.* 78 (1973) p. 4924-4937
- J. Bisschop, J.G.M. van Mier, Effect of aggregates on drying shrinkage microcracking in cement-based composites, *Materials and Structures* 35 (2002) p. 453-461
- B. Bissonnette, P. Pierre, M. Pigeon, Influence of key parameters on drying shrinkage of cementitious materials, *Cem. Con. Res.* 29 (1999) p. 1655-1662
- A. Boumiz, C. Vernet, F. Cohen Tenoudji, Mechanical properties of cement pastes and mortars at early ages : evolution with time and degree of hydration, *Advanced Cement Based Materials* 3 (1996) p. 94-106.
- F. Bourgeois, J.F. Shao, O. Ozanam, An elastoplastic model for unsaturated rocks and concrete, *Mechanics Research Communications* 29 (2002) p. 383-390
- B. Bridge, N.D. Patel, D.N. Waters, On the Elastic Constants and Structure of the Pure Inorganic Oxide Glasses, *Physical Status Solidi A* 77 (1983) p. 655
- J.J. Brooks, A.M. Neville, A comparison of creep, elasticity and strength of concrete in tension and compression, *Mag. of Con. Res.* 29 (1977) p. 131-141
- A.R. Brough, C.M. Dobson, I.G. Richardson and G.W. Groves, Application of selective ²⁹Si isotopic enrichment to studies of the structure of calcium silicate hydrate (C-S-H) gels. *J Am Ceram Soc* 77 (1994), p. 593–596
- H.J.H. Brouwers, The work of Powers and Brownyard revisited: Part 1 Cement and Concrete Research, vol. 34 (9) (2004) p. 1697-1716
- J.Y. Buffière, E. Maire, P. Cloetens, G. Lormand, R. Fougères, Characterization of internal damage in a MMCp using X-ray synchrotron phase contrast microtomography, *Acta. Met.* 47 (1999) p. 1613-1625
- N. Burlion, *Compaction des bétons : éléments de modélisation et caractérisation expérimentale*, Thèse de Doctorat de l'ENS de Cachan, Cachan, France (1997)
- N. Burlion, F. Bourgeois, J.F. Shao, Effect of desiccation on mechanical behaviour of concrete, *Cement and Concrete Composites* 27 (2005) p. 367-379.
- N. Burlion, D. Bernard, D. Chen, X-ray microtomography: application to microstructure analysis of a cementitious material during leaching process, *Cement and Concrete Research* 36 (2006) p. 346 – 357
- N. Burlion, F. Skoczylas, T. Dubois, Induced anisotropic permeability due to drying of concrete, *Cem. Con. Res.* 33 (2003) p. 679-687

W.S Butcher, The effect of air drying before test : 28-day strength of concrete, *Constructional Review*, Sydney (1958) p. 31-32

C

F. Camborde, C. Mariotti, F.V. Donzé, Numerical study of rock and concrete behaviour by discrete element modelling, *Computers and Geotechnics* 27 (2000) p. 225-247

C. Carde, R. François, J.M. Torrenti, Leaching of both calcium hydroxide and C-S-H from cement paste: modelling the mechanical, *Cem. Con. Res.* (1996) p. 1257-1268

C. Carde, Caractérisation et modélisation de l'altération des propriétés mécaniques due à la lixiviation des matériaux cimentaires, Thèse de Doctorat de l'INSA de Toulouse, France (1996)

C. Carde, R. François, Effect of ITZ leaching on durability of cement based materials, *Cem. Con. Res.* 27 (1997) p. 971-978

C. Carde, G. Escadeillas, R. Francois, Use of ammonium nitrate solution to simulate and accelerate the leaching of cement paste due to deionized water, *Mag. Concrete Research* 49 (1997) p. 295-301

C. Carde, R. Francois, Modeling the loss of strength and porosity increase due to leaching of cement paste, *Cem. Con. Res.* 21 (1999) p. 181-188

J.J. Chen, J.J. Thomas, H.M. Jennings, Decalcification shrinkage of cement paste, *Cem. Con. Res.* 36 (2006) p. 801-809

X. Chen, C.A. Davy, F. Skoczylas, J.F. Shao, Effect of heat-treatment and hydrostatic loading upon the poro-elastic properties of a mortar, accepté pour publication par *Cem. Con. Res.* (2008)

H. Colina, S. Roux, Experimental model of cracking induced drying shrinkage, *Eur. Phys. J. E* 1 (2000) p. 189-194

X. Cong and J.R. Kirkpatrick, O MAS NMR investigation of the structure of calcium silicate hydrate gel. *J Am Ceram Soc* 79 (1996a), pp. 1585–1592

X. Cong and R.J. Kirkpatrick, ²⁹Si and ¹⁷O NMR investigation of the structure of some crystalline calcium silicate hydrates. *Advn Cem Bas Mat* 3 (1996b), pp. 133–143

O. Coussy, *Mécanique des milieux poreux*, Ed. Technip, Paris (1991)

O. Coussy, *Mechanics of Porous Continua*, John Wiley & Sons, UK (1995)

O. Coussy, *Poromechanics*, John Wiley & Sons, UK (2004)

D

P. Dantec, G. Terme, Séchage et comportement différé du béton : influence de la cinétique de desiccation sur le comportement des bétons, Rapport du LCPC n°1.41.02.5 (1996)

S. Diamond, Review: mercury porosimetry. An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials, *Cem. Con. Res.* 30 (2000), pp. 1517–1525

R. Duval, La durabilité des armatures et du béton d'enrobage, dans *La durabilité des bétons*, édité par Baron et Ollivier, Presses de l'Ecole Nationale de Ponts et Chaussées (1992) pp. 173-226

E

H. Elaqla, N. Godin, G. Peix, M. R'Mili, G. Fantozzi, Damage evolution analysis in mortar, during compressive loading using acoustic emission and X-ray microtomography : Effects of the sand/cement ratio, *Cem. Con. Res.* 37 (2007) p. 703-713

R.M. Espinosa, L. Franke, Inkbottle Pore Method: Prediction of hygroscopic water content in hardened cement paste at variable climatic conditions, *Cem. Con. Res.* 36 (2006) p. 1954-1968

F

P. Faucon, B. Gerard, J.F. Jacquinet, J. Marchand, Water attack of a cement paste : towards an improved accelerated test ?, *Advanced Cement Research* 10 (1998) p. 67-73

R.F. Feldman, E.G. Swenson, Volume change on first drying of hydrated Portland cement with and without admixtures. *Cem. Con. Res.* 5 (1975) p. 25-35

R.F. Feldman and P. Sereda, A new model for hydrated Portland cement and its practical implications. *Eng J Can* 53 8–9 (1970), pp. 53–59. H.M. Jennings, A model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste, *Cem. Con. Res.* 30 (2000), p. 101–116

G. Frantziskonis, C.S. Desai, Constitutive model with strain softening, *International Journal of Solids and Structures* 23 (1987) p. 733-750.

G

E. Gallucci, K. Scrivener, A. Groso, M. Stampanoni, G. Margaritondo, 3D experimental investigation of the microstructure of cement pastes using synchrotron X-ray microtomography, *Cem. Con. Res.* 37 (2007) p. 360-368.

L. Granger, Comportement différé du béton dans les enceintes nucléaires : analyse et modélisation, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées (1995)

B. Gérard, Contribution des couplages mécanique – chimie – transfert dans la tenue à long terme des ouvrages de stockage de déchets radioactifs, Thèse de doctorat de l'ENS de Cachan et de l'Université de Laval, Cachan, France (1996)

V.S. Gopalaratnam, S.P. Shah, Softening response of plain concrete in direct tension, *ACI J* 82 (1985) p. 310-323

H

C.J. Haecker, E.J. Garboczi, J.W. Bullard, R.B. Bohn, Z. Sun, S.P. Shah, T. Voigt, Modeling the linear elastic properties of Portland cement paste, *Cem. Con. Res.* 35 (2005) p. 1948-1960

K. Hagua, M. Shibataa, M. Hironagab, S. Tanakac, S. Nagasaki, Change in pore structure and composition of hardened cement paste during the process of dissolution, *Cement and Concrete Research* 35 (2005) p.943-950.

T.C. Hansen, Physical structure of hardened cement paste, a classical approach, *Mat. Struct.* 19 (1986), p. 423–436

J.A. Hanson, Effects of curing and drying environments on splitting tensile strength of concrete, *ACI Journal* 65 (1968) p. 535-543

Z. Hashin, P.J.M. Monteiro, An inverse method to determine the elastic properties of the interphase between the aggregate and the cement paste, *Cem. Con. Res.* 32 (2002) p. 1291–1300

N. Hearn, Effect of shrinkage and load-induced cracking on water permeability of concrete, *ACI Materials J.* 96 (1999) p. 234-241

F.H. Heukamp, F.J. Ulm, J.T. Germaine, Mechanical properties of calcium-leached cement pastes – Triaxial stress states and the influence of the pore pressures, *Cem. Con. Res.* 31 (2001) p. 767-774

F.H. Heukamp, F.J. Ulm, J.T. Germaine, Poroplastic properties of calcium-leached cement-based materials, *Cem. Con. Res.* 33 (2003) p. 1155-1173

D.A. Hordijk, Local approach to fatigue of concrete, Thèse de l'Université de Technologie de Delft - Pays-Bas (1991)

J. Hu, P. Stroeven, X-ray absorption study of drying cement paste and mortar, *Cement and Concrete Research* 33 (2003) p. 397-403

C. Hua, P. Acker, A. Ehrlacher, Analyses and models of the autogenous shrinkage of hardening cement paste - I. Modelling at macroscopic scale, *Cem. Con. Res.* 25 (1995) p. 1457-1468

J

H.M. Jennings, B.J. Dalgleish and P.L. Pratt, Morphological development of hydrating tricalcium silicate as examined by electron microscope techniques. *J Am Ceram Soc* 64 (1981), pp. 567–572

H.M. Jennings, Refinements to colloid model of C–S–H in cement: CM-II, *Cem. Con. Res.* 38 (3) (2008), pp. 275–289

H.M. Jennings, J.J. Thomas, J.S. Gerenov, G. Constantinides, F.-J. Ulm, A multi-technique investigation of the nanoporosity of cement paste, *Cem. Con. Res.* Vol. 37 (3) (2006), p. 329-336

O.M. Jensen and P.F. Hansen, Water entrained cement-based materials I. Principles and theoretical background, *Cem. Con. Res.* 31 (2001), pp. 647–654

K

V. Kanna, R.A. Olson, H.M. Jennings, Effect of shrinkage and moisture content on the physical characteristics of blended cement mortars, *Cem.Con. Res.* 18 (1998) p. 1467-1477

A. Khelidj, A. Loukili, G. Bastian, Etude expérimentale du couplage hydro-chimique dans les bétons en cours de maturation : incidence sur les retraits, *Materials and Structures* 31 (1998) p. 588-594

K. Kovler, S. Zhutovsky, Overview and future trends of shrinkage research, *Materials and Structures* 39 (2006) p. 827-847

L

E.N. Landis, E.N. Nagy, Three-dimensional work of fracture for mortar in compression, *Eng. Frac. Mech.* 65 (2000) p. 223-234

- E.N. Landis, E.N. Nagy, D.T. Keane, Microstructure and fracture in three dimensions, *Eng. Frac. Mech.* 70 (2003) p. 911-925
- E.N. Landis, T. Zhang, E.N. Nagy, G. Nagy, W.R. Franklin, Cracking, damage and fracture in four dimensions, *Materials and Structures* 40 (2006) p. 357-364
- C.C. Lim, N. Gowripalan, V. Sirivivatnanon, Microcracking and chloride permeability of concrete under uniaxial compression, *Cem. Con. Comp.* 22 (2000) p. 353-360
- K. Linnow, M. Steiger, Determination of equilibrium humidities using temperature and humidity controlled X-ray diffraction (RH-XRD), *Analytica Chimica Acta*, vol. 583 (1) (2006), p. 197-201
- M. Lion, F. Skoczylas, B. Ledésert, Determination of the main hydraulic and poro-elastic properties of a limestone from Bourgogne (France), *Int. J. of Rock Mech. And Min. Sci.* 41 (2004) p. 915-925
- H. Loosveldt, Z. Lafhaj, F. Skoczylas, Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar, *Cem. Con. Res.* 32 (2002) p. 1357-1363
- P. Lu, Q. Li, Y. Song, Damage constitutive of concrete under uniaxial alternate tension–compression fatigue loading based on double bounding surfaces, *Int. J. of Solids and Structures* 41 (2004) p. 3151-3166
- S. Lu, E.N. Landis, D.T. Keane, X-ray microtomographic studies of pore structure and permeability in Portland cement concrete, *Materials and Structures* 39 (2006) p. 611-620
- M.P. Lutz, P.J.M. Monteiro, R.W. Zimmerman, Inhomogeneous interfacial transition zone model for the bulk modulus of mortar, *Cem. Con. Res.* 27 (1997) p. 1113-1122

M

- E. Maire, L. Salvo, P. Cloetens, M. Di Michiel, Tomographie à rayons X appliquée à l'étude des matériaux, *Techniques de l'ingénieur*, volume IN 20 (2004) p. 1-10.
- J.G.M. van Mier, E. Schlangen, On the stability of softening systems, dans S.P. Shah, S.E. Swartz, B. Barrs, editors. *Fracture of concrete and rock recent developments*, Elsevier Applied Science, London/New York (1989) p. 387-396
- J.G.M. van Mier, M.R.A. van Vliet, Uniaxial tension test for the determination of fracture parameters of concrete : state of the art, *Eng. Fracture. Mech.* 69 (2002) p. 235-247

J.G.M. van Mier, A. Vervuurt, Micromechanical analysis and experimental verification of boundary rotation effects in uniaxial tension tests, dans G. Baker, B.L. Karihallo, editors. Fracture of brittle disordered materials : concrete, rock, ceramics. London/New York : E1FN Spon (1995) P. 406-420

G.W.A Milne, Garder's chemical synonyms and trade names, 11ème édition, John Wiley & Sons, 2004

N

F. Natterer, Numerical methods in tomography, Acta Num. 8 (1999) p. 107-141

A.M. Neville, Properties of Concrete. (4th ed.), Prentice Hall/Pearson, Harlow, UK (2000).A.V. Saetta, J.P. Ollivier, J.C. Maso, B. Bourdette, Interfacial transition zone in concrete, Adv. Cem. Based Mat., vol. 2 (1) (1995), p. 30-38

A.M. Neville, Propriétés des bétons, éd. Eyrolles, Paris (2000)

V.H. Nguyen, H. Colina, J.M. Torrenti, C. Boulay, B. Nedjar, Chemo-mechanical coupling behaviour of leached concrete. Part I: Experimental results, Nuclear Engineering and Design 237 (2007a) p. 2083-2089

V.H. Nguyen, B. Nedjar, J.M. Torrenti, Chemo-mechanical coupling behaviour of leached concrete. Part II: Modelling, Nuclear Engineering and Design 237 (2007b) p. 2090-2097

O

R.A. Olson, C.M. Neubauer, H.M. Jennings, Damage to pore structure of hardened portland cement paste by mercury intrusion, J. Am. Ceram. Soc. 80 (1997) p. 2454-2458

T. Okajima, T. Ishikawa, K. Ichise, Moisture effect on the mechanical properties of cement mortar, Transactions of the Japan Concrete Institute 2 (1980) p. 125-132

P

R.H Peerlings, R. De Borst, W.A.M. Brekelmans, J.H.P. De Vree, Computational modelling of gradient enhanced damage for fracture and fatigue problems, Computational Plasticity - Fundamentals and applications, D.R.J. Owen et al. Eds., Pineridge press Pubs. 1 (1995), p. 975-986

V. Picandet, A. Khelidj, G. Bastian, Effect of axial compressive damage on gas permeability of ordinary and high-performance concrete, *Cem. Con. Res.* 31 (2001) p. 1525-1532

S.E. Pihlajavaara, A review of some of the main results of a research on the ageing phenomena of concrete, effect of moisture conditions on strength, shrinkage and creep of mature concrete, *Cem. Con. Res.* 4 (1974) p. 761-771

S.E. Pihlajavaara, Some results of the effect of carbonation on the porosity and pore size distribution of cement paste, *ACI Mater. Struct.* 1 (1968), p. 521–526

G. Pijaudier-Cabot, L. Bodé, Localisation in non local continuum, *Mechanics Res. Com.* 19 (1992) p. 145-153

S. Popovics, Effect of curing method and moisture condition on compressive strength of concrete, *ACI Journal* 83 (1986) p. 650-657

T.C. Powers et T.L. Brownyard, Studies of the physical properties of hardened Portland cement paste, *Bull. 22, Res. Lab. of Portland Cement Association, Skokie, IL, U.S.A.*, reprinted from *J. Am. Concr. Inst. (Proc.)*, vol. 43 (1947).

T.C. Powers, Mechanism of shrinkage and reversible creep of hardened cement paste, *Proceedings of conference on structure of concrete and its behaviour under load, Cement and Concrete Association, Londres (1968)*, p. 319-344

R

T. Rougelot, N. Burlion, D. Bernard, F. Skoczylas, About microcracking due to leaching in cementitious composites: X-ray microtomography and numerical approach, submitted to *International Journal of Solid Structures* (2008)

S

C. de Sa, F. Benboudjema, M. Thiery, J. Sicard, Analysis of microcracking induced by differential drying shrinkage, *Cem. Con. Comp.*, In Press (2008)

M. Saito, H. Ishimori, Chloride permeability of concrete under static and repeated compressive loading, *Cem. Con. Res.* 25 (1995) p. 803-808

H.R. Samaha, K.C. Hover, Influence of microcracking on the mass transport properties of concrete, *ACI Materials J.* 89 (1992) p. 416-424

- M. Sayehi, Etude expérimentale de l'endommagement du grès de Fontainebleau, Thèse de Doctorat de l'Université des Sciences et Technologies de Lille (1992)
- E. Schlangen, E.A.B. Koenders, K. van Breugel, Influence of internal dilation on the fracture behaviour of multi-phase materials, *Engineering Fracture Mechanics* 74 (2007) p. 18-33
- U. Schneider, S.W. Chen, The chemomechanical effect and the mechanochemical effect on high-performance concrete subjected to stress corrosion, *Cem. Con. Res.* 28 (1998) p. 509–522
- B.A. Schrefler and R.V. Vitaliani, 2-D model for carbonation and moisture /heat flow in porous materials. *Cem. Con. Res.* 25 (1995), p. 1703–1712
- T. Shiotani, J. Bisschop, J.G.M. van Mier, Temporal and spatial development of drying shrinkage cracking in cement-based materials, *Engineering Fracture Mechanics* 70 (2003) p. 1509-1525.
- K.S.W. Sing, D.H. Everett, R.A.W. Haul, L. Moscou, R.A. Pierotti, J. Rouquerol, T. Siemieniowska (I.U.P.A.C), Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. *Pure and Applied Chemistry* 57 (1985) p. 603-619
- F. Skoczylas, N. Burlion, I. Yurtdas, About drying effects and poromechanical behaviour of mortars, *Cem. Con. Comp.* 29 (2007) p. 383-390
- P.A. Slegers and P.G. Rouxhet, Carbonation of the hydration products of tricalcium silicate, *Cem. Concr. Res.* 6 (1976), p. 381–388
- V. Slowik, V.E. Saouma, A. Thompson, Large scale direct tension test of concrete, *Cem. Con. Res.* 26 (1996) p. 949-954
- S.R. Stock, N.K. Naik, A.P. Wilkinson, K.E. Kurtis, X-ray microtomography (microCT) of the progression of sulphate attack of cement paste, *Cem. Con. Res.* 32 (2002) p. 1673-1675
- S. Swaddiwudhipong, H.R. Lu, T.H. Wee, Direct tension and tensile strain capacity of concrete at early age, *Cem. Con. Res.* 33 (2007) p. 2077-2084

T

- H.F.W. Taylor, Proposed structure for calcium silicate hydrate gel, *J Am Ceram Soc* 69 6 (1986), pp. 464–467
- H.F.W. Taylor, *Cement Chemistry*. (2nd ed.), Thomas Telford, London, UK (1997).
- E. Tazawa, S. Miyazawa and T. Kasai, Chemical shrinkage and autogeneous shrinkage of hydrating cement paste. *Cem. Con. Res.* 25 (1995), p. 288–292

J.M. Torrenti, Comportement multiaxial du béton : aspects expérimentaux et modélisation, Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris (1987)

J.M. Torrenti, P. Dantec, C. Boulay, J.F. Semblat, Projet de processus d'essai pour la détermination du module de déformation longitudinale du béton, Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées 220, réf 4263 (1999) p. 79-81

H. Toutanji, P.R. Matthewson, M. Effinger, A. Noumowe, Zero-eccentricity direct-tension testing of thermally damaged cement-based materials, Cem. Con. Res. 33 (2003) p. 1507-1513

F. Toutlemonde, Résistance aux chocs des structures en béton, Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris (1995)

P. Trtik, P. Stähli, E.N. Landis, M. Stampanoni, J.G.M. van Mier, Microtensile testing and 3D imaging of hydrated Portland cement, FRAMCOS-6, Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures, Eds. by A. Carpinteri, P. Gambarova, G. Ferro, G. Plizzari, Taylor & Francis Group, London, UK, (2007) p. 1807-1814

U

F.J. Ulm, J.M. Torrenti, F. Adenot, Chemoporoplasticity of calcium leaching in concrete, J. Eng. Mech.-ASCE 162 (1999) p. 1200-1211

V

M.T. Van Genuchten, A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils, Soil Sci. Soc. Am. J. 44 (1980) p. 892-898

G. Villain, M. Thiery and G. Platret, Measurement methods of carbonation profiles in concrete: thermogravimetry, chemical analysis and gamma densimetry, Cement and Concrete Research 37 (2007), p. 1182-1192

J.H.M. Visser, Extensile hydraulic fracturing of saturated porous materials, Thèse de Doctorat de l'Univerité de Delft, Pays-Bas (1998)

R. Vocka, C. Gallé, M. Dubois, P. Lovera, Mercury intrusion porosimetry and hierarchical structure of cement pastes. Theory and experiments, Cem. Con. Res. vol. 30 (2000) p. 521-527

W

S. Walker, D.L. Bloem, Effects of curing and moisture distribution on measured strength of concrete, Proc. Highw. Res. Bd. 63 (1957) p. 334-346

K. Wang, D.C. Jansen, S.P. Shah, Permeability study of cracked concrete, Cem. Con. Res. 27 (1997) p. 381-393

F.H. Wittmann, The structure of hardened cement paste—A basis for a better understanding of the materials properties, in: Hydraulic Cement Pastes: Their Structure and Properties. Cement and Concrete Association, Slough, United Kingdom, 1976, pp. 96–117

F.H. Wittmann, Surface tension, shrinkage and strength of hardened cement paste, Materials and Structures 1 (1968) p. 547-552

Y

C.C. Yang, Effect of the transition zone on the elastic moduli of mortar, Cem. Con. Res. 28 (1998) p. 727–736

I. Yurtdas, Couplage comportement mécanique et desiccation des matériaux à matrice cimentaire : etude expérimentale sur mortiers, Thèse de l'Université des Sciences et Technologies de Lille, Lille (2003)

I. Yurtdas, N. Burlion, F. Skoczylas, Triaxial mechanical behaviour of mortar: effects of drying, Cem. Con. Res. 34 (2004) p.1131-1143

Z

W. Zheng, A.K.H. Kwan, P.K.K. Lee, Direct tension test of concrete, ACI Mat. J. 98 (2001) p. 63-71

Annexes

Annexe 1

Essais porosimétriques par intrusion de mercure pour les C05 (figure 1), C08 (figure 2) et M08 (figure 3). Les courbes présentent la première intrusion et la première extrusion de mercure, ainsi que la distribution poreuse.

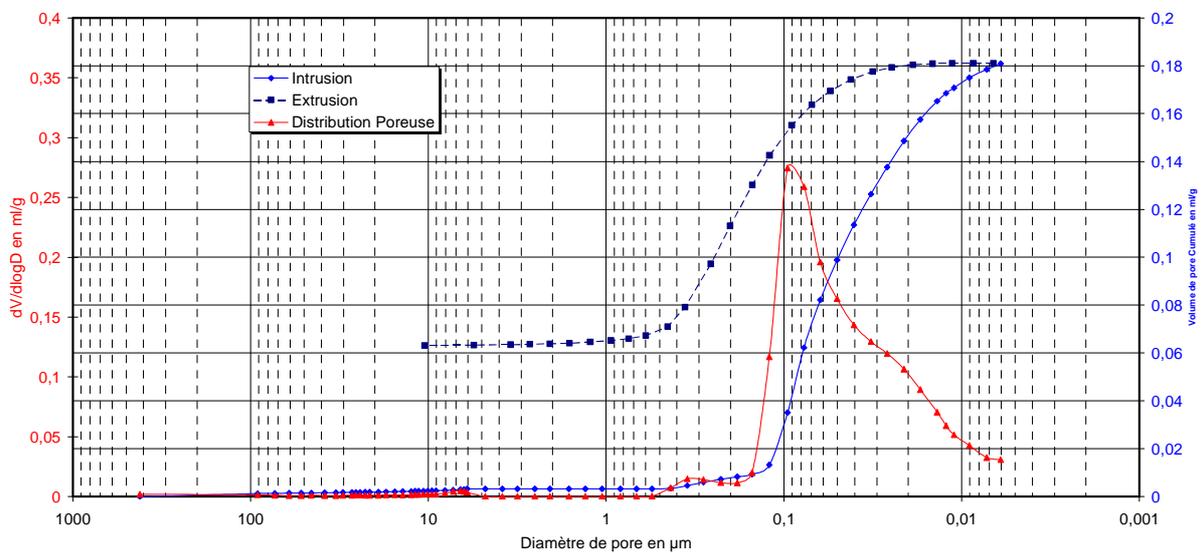


Figure 1

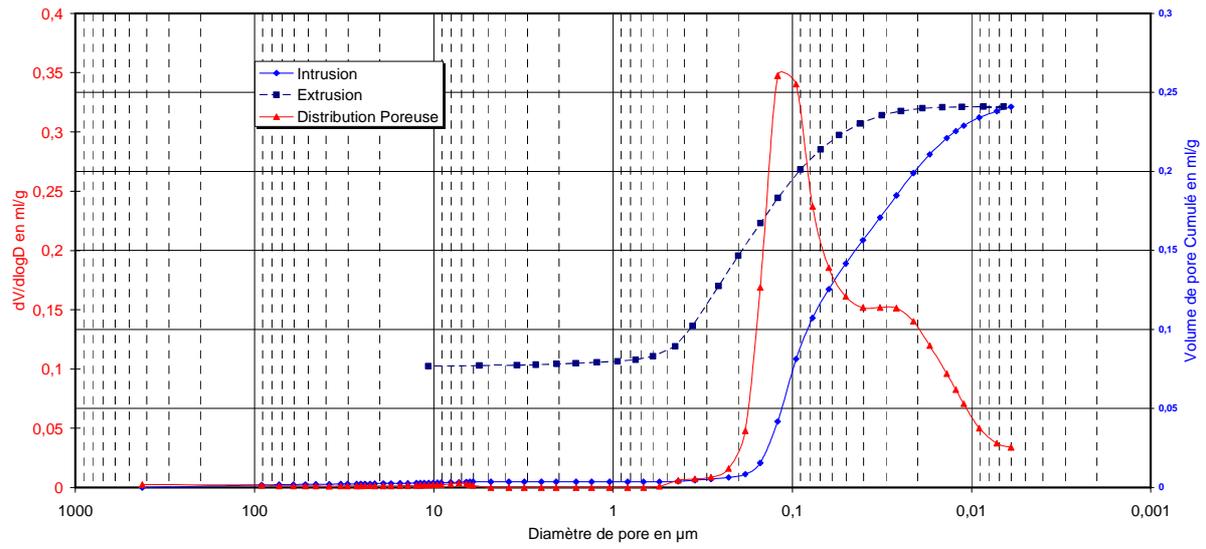


Figure2

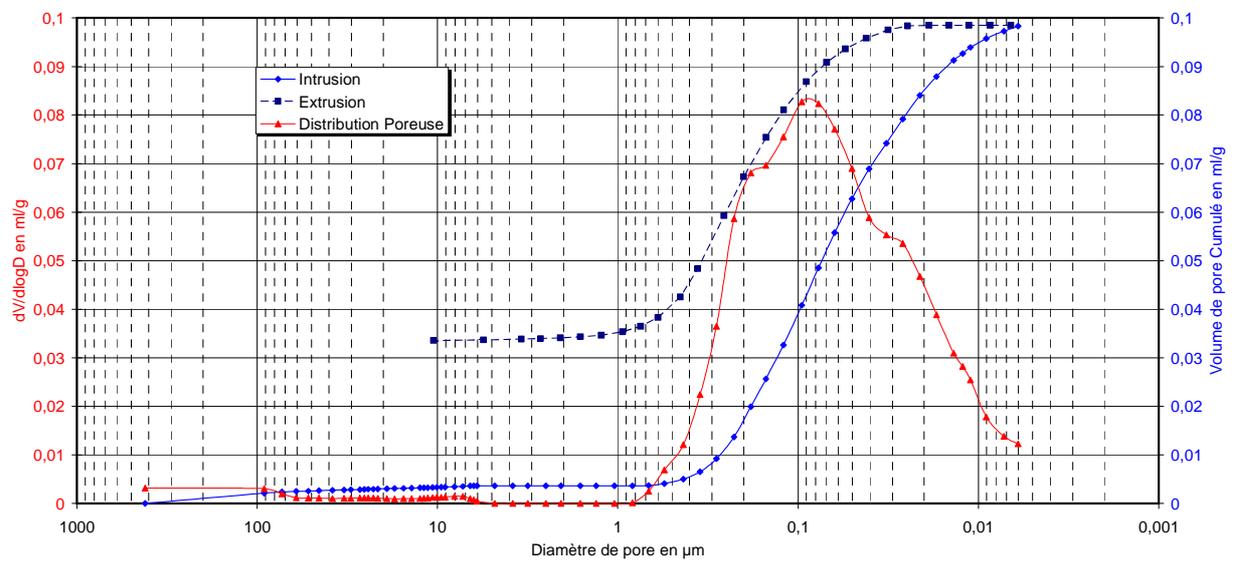


Figure 3

Annexe 2

Effet d'une macrofissuration sur les cinétiques de séchage (a) et retrait (b) pour les pâtes de ciment C08 (figures 4a et 4b), et les mortiers M05 (figures 5a et 5b) et M08 (figures 6a et 6b). Les courbes présentent l'écart en perte en poids ou en retrait des éprouvettes par rapport aux échantillons de référence (aucune fissure, munie du dispositif). Le repère « 0 » indique une éprouvette non fissurée, « 2 » une éprouvette en 2 morceaux (1 fissure), « 4 » en 4 morceaux (3 fissures) et « 8 » en 8 morceaux (7 fissures).

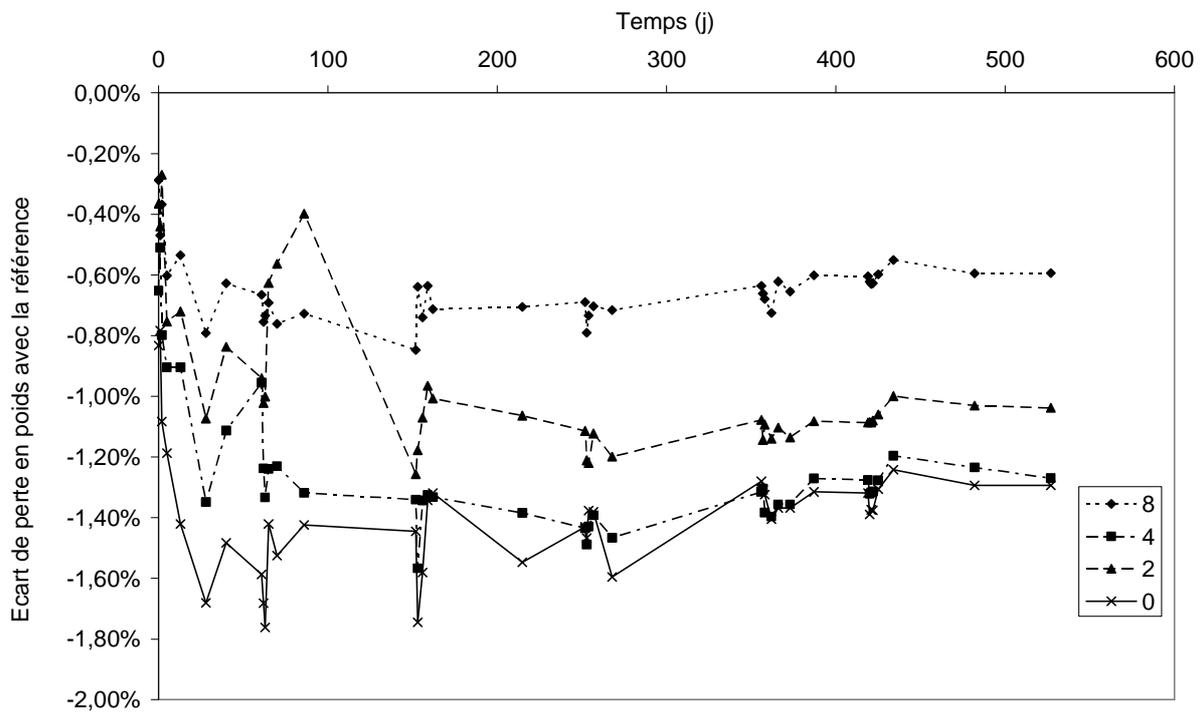


Figure 4a

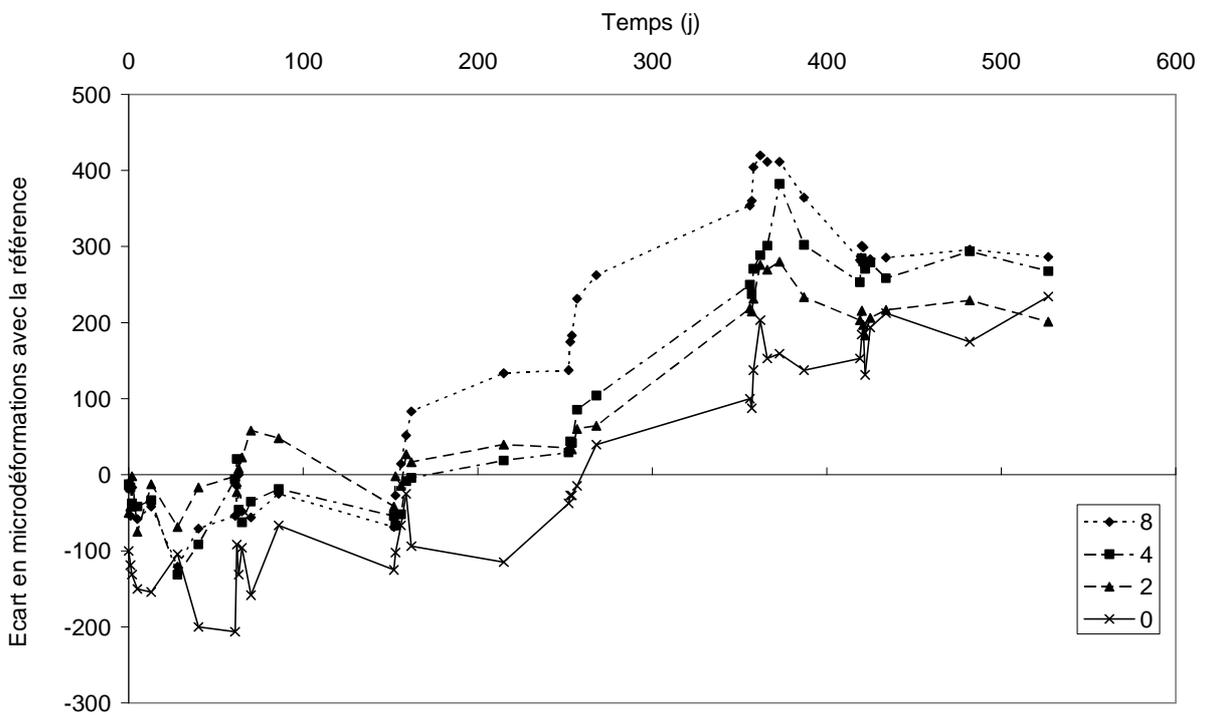


Figure 4b

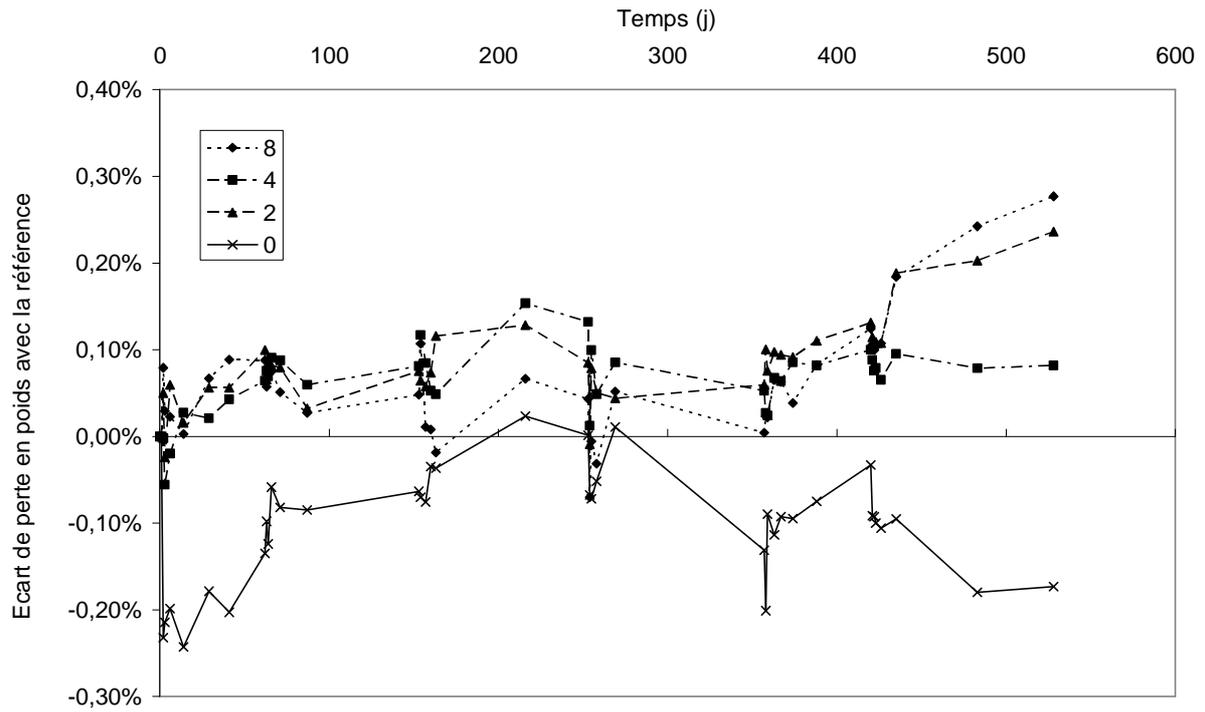


Figure 5a

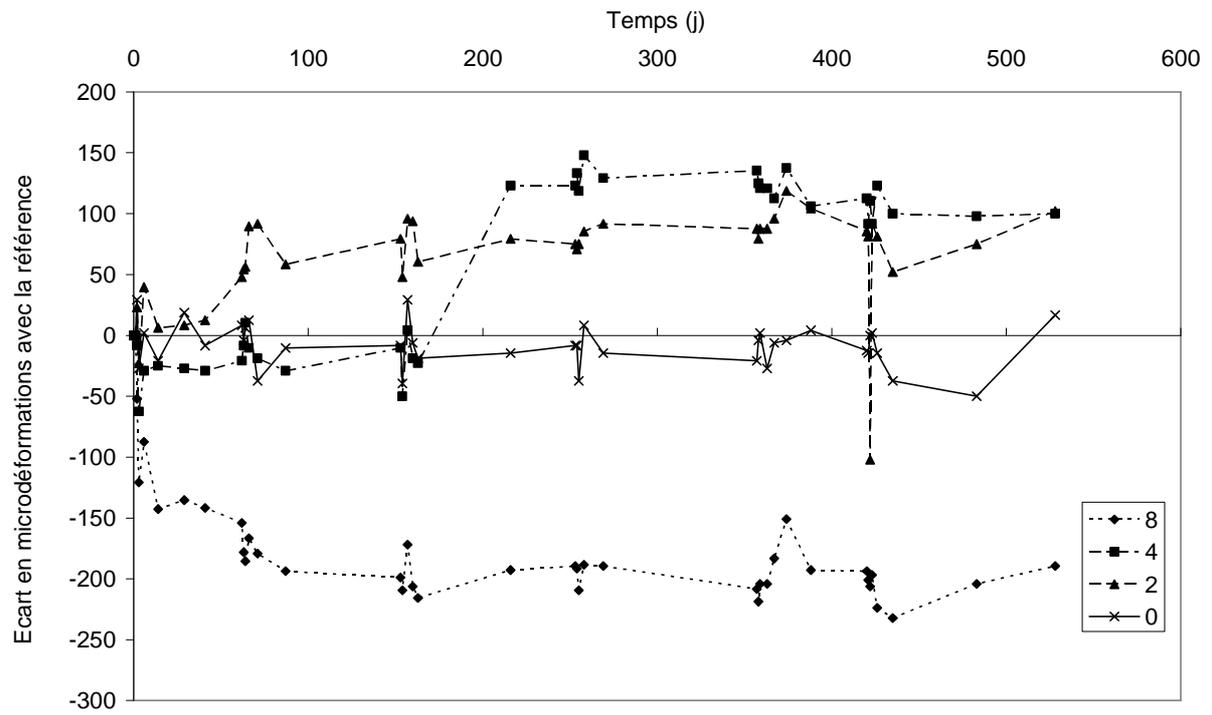


Figure 5b

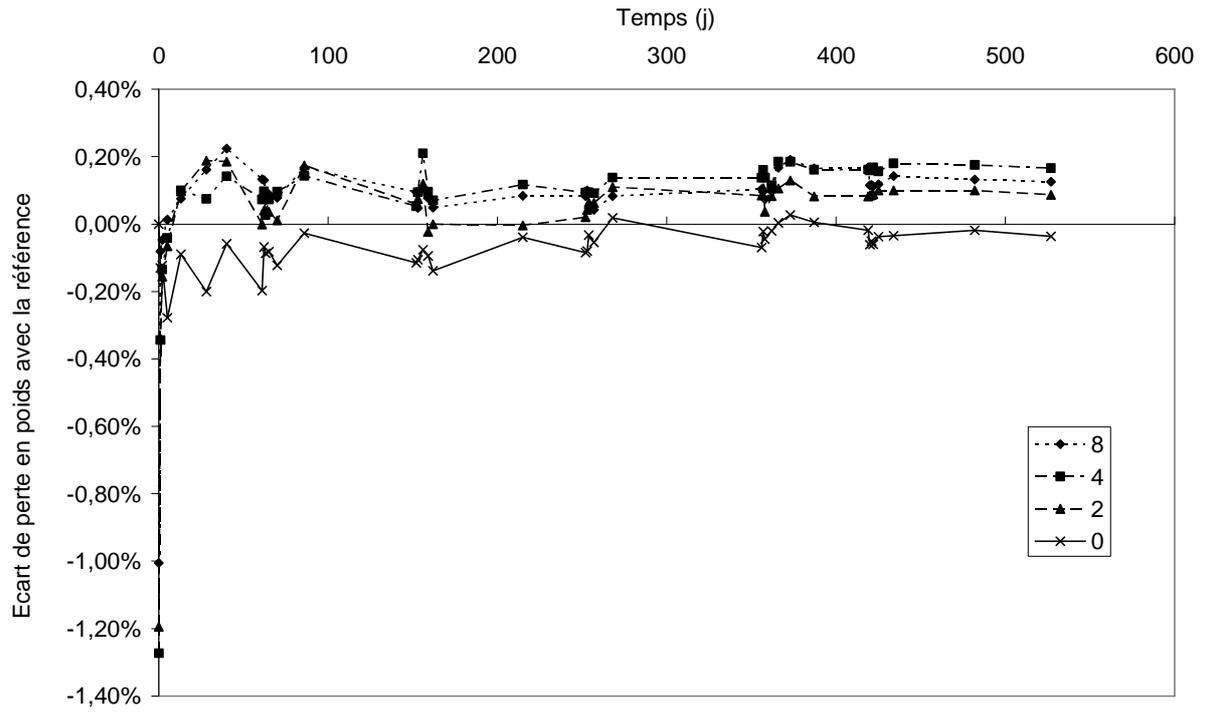


Figure 6a

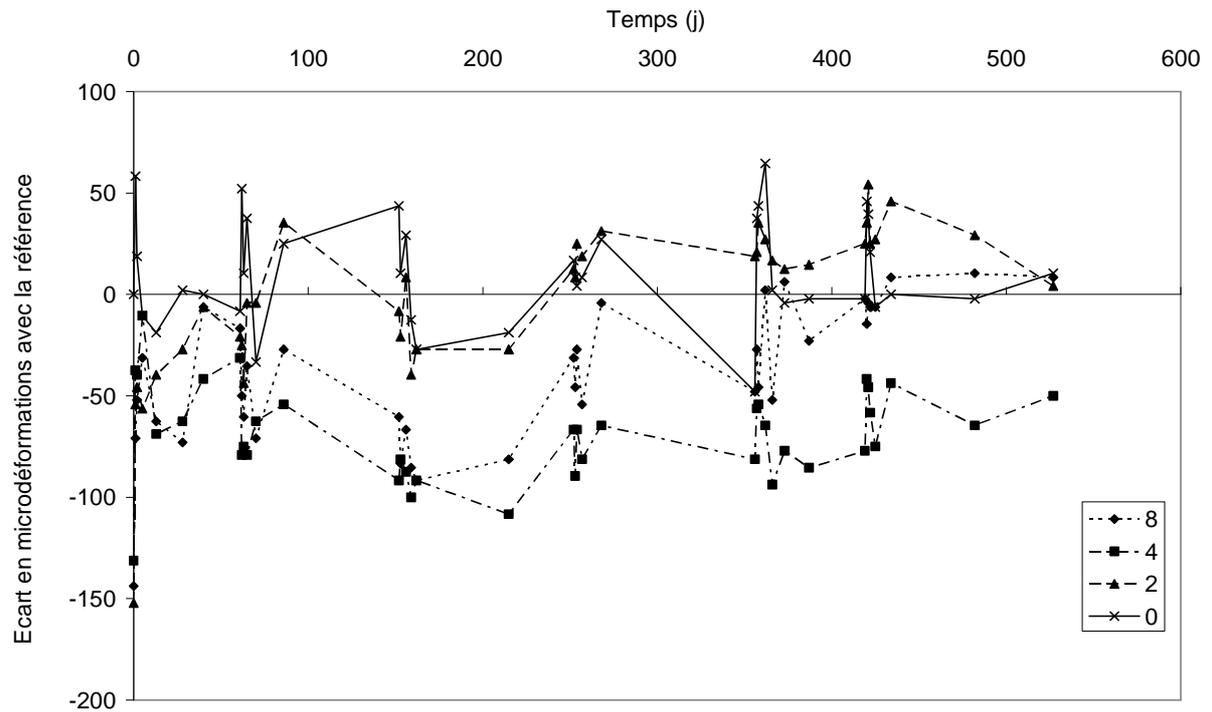


Figure 6b