

CONTRIBUTION A L'ETUDE DU COMPORTEMENT AU TRES JEUNE AGE DES STRUCTURES MINCES EN MORTIER

Adamah Messan

► To cite this version:

Adamah Messan. CONTRIBUTION A L'ETUDE DU COMPORTEMENT AU TRES JEUNE AGE DES STRUCTURES MINCES EN MORTIER. Mécanique [physics.med-ph]. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc, 2006. Français. NNT: . tel-00185824v1

HAL Id: tel-00185824 https://theses.hal.science/tel-00185824v1

Submitted on 7 Nov 2007 (v1), last revised 12 Mar 2008 (v2)

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITE MONTPELLIER II SCIENCES ET TECHNIQUES DU LANGUEDOC

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE MONTPELLIER II

Discipline : Mécanique, Génie civil

Formation Doctorale : Mécanique des matériaux et des milieux complexes, des structures et des systèmes Ecole Doctorale : Information, Structures, Systèmes.

présentée et soutenue publiquement

par

Adamah MESSAN

Le 08 Décembre 2006

<u>Titre :</u>

CONTRIBUTION A L'ETUDE DU COMPORTEMENT AU TRES JEUNE AGE DES STRUCTURES MINCES EN MORTIER

JURY

M.	Jean-Pierre OLLIVIER	Président, Rapporteur, Professeur INSA de Toulouse
M.	Nicolas BURLION	Rapporteur, Maître de conférences (HDR), Université de Lille
M.	Moulay Said El YOUSSOUFI	Examinateur, Maître de conférences (HDR), Université Montpellier 2
M.	Jean-Pierre BOURNAZEL	Directeur de Thèse, Professeur
M.	Didier NECTOUX	Invité, Maître Assistant, Ecole des Mines d'Alès
Mme.	Anne-Sophie BRETELLE	Invité, Maître Assistant, Ecole des Mines d'Alès
M.	Patrick IENNY	Invité, Maître Assistant, Ecole des Mines d'Alès
M.	Eric DALLIES	Invité, Ingénieur VETROTEX

"Que vous soyez puissant ou misérable, les jugements de la cour vous rendront blanc ou noir"

La Fontaine

Remerciements

Je Tiens tout d'abord à adresser mes très sincères remerciements à messieurs Jean-Pierre OLLIVIER Professeur à l'INSA de Toulouse et Nicolas BURLION Maître de conférences (HDR) de l'université de Lille, qui ont accepté de s'intéresser à cette thèse et m'ont tous deux fait l'honneur d'en être les rapporteurs. J'ai une pensée particulière au professeur J-P. OLLIVIER qui outre la lourde tâche de rapporteur, a également présidé le jury de cette thèse.

Mes remerciements vont également à messieurs Moulad Said El YOUSSOUFI Maître de conférences (HDR) de l'université de Montpellier 2 et Eric DALLIES Ingénieurs VETROTEX pour avoir accepté d'examiner cette thèse.

Toute ma gratitude va à messieurs Patrick IENNY, Didier NECTOUX et à madame Anne-Sophie BRETTELLE qui ont été les principaux artisans de cette thèse. Leurs précieux conseils et encouragements ont permis d'amener à bien cette thèse. A eux, j'associe Stéphane CORN pour son aide efficace et amicale durant cette thèse.

Je remercie tout naturellement mon directeur de thèse, Jean-Pierre BOURNAZEL d'avoir été plus qu'un directeur de thèse de papier, la confiance qu'il m'a accordé et la pertinence de ses conseils m'ont beaucoup aidé pour amener à bien cette thèse. Je n'oublie pas Mme Mireille FOULETIER pour m'avoir accueilli au CMGD en sa qualité de directrice du Centre. Qu'elle trouve ici l'expression de ma reconnaissance.

Je voudrais témoigner toute ma reconnaissance aux personnels du Centre qui ont contribué d'une manière ou d'une autre à la réussite de cette thèse, soit dans la conception de mes moules (équipe conception mécanique du CMGD) soit dans les essais mécaniques et caractérisation physique et/ou microscopique (C. BUISSON, P. ADAMIEC, J-M. TAULEMESSE), soit dans la documentation (H. ALLEGRE, F. ARMAND). J'ai une pense particulière aux secrétaires du Centre qui m'ont soutenu sur le plan administratif depuis mon DEA jusqu'à la fin de ma thèse.

Je n'oublie pas "mes très chers frères, collègues et amis thésards" du Centre. Je ne peux pas les nommer tous, je souhaite qu'ils trouvent ici toute ma reconnaissance.

Je souhaite également remercier Philippe DEVILLERS, mon directeur de stage DEA qui m'a mis en contact avec le CMGD et a su me communiquer le goût de la recherche scientifique.

Merci à Florence & Ayélé

Table des matières

INTRODUC	ΓΙΟΝ	.11
CHAPITRE	I : COMPORTEMENT DU MORTIER AU TRES JEUNE AGE :	
FISSURATIO	ON PRECOCE – REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	. 15
L1 Gen	ED ALITES SUD L'EVOLUTION DUVSICO, CUIMIQUE DE LA DATE DE CIMENT	15
1.1 UEN 111	Caractáristiques du ciment et de sa composition	. 15
1.1.1 1.1.2	Caracteristiques du ciment et de su composition	. 15
I.I.2 I I 2 I	Hydratation de C S	. 17
I.1.2.1 I 1 2 2	Hydratation de C ₃ S	20
I.1.2.2 I 1 2 3	Hydratation de $C_2 S$	20
I.1.2.4	Hydratation de C_4AF	
I.1.3	Degré d'hydratation	. 22
I.1.3.1	Détermination par analyse d'images	. 22
I.1.3.2	Détermination à partir de l'eau libre	. 22
I.1.3.3	Détermination par diffraction des rayons X	. 23
I.1.3.4	Détermination par la quantité de chaleur dégagée	. 23
I.1.4	Conséquences de l'hydratation : évolutions des propriétés mécaniques	. 24
I.2 Les	SOURCES DE LA FISSURATION PRECOCE DU BETON	. 31
I.2.1	Le ressuage	. 31
<i>I.2.2</i>	Le retrait plastique	. 31
<i>I.2.3</i>	Le retrait endogène	. 33
I.2.4	Le retrait thermique	. 34
I.3 Ler	ETRAIT PLASTIQUE ET LA FISSURATION PRECOCE DU MATERIAU CIMENTAIRE	. 35
I.3.1	Techniques de mesures du retrait plastique	. 35
I.3.2	Lien entre retrait plastique et fissuration	. 38
I.4 Bet	ON RENFORCE DE FIBRES	.44
I.4.1	Généralités	. 44
I.4.2	Caractéristiques des fibres incorporées dans le béton	. 45
I.4.3	<i>Le rôle des fibres sur la tenue à la fissuration du béton</i>	. 47
L5 BET	ON RENFORCE DE POLYMERES	.50
151	La formation du film polymère et de la comatrice	50
I.5.1.1	La formation du film polymère	. 50
I.5.1.2	La formation de la comatrice polymère-ciment	. 52
I.5.2	Les propriétés physiques et mécaniques des mortiers modifiés de polymères	. 54
I.5.2.1	Influence des polymères sur les propriétés physiques du mortier	. 54

I.5	.2.2 Influence des polymères	sur les propriétés mécaniques du mortier	. 54
I.6	MODELISATION PREDICTIVE DE	S RISQUES DE FISSURATION PRECOCE DU BETON	. 56
I.7	CONCLUSIONS DE L'ETUDE BIBI	IOGRAPHIQUE	. 62
CHAPIT	RE II : OUTILS EXPERIM	NTAUX POUR L'ETUDE DU RETRAIT	
PLASTI	QUE		. 65
II.1	DISPOSITIF DE RETRAIT LIBRE		. 65
<i>II.1.</i>	Description du dispositif	expérimental	. 65
II.1.	2 Mesure des déformations	plastiques	. 66
II.1.	3 Conditions et procédures	expérimentales	. 69
II.1.4	4 Calibration de l'essai du	retrait libre	. 70
II.2	SUIVI DE PRISE ET DE L'EVAPOR	ATION	. 73
II.3	DISPOSITIF DE RETRAIT EMPECH	Е	. 75
II.3.	Rappel sur quelques dispo	sitifs expérimentaux existants	. 75
II.3.	2 Description du dispositif	expérimental développé	. 77
II.3	3 Calibration de l'essai du	retrait empêché	. 79
II.	3.3.1 Validation de la conditio	n d'empêchement	. 79
II.	3.3.2 Validation du transfert d	e charge	. 80
II.	3.3.3 Essai de reproductibilité		. 82
II.	3.3.4 Influence de la géométrie	e de l'anneau sur l'évolution de la contrainte interne	. 83
II.4	SUIVI DE L'EVOLUTION DU MAT	ERIAU	. 85
<i>II.4.</i>	Suivi de l'avancement de	la réaction d'hydratation	. 85
II.4.	2 Suivi du module élastique		. 88
II.5	CONCLUSIONS		. 91
CHAPIT	RE III : ETUDE EXPERIMI	INTALE DU RETRAIT PLASTIQUE :	
RETRAI	T LIBRE		. 95
III.1	MORTIER CEREM		. 95
III.2	EFFET DES CONDITIONS ENVIRC	NNEMENTALES SUR LE RETRAIT PLASTIQUE	. 97
III.2	1 Retrait plastique d'origin	e endogène	. 97
III.2	2 Retrait plastique sans ver	nt	. 99
III.2	<i>3 Retrait plastique avec ve</i>	<i>ut</i>	101
III.3	INFLUENCE DES AJOUTS		105
III.3	1 Ajout des fibres		105
II	.3.1.1 Caractéristiques des fibres.		105
II	.3.1.2 Influence sur le retrait plast	ique	106
III.3	2 Ajout de l'adjuvant Eclip	se	110
III.3	<i>3 Influence du latex (EVA)</i>		113
II	.3.3.1 Généralité		113
II	.3.3.2 Influence sur le retrait libre		114
III.3	4 Influence de l'éther de ce	llulose	118
II	.3.4.1 Généralité		118
II	.3.4.2 Influence sur le retrait plast	ique	119

III.3.4	.3 Mortier F2 : Influence des ajouts sur le retrait plastique (retrait libre)	
III.4 Fis	SURATION A L'ETAT FRAIS : RETRAIT LIBRE AVEC VENT – INFLUENCE DE	S AJOUTS
III.4.1	Retrait libre avec vent du mortier F2	127
<i>III.4.2</i>	Influence des ajouts sur le retrait libre avec vent du mortier F2	129
III.4.2	.1 Influence des fibres	
III.4.2	.2 Influence des adjuvants	
<i>III.4.3</i>	Influence des ajouts sur la fissuration	136
III.4.4	Etude exploratoire sur le lien entre le retrait libre avec vent et la fis	suration
induite		140
III.5 Co	NCLUSIONS	142
CHAPITRE	IV : COMPORTEMENT DU MORTIER AU TRES JEUNE AGE	E :
MODELISA	TION NUMERIQUE – CAS DU RETRAIT EMPECHE	147
IV.1 Mo	DELISATION NUMERIQUE	147
IV.1.1	Cadre de la modélisation	148
IV.1.2	Les lois d'évolution	
IV.1.2	.1 Evolution de l'hydratation et du module élastique	
IV.1.2	.2 Evolution du retrait plastique	
IV.1.2	.3 Evolution de la déformation plastique	
IV.1.3	Limites du modèle	156
IV.1.4	Implantation du modèle et simulation numérique	157
IV.1.4	.1 Implantation du modèle dans un code de calcul EF	
IV.1.4	.2 Simulation numérique du retrait empêché : validation du modèle	
IV.2 INF	LUENCE DE LA FORMULATION SUR LA CONTRAINTE INTERNE	
IV.2.1	Influence des ajouts sur l'hydratation et le module élastique du mor	tier 162
IV.2.2	Influence des ajouts sur la résistance à la flexion au jeune âge du m	ortier. 165
IV.2.3	Effet des additifs sur la contrainte interne	169
IV.3 Co	NCLUSIONS	174
CONCLUSI	ONS ET PERSPECTIVES	177
BIBLIOGR	APHIE	
TABLE DES	S FIGURES	195
LISTE DES	TABLEAUX	
ANNEXE A	· CAPACTERISTICUES DES CONSTITUANTS	203
ANNEVE D	. LA CDANIH OMETDIE LASED	
ANNEXE C	. LA GRANULUVIE I NIE LASEK	
ANNEXE C	CUNTRAINTE INTERNE DANS L'ANNEAU	
ANNEXE D	: PROGRAMMES NUMERIQUES	
ANNEXE E	: PARAMETRES DU MODELE	

Introduction

Dès les premières heures qui suivent sa fabrication, le matériau cimentaire est sujet à d'importantes variations dimensionnelles en dehors de tout chargement extérieur. Ces variations dimensionnelles sont communément appelées "retraits". Il existe plusieurs types de retrait relatifs à l'hydratation, aux conditions de conservation et au traitement thermique. Le retrait plastique est défini comme la variation dimensionnelle du matériau cimentaire dans les 24 premières heures qui suivent sa fabrication. Ce retrait a généralement pour causes le séchage et l'hydratation du ciment.

Sous certaines conditions climatiques (temps chaud, sec et/ou venteux) ou structurelles (pièces encastrées...) les déformations engendrées lors du retrait peuvent conduire à la fissuration prématurée du matériau cimentaire. Ce risque de fissuration prématurée est très marqué sur les structures minces présentant une grande surface libre (dalle flottante, les panneaux de façade...) et/ou des encastrements (enduits, revêtements routiers...). Il est intéressant de maîtriser le retrait plastique de ces structures cimentaires, car à cet âge, le matériau présente une faible capacité de déformation et une faible résistance en traction. Si la contrainte de traction induite lors du retrait (dans le cas d'un encastrement) n'est pas prise en compte et traitée correctement, elle conduit alors toujours à une fissuration du matériau.

Les ouvertures des fissures engendrées peuvent atteindre, voire dépasser 0,2-0,3 mm. Ces fissures, qu'elles soient très ouvertes ou microscopiques, posent de sérieux problèmes pour des raisons esthétiques et/ou de durabilité. Dans le cas où les fissures sont très ouvertes, elles peuvent faciliter la pénétration des agents agressifs tels que les chlorures, les sulfates, le dioxyde de carbone à l'intérieur du matériau. Il s'en suit des problèmes de dégradation de la matrice cimentaire, ce qui pourra compromettre la durabilité du matériau. Dans le cas où les fissures sont microscopiques, elles peuvent fournir des amorces de fissures liées au retrait après prise. Il est donc impératif de contrôler le retrait plastique pour garantir l'esthétique et la durabilité des matériaux cimentaires présentant une grande surface libre et/ou un encastrement comme des mortiers d'enduit de façade. C'est dans cette optique que des industries de fabrication des mortiers, des cimentiers, des adjuvantiers, des producteurs de fibres (fibres de verre notamment) et plusieurs laboratoires de recherches dont le nôtre se sont regroupés au sein d'un consortium (**CEReM** : Consortium pour l'Etude et la **Re**cherche sur les **M**ortiers), pour réaliser une synergie de compétence afin d'étudier entre autres les risques de fissuration au très jeune âge des structures minces en mortier d'enduit de façade.

La maîtrise de la fissuration prématurée de telles structures ne peut être garantie sans une connaissance approfondie du comportement du matériau cimentaire au très jeune âge. C'est dans ce souci que notre travail de recherche trouve son importance. Il vise à compléter la compréhension des phénomènes induits avant et pendant la prise du matériau :

- mesurer le retrait plastique et l'évaporation du mortier frais,
- proposer un modèle numérique du comportement des structures minces en mortier au très jeune âge,
- suivre l'évolution des caractéristiques (degré d'hydratation, module élastique, résistance en flexion) et de la contrainte interne à l'origine de la fissuration prématurée du mortier jeune.

Parallèlement aux objectifs cités ci-dessus, l'influence de l'ajout des fibres (fibres de verres et fibres polypropylènes) et des adjuvants (l'adjuvant anti-retrait "Eclipse", le latex "EVA", et l'éther de cellulose) sur le retrait plastique et sur la fissuration induite est également étudiée sur le mortier CEReM. Ce dernier est le mortier de référence commun aux études menées dans le cadre du consortium CEReM. Il se distingue des mortiers couramment rencontrés dans la littérature (mortier normal) par sa faible masse volumique (masse volumique théorique est de 1305 kg/m³).

Ce mémoire s'articule autour de quatre chapitres :

- Dans le premier chapitre, on présente une synthèse bibliographique. Cette dernière est composée de trois parties. La première partie présente l'évolution physico-chimique du matériau cimentaire depuis sa fabrication jusqu'à son durcissement. Cette partie décrit également l'évolution des caractéristiques mécaniques (module élastique et résistance en compression) du matériau durant l'évolution de sa microstructure. Dans la deuxième partie, on présente succinctement le lien entre le retrait et la fissuration induite. L'état de l'art sur l'incorporation des fibres et des adjuvants de polymère dans les matériaux cimentaires est également présenté. Ce premier chapitre se termine par la présentation d'un exemple de modélisation du comportement du matériau cimentaire. Ce modèle établi pour le béton après prise, fournit néanmoins des bases permettant d'élaborer un modèle du comportement du mortier au très jeune âge (du gâchage jusqu'à la fin de prise).
- Le deuxième chapitre est consacré à la présentation des outils expérimentaux permettant d'atteindre les objectifs de la thèse. Ces outils expérimentaux sont pour certains d'entre eux, développés et calibrés durant cette thèse. Ce sont des outils de mesure des déformations du mortier frais et de suivi de la contrainte interne de traction dans le mortier au cours de l'empêchement du retrait. Outre ces outils d'étude du retrait plastique, les outils de suivi de l'avancement du degré d'hydratation et du module élastique du mortier au jeune âge sont également présentés.

- Au troisième chapitre, on présente les résultats expérimentaux du retrait libre. D'abord le mécanisme du retrait plastique du mortier (mortier CEReM) est décrit. Ensuite, on cherche à déterminer l'influence des ajouts des fibres et des adjuvants sur le retrait plastique (retrait libre) et sur la fissuration induite dans les conditions climatiques sévères (temps venteux).
- Dans le quatrième chapitre, un modèle numérique du comportement du mortier au très jeune âge est proposé dans un premier temps. La fissurabilité du matériau pendant la prise est traitée dans le cadre de la plasticité standard avec l'évolution du seuil de plasticité en fonction de l'évolution de la microstructure du matériau. Une confrontation entre les résultats de la simulation et de la mesure expérimentale est réalisée dans le but de valider le modèle qui est implanté dans le code de calcul éléments finis "ZeBuLoN". Ensuite, l'influence de la formulation sur l'évolution de la contrainte interne de traction dans le mortier au cours de l'empêchement du retrait est abordée. Cette partie intègre l'influence des ajouts sur l'avancement de l'hydratation et sur les caractéristiques mécaniques du mortier au jeune âge.

Nous terminerons ce travail par une conclusion générale, dans laquelle nous rappellerons le cadre de l'étude, les principaux résultats obtenus sur le comportement au très jeune âge des structures minces en mortier (mortier CEReM). Ces principaux résultats constitueront une base de données pour les différents groupes de travail et pour les partenaires industriels au sein du consortium CEReM. Des perspectives seront également proposées pour la poursuite de ce travail sur le comportement au très jeune âge des structures minces en mortier.

Chapitre I : Comportement du mortier au très jeune âge : fissuration précoce – revue bibliographique

La fissuration prématurée peut être pénalisante pour la durabilité et l'esthétique des ouvrages cimentaires. En effet, elle donne souvent des fissures ouvertes. En général, ces fissures apparaissent dans la structure si les contraintes auxquelles elle est sujette dépassent sa résistance en traction. Quand il s'agit d'un mortier au très jeune âge, il faudra tenir compte de l'évolution du matériau d'un état visqueux vers un état rigide ou d'un état de suspension vers un état de solide poreux. La transition entre ces deux états est habituellement appelée prise. L'avancement des réactions d'hydratation conduit à une évolution des propriétés mécaniques du matériau. Avant d'aborder les causes de la fissuration précoce des structures cimentaires, il convient de revenir sur l'évolution physico-chimique de la pâte de ciment.

I.1 Généralités sur l'évolution physico-chimique de la pâte de ciment

I.1.1 Caractéristiques du ciment et de sa composition

Le ciment est caractérisé par sa composition chimique et par ses caractéristiques physiques (par exemple la finesse des grains). Les grains de ciment sont hétérogènes et polyphasés. Au contact de l'eau, ils donnent naissance par hydratation à des produits dont la composition chimique est variable. Les grains de ciments ont des formules chimiques qui sont le plus souvent exprimées sous forme de sommes d'oxydes. La notation des cimentiers est résumée ci-dessous.

 $C = CaO \qquad S = SiO_2 \qquad A = Al_2O_3 \qquad F = Fe_2O_3 \qquad M = MgO$

 $H = H_2O$ $\overline{S} = SO_3$ $N = Na_2O$ $K = K_2O$ $\overline{C} = CO_2$

Le ciment contient un certain nombre de constituants dont la teneur varie suivant sa catégorie (tableau I.1).

Notation des 2					hoard	OII (Pot	ircentage e	n masse)	-					
Notation des 2		Constituants principaux												
Notation des 2		Clinker	Luitier	Fumée	Pouzz	olanes	Cendres volantes		Schiste	Cak	aire			
Notation des 27 produits (types de ciment courant)		Cinner	de haut fourneau	de silicie	Naturelle	Naturelle calcimbe	Siliceuse	Calcique	calciné			Constituant secondaire		
		К	s	D ^{bee}	р	0	v	W	Т	L	LL			
iment Portland	CEM I	95-100						-	-	-		0-5		
iment Portland	CEM II/A-S	80-9-4	6-20				-			-		0-5		
au laitier	CEM II/B-S	65-79	21-35					-	-	-		0-5		
iment Portland à la fumée de silice	·CEM II/A·D	90-9-4		6-10					-	-	•	0-5		
	CEM II/A-P	80-9-4			6-20			-	-	-		0-5		
iment Portland	CEM IIVB-P	65-79			2:1-35	-	-	-	-	-		0-5		
la pouzzolane	CEM II/A-Q	80-9-4			-	6-2:0	-	-	-	-		0.5		
	CEM II/B-Q	65-79				21-35	-	-	-	-		0-5		
	CEM II/A-V	80-94					6-20		-	-		0.5		
Ciment portland aux cendres volantes	CEM II/B-V	65-79					21-35	-		-		0-5		
	CEM II/A-W	80-94						6-20		-		0-5		
	CEM II/B-W	65-79					-	21-35		-		0-5		
Ciment Portland au schiste calciné	CEM IIVA-T	80-94			-		-		6-20	-	-	0-5		
	CEM II/B-T	65-79					-	-	21-35	-		0-5		
	CEM IIVA-L	80-94					-			6-20		0.5		
iment Portland	CEM II/B-L	65-97		-			-			21-35		0-5		
au calcaire	CEM II/A-LL	80-94				г	-			-	6-20	0-5		
	CEM II/B-LL	65-79									21-35	0-5		
iment Portland	CEM IIVA-M	80-94	-				6-20 -				2	0-5		
composé co	CEM II/B-M	65-79	-				21-35 -					0-5		
	CEM III/A	35-64	39-65					-		-		0-5		
Ciment de haut	CEM III/B	20-34	66-80						-	-		0-5		
fourneau	CEM III/C	5-19	81-95				-	-	-			0-5		
Ciment	CEM IV/A	65-89		-		11-35		-				0-5		
ouzzolanioue 0	CEM IV/B	45-64		4		36-55	-	\rightarrow	-	-		0-5		
Ciment	CEM V/A	40-64	18-30			18-30		-	-	-	-	0-5		
C-IIIRIII	CEM V/B	20-3-8	31-50			31-50		-	-	-	-	0-5		
	iment Portland au laitier iment Portland la laitier iment Portland la pouzzolane iment portland aux cendres volantes iment Portland aux cendres volantes iment Portland au schiste calciné iment Portland au calcaire iment Portland composé ^{co} iment de haut fourneau Climent ^{co}	iment Portland au laitier au laitier au laitier la famée de silice cEM II/A-D silice cEM II/A-D silice cEM II/A-D cEM II/A-L cEM II/A-L cEM II/A-L cEM II/A-D cEM II/A-D c	K iment Portland CEM II/A-S 80-94 au laitier CEM II/A-S 80-94 au laitier CEM II/B-S 65-79 iment Portland CEM II/A-D 90-94 silice CEM II/A-P 80-94 iment Portland CEM II/A-P 80-94 imemt Portland CEM II/A-P 80-94 iment Portland CEM II/A-P 80-94 cEM II/A-Q 80-94 CEM II/A-V iment portland CEM II/A-V 80-94 cEM II/A-V 80-94 CEM II/A-V cem II/A-V 80-94 CEM II/A-V cem II/A-V 80-94 CEM II/A-V aus cendres volantes CEM II/A-V centine CEM II/A-L 80-94 calcine CEM II/A-L 80-94 calcine CEM II/A-L 80-94 cem II/B-L 65-79 10000005 65-79 iment Portland CEM II/A-L 80-94 cem II/B-L 65-79 1000000000000000000000000000000000000	K S iment Portland CEM II/A-S 80-94 6-20 au laitier CEM II/A-S 80-94 6-20 au laitier CEM II/A-S 80-94 6-20 au laitier CEM II/A-D 90-94 - silice CEM II/A-P 80-94 - silice CEM II/A-P 80-94 - iment Portland CEM II/A-P 80-94 - cEM II/A-P 80-94 - - cEM II/A-V 80-94 - - cem II/A-L 80-94 - - cem II/A-L 80-94 - - iment Portland CEM II/A-L <t< td=""><td>K S D⁴⁰ iment Portland CEM II 95-100 - - au laitier CEM II/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM II/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM II/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM II/A-D 90-94 - 6-10 silice CEM II/A-D 90-94 - 6-10 silice CEM II/A-P 80-94 - - iment Portland aux cendres volantes CEM II/A-V 80-94 - - CEM II/A-V 80-94 - - - - - cem II/A-L 80-94 - - - - - - cem II/A-L 80-94<!--</td--><td>K S D^{bit P iment Portland CEM II 95-100 - - au laitier CEM III/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM III/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM III/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM III/A-D 90-94 - 6-10 - silice CEM III/A-D 90-94 - 6-10 - iment Portland CEM III/A-P 80-94 - - 6-20 iment Portland CEM III/A-V 80-94 - - - CEM III/A-V 80-94 - - - - CEM III/A-V 80-94 - - - - CEM III/A-V 80-94 - - - - cement Portland CEM III/A-V 80-94 - - - au calcaire CEM III/A-L 80-94 - - -}</td><td>K S D^{bii} P Q iment Portland CEM II/A-S 80.94 6-20 - - au laitier CEM II/A-S 80.94 6-20 - - - au laitier CEM II/B-S 65.79 21.35 - - - iment Portland A famée de CEM II/A-D 90.94 - 6-10 - - silice CEM II/A-P 80.94 - - 6-20 - - iment Portland CEM II/A-P 80.94 - - 6-20 - - 21.35 - - 21.35 - - 21.35 - - - - - - 21.35 -</td><td>K S D^{bb} P Q V iment Portland CEM II 95-100 - - - - au laitier CEM III A-S 80.94 6-20 - - - au laitier CEM III B-S 65-79 21.35 - - - au laitier CEM III A-D 90.94 - 6-10 - - - iment Portland CEM III A-D 90.94 - 6-10 - - - - iment Portland CEM III A-D 80.94 - - 6-20 -</td><td>K S D⁶⁰ P Q V W iment Portland CEM II/A-S 80-94 6-20 -</td><td>K S D⁴⁰ P Q V W T iment Portland au laitier CEM II/A-S 80.94 6-20 -<!--</td--><td>K S D³⁴ P Q V W T L iment Portland CEM IIA-S 80-94 6-20 -</td><td>K S D⁴⁴ P Q V W T L LLL iment Portland CEM II/A-S 80.94 6-20 -</td></td></td></t<>	K S D ⁴⁰ iment Portland CEM II 95-100 - - au laitier CEM II/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM II/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM II/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM II/A-D 90-94 - 6-10 silice CEM II/A-D 90-94 - 6-10 silice CEM II/A-P 80-94 - - iment Portland aux cendres volantes CEM II/A-V 80-94 - - CEM II/A-V 80-94 - - - - - cem II/A-L 80-94 - - - - - - cem II/A-L 80-94 </td <td>K S D^{bit P iment Portland CEM II 95-100 - - au laitier CEM III/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM III/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM III/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM III/A-D 90-94 - 6-10 - silice CEM III/A-D 90-94 - 6-10 - iment Portland CEM III/A-P 80-94 - - 6-20 iment Portland CEM III/A-V 80-94 - - - CEM III/A-V 80-94 - - - - CEM III/A-V 80-94 - - - - CEM III/A-V 80-94 - - - - cement Portland CEM III/A-V 80-94 - - - au calcaire CEM III/A-L 80-94 - - -}</td> <td>K S D^{bii} P Q iment Portland CEM II/A-S 80.94 6-20 - - au laitier CEM II/A-S 80.94 6-20 - - - au laitier CEM II/B-S 65.79 21.35 - - - iment Portland A famée de CEM II/A-D 90.94 - 6-10 - - silice CEM II/A-P 80.94 - - 6-20 - - iment Portland CEM II/A-P 80.94 - - 6-20 - - 21.35 - - 21.35 - - 21.35 - - - - - - 21.35 -</td> <td>K S D^{bb} P Q V iment Portland CEM II 95-100 - - - - au laitier CEM III A-S 80.94 6-20 - - - au laitier CEM III B-S 65-79 21.35 - - - au laitier CEM III A-D 90.94 - 6-10 - - - iment Portland CEM III A-D 90.94 - 6-10 - - - - iment Portland CEM III A-D 80.94 - - 6-20 -</td> <td>K S D⁶⁰ P Q V W iment Portland CEM II/A-S 80-94 6-20 -</td> <td>K S D⁴⁰ P Q V W T iment Portland au laitier CEM II/A-S 80.94 6-20 -<!--</td--><td>K S D³⁴ P Q V W T L iment Portland CEM IIA-S 80-94 6-20 -</td><td>K S D⁴⁴ P Q V W T L LLL iment Portland CEM II/A-S 80.94 6-20 -</td></td>	K S D ^{bit P iment Portland CEM II 95-100 - - au laitier CEM III/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM III/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM III/A-S 80-94 6-20 - au laitier CEM III/A-D 90-94 - 6-10 - silice CEM III/A-D 90-94 - 6-10 - iment Portland CEM III/A-P 80-94 - - 6-20 iment Portland CEM III/A-V 80-94 - - - CEM III/A-V 80-94 - - - - CEM III/A-V 80-94 - - - - CEM III/A-V 80-94 - - - - cement Portland CEM III/A-V 80-94 - - - au calcaire CEM III/A-L 80-94 - - -}	K S D ^{bii} P Q iment Portland CEM II/A-S 80.94 6-20 - - au laitier CEM II/A-S 80.94 6-20 - - - au laitier CEM II/B-S 65.79 21.35 - - - iment Portland A famée de CEM II/A-D 90.94 - 6-10 - - silice CEM II/A-P 80.94 - - 6-20 - - iment Portland CEM II/A-P 80.94 - - 6-20 - - 21.35 - - 21.35 - - 21.35 - - - - - - 21.35 -	K S D ^{bb} P Q V iment Portland CEM II 95-100 - - - - au laitier CEM III A-S 80.94 6-20 - - - au laitier CEM III B-S 65-79 21.35 - - - au laitier CEM III A-D 90.94 - 6-10 - - - iment Portland CEM III A-D 90.94 - 6-10 - - - - iment Portland CEM III A-D 80.94 - - 6-20 -	K S D ⁶⁰ P Q V W iment Portland CEM II/A-S 80-94 6-20 -	K S D ⁴⁰ P Q V W T iment Portland au laitier CEM II/A-S 80.94 6-20 - </td <td>K S D³⁴ P Q V W T L iment Portland CEM IIA-S 80-94 6-20 -</td> <td>K S D⁴⁴ P Q V W T L LLL iment Portland CEM II/A-S 80.94 6-20 -</td>	K S D ³⁴ P Q V W T L iment Portland CEM IIA-S 80-94 6-20 -	K S D ⁴⁴ P Q V W T L LLL iment Portland CEM II/A-S 80.94 6-20 -		

Tableau I.1 : Types de ciment et leur composition (Normalisation française et européenne des ciments NF EN 197-1)

Les principaux constituants sont entre autres :

• <u>Le clinker</u>

La composition du clinker en oxyde se situe dans la gamme : 50 à 70% C, 15 à 30% S, 5 à 10% A, 5 à 15% F et quelques % d'autres composés mineurs. Cette composition en oxyde est ajustée de manière précise de façon à optimiser les propriétés hydrauliques et à diminuer les coûts de production du ciment. Le clinker est constitué principalement de quatre phases : le silicate tricalcique C₃S (60 à 65%), le silicate bicalcique C₂S (20 à 25%), l'aluminate tricalcique C₃A (8 à 10%) et l'alumino-ferrite tetracalcique C₄AF (8 à 12%).

• Le sulfate de calcium

Encore appelé gypse ou hémihydrate, le sulfate de calcium est ajouté (environ 5%) au clinker pour régulariser la prise du ciment. Notons toutefois que son ajout aux clinkers conduit au ciment Portland artificiel.

• Les additions principales

Ce sont les laitiers, les cendres volantes, les pouzzolanes et les fumées de silice (NF EN 197-1).

I.1.2 Hydratation du ciment

L'hydratation du ciment fait intervenir les réactions de ses constituants avec l'eau de gâchage. Les anhydres du ciment vont réagir avec l'eau du gâchage pour former des hydrates. Nous ne parlerons dans ce paragraphe que de l'hydratation des principaux minéraux de clinker purs cités auparavant. Les mécanismes élémentaires d'action de l'eau sur le ciment sont amplement détaillés dans la littérature [88]. Les anhydres et les hydrates cités dans ce paragraphe sont résumés dans le tableau ci-dessous.

Notation abrégée	Formule Chimique en oxyde	dénomination
C ₃ S	(CaO) ₃ -SiO ₂	Silicate tricalcique
C_2S	(CaO) ₂ -SiO ₂	Silicate bicalcique
C ₃ A	(CaO) ₃ -Al ₂ O ₃	Aluminate tricalcique
C ₄ AF	(CaO) ₄ -Al ₂ O ₃ -Fe ₂ O ₃	Aluminoferrite tétracalcique
СН	Ca(OH) ₂	Portlandite
C-S-H	$(CaO)_x$ -SiO ₂ - $(H_2O)_y$	Silicate de calcium hydraté
$C_{3}A.(C\bar{S})_{3.}H_{32}$	(CaO) ₆ -Al ₂ O ₃ -(SO ₃) ₃ -(H ₂ O) ₃₂	Ettringite ou "Aft"
$C_3A.C\overline{S}.H_{12}$	$(CaO)_6-Al_2O_3-(SO_3)-(H_2O)_{12}$	Monosulfoaluminate de calcium hydrate ou "Afm"
C ₂ AH ₈	(CaO) ₂ -Al ₂ O ₃ -(H ₂ O) ₈	Aluminate dicalcique hydraté
C ₃ AH ₆	(CaO) ₃ -Al ₂ O ₃ -(H ₂ O) ₆	Aluminate tricalcique hydraté
C ₄ AH ₁₃	$(CaO)_4$ -Al ₂ O ₃ - $(H_2O)_{13}$	Aluminate tétracalcique hydraté

Tableau I.2 : Notation abrégée des différents constituants du ciment

I.1.2.1 Hydratation de C₃S

Le C₃S est le constituant majeur du ciment Portland artificiel. Il joue un rôle important dans la formation des hydrates et dans l'évolution des propriétés mécaniques (résistance mécanique et module d'élasticité) du matériau. Les études ont montré qu'environ 70% du C₃S a réagi au bout de 28 jours, et qu'à peu près tout le C₃S s'est hydraté après 1an pour former de la portlandite (Ca(OH)₂ ou CH) et du silicate de calcium hydraté ((CaO)_x-SiO₂-(H₂O)_y ou CSH). Le CSH est quasiment amorphe et de composition variable suivant les valeurs de x et de y (1 < x < 2 et 2 < y < 4) [144]. Il est principalement à l'origine du développement des caractéristiques mécaniques du matériau. La CH quant à elle, demeure dans un état cristallisé ou amorphe selon l'espace qu'elle trouve pour précipiter [125], elle est composée de feuillets d'octaèdres de calcium reliés entre eux par des arêtes. Les forces agissantes entre les feuillets sont minimales. La réaction de C₃S avec l'eau se décompose classiquement en quatre phases successives [51] [88]:

• La période initiale correspondant au gâchage.

Au cours du gâchage, le C_3S se dissout superficiellement et libère des ions en solution : la protonation des ions SiO_4^{4-} à la surface de C_3S , la formation d'ions solubles $H_2SiO_4^{2-}$ et la libération des ions calcium. Très rapidement, la solution devient saturée, le silicate de calcium hydraté précipite rapidement. Les réactions amenant à la précipitation rapide de CSH peuvent être écrites suivant les équations :

$$2 \text{ Ca}_{3}\text{SiO}_{5} + 6 \text{ H}_{2}\text{O} \longrightarrow 6 \text{ Ca}^{2+} + 2 \text{ H}_{2}\text{SiO}_{4}^{2-} + 8 \text{ OH}^{-}$$
$$3 \text{ Ca}^{2+} + 2\text{H}_{2}\text{SiO}_{4}^{2-} + 2 \text{ OH}^{-} + 2 \text{ H}_{2}\text{O} \longrightarrow \text{Ca}_{3}\text{H}_{2}\text{Si}_{2}\text{O}_{7}(\text{OH})_{2}, 3\text{H}_{2}\text{O}$$

• Après cette première précipitation rapide de CSH, les réactions d'hydratation de C₃S se poursuivent lentement. Cette période est dite « la période dormante » et dure quelques minutes ou quelques heures suivant les conditions de gâchage. Au cours de cette période, la pâte de C₃S reste maniable et la solution devient de plus en plus sursaturée vis-à-vis de la portlandite. Dès que le seuil de sursaturation de la solution vis-à-vis de la portlandite est atteint, cette dernière se précipite suivant l'équation :

 $Ca^{2+} + 2 OH^{-} \longrightarrow Ca(OH)_2$

Avec la précipitation de CH, la solution interstitielle devient de plus en plus pauvre en concentration d'ion Ca^{2+} et OH⁻. Ce phénomène traduit la fin de la période dormante.

- La précipitation de CH entraîne une dissolution des graines de C₃S conduisant ainsi à une formation rapide et en quantité des hydrates CSH. La pâte devient alors de plus en plus consistante : c'est le début de prise. Les cristaux de CH et les fibres de CSH s'enchevêtrent et remplissent peu à peu les pores capillaires.
- L'hydratation se poursuit mais beaucoup plus lentement car les hydrates formés entourent les anhydres de C₃S. La porosité du matériau décroît continuellement et le réseau de produits hydratés devient de plus en plus dense : c'est la période de durcissement.

Ces différentes périodes de l'hydratation de C_3S sont résumées sous forme de modèle par Regourd et *al*. [112] (figure I.1).

c ₃ s	t ≃o Le C₃S est anhydre
$C_{3}S \xrightarrow{Ca^{2+}}_{H_{3}Si_{4}}$	$t = \varepsilon$ Il s'effectue la dissolution congruente de cette phase.
C ₃ S Ca ²⁺	t = 10s 11 se forme un hydrate primaire de rapport Ca/Si voisin de 1.
С ₃ 5 (, Са ²⁺ 	10s <t<1min. L'hydrate primaire se transforme en un hydrate secondaire, de rapport Ca/Si voisin de 2.</t<1min.
$C_{3}S \xrightarrow{[1]_{1}}_{[1]_{1}} H^{+}$ $C_{3}S \xrightarrow{[1]_{1}}_{[1]_{1}} Ca^{2+}$ Ca^{2+}	lmin.< t< 4h L'hydrate secondaire croît par chimisorption des ions Ca^{+2} provenant de la solution et du C ₃ S sous-jacent.
c38	$T \approx 4h$ C'est la fin de la période dormante. Nous observons une dissolution congruente de C ₃ S après réorganisation de l'hydrate secondaire.
	T > 4h Les C-S-H fibreux, ainsi que Ca(OH) ₂ en plaquette, précipitent.

FIG. I.1: Schéma d'un modèle de l'hydratation initiale du C_3S , E/C = 0,50 [112]

I.1.2.2 Hydratation de C₂S

L'hydratation de C_2S est identique à celle de C_3S , mais avec une cinétique différente. Les études ont montré que le C_2S réagit de la même façon que le C_3S mais avec une cinétique plus faible [136]. Contrairement au C_3S , seule 30% de C_2S a réagi au bout de 28jours, et 90% en 1 an [132] ; toutefois, il se forme une proportion plus importante de CSH et moins de CH lors de l'hydratation de C_2S que de C_3S . Cette différence de proportion d'hydrates formés est liée au rapport C/S plus faible pour le C_2S . On résume ci-dessous la réaction d'hydratation de C_2S et de C_3S .

 $C_3S + 3 H \longrightarrow CSH + 2 CH$ $C_2S + 2 H \longrightarrow CSH + CH$

I.1.2.3 Hydratation de C₃A

Une pâte de ciment contenant uniquement du C_3A perd rapidement toute maniabilité, ce qui se caractérise par une prise rapide. Au contact de l'eau, l'aluminate tricalcique forme directement des phases hydratées intermédiaires C_2AH_8 , C_4AH_{19} , C_4AH_{13} [133]. La prise rapide de la pâte de C_3A est liée à la formation de ces phases hydratées intermédiaires. Ces phases évoluent ensuite vers une phase plus stable C_3AH_6 avec une cinétique fortement dépendante de la température. Les équations chimiques qui gouvernent la réaction d'hydratation de C_3A peuvent être présentées comme suit :

$$2 C_{3}A + 27 H \longrightarrow C_{2}AH_{8} + C_{4}AH_{19}$$
$$2 C_{3}A + 21 H \longrightarrow C_{2}AH_{8} + C_{4}AH_{13}$$
$$C_{2}AH_{8} + C_{4}AH_{19} \longrightarrow 2 C_{3}AH_{6} + 15 H$$

L'addition de gypse permet de régulariser l'hydratation de C_3A et d'éviter le phénomène de fausse prise de la pâte du ciment. Au cours du gâchage, le C_3A et le gypse se dissolvent très rapidement selon les réactions suivantes :

$$C_3A + 2 H \longrightarrow 3 Ca^{2+} + 2 AlO_2^- + 4 OH$$

 $CaSO_4, H_2O \longrightarrow Ca^{2+} + SO_4^{2-} + H_2O.$

Les sulfates passent en solution plus rapidement que l'alumine de C_3A . De ce fait, ils arrivent au contact de C_3A alors que l'alumine a très peu diffusé dans la solution. La solution devient très vite saturée par rapport à l'ettringite. Les ions libérés au cours de la dissolution du gypse et de C_3A se combinent pour former instantanément le trisulfoaluminate de calcium hydraté (ou Aft) jusqu'à l'épuisement du gypse suivant la réaction :

$$29 \text{ H}_2\text{O} + 6 \text{ Ca}^{2+} + \text{Al}_2\text{O}_3^- + 3 \text{ SO}_4^{2-} + 6 \text{ OH}^- \longrightarrow \text{C}_3\text{A}_3(\text{C}\overline{\text{S}})_1\text{H}_{32}$$

La solution s'appauvrit alors en ions sulfates et le trisulfoaluminate de calcium hydraté (ou Aft) évolue vers une phase de type Afm, le monosulfoaluminate de calcium hydraté ($C_3A.C\overline{S}.H_{12}$). LÖCHER et *al.* [92], ont proposé un diagramme (figure I.2) montrant la nature des hydrates formés en fonction des quantités et de la réaction de C_3A avec du SO₃ et leurs influences sur la rhéologie de la pâte du ciment.

C.A	50.	SO ₁ Recristallisation d'ettrineite					
e ja	00,	10 min.	1h	3h			
Pren	nière	_					
f	f	OS"	0S"				
Deux	ième		استار	Jurally,			
F	F	0S"	œ,	Q,			
Trois	iéme		an Me	M Sully			
F	f	GR.	S,				
Quatr	ième	mm	100.000	woodlage.			
f	F	W.	QB.				

FIG. I.2: Influence de la cristallisation des sulfoaluminates sur la rhéologie de la pâte de ciment [92], (f = faible, F = fort, M = bonne maniabilité, P = prise)

I.1.2.4 Hydratation de C₄AF

De nombreuses études ont montré que, dans les conditions identiques d'hydratation, les produits issus de l'hydratation de C₄AF sont similaires à ceux formés par l'hydratation de C₃A [16] [58] [133]. Dans le cas de C₄AF, une partie de l'aluminium est remplacée par du fer

dans l'ettringite et dans le monosulfoaluminate. A température ambiante, la cinétique d'hydratation de C₄AF est 4 à 5 fois beaucoup plus faible que celle de C₃A. En effet, la solubilité de l'hydroxyde de fer en milieu basique est beaucoup plus faible que celle de l'hydroxyde d'aluminium.

Dans cette partie où nous avons parlé de l'hydratation du ciment, nous avons pris isolement les principaux minéraux du clinker. Mais il convient de noter que les réactions d'hydratation de ces minéraux ne se déroulent pas de façon indépendante, mais sont au contraire soumises à des interactions. Par exemple, une faible proportion de C_3S suffit à activer fortement la réaction de l'hydratation de C_2S . De même, les réactions de silicates sont thermo activées par la chaleur de réaction des aluminates ; à l'inverse, l'augmentation des concentrations en ions Ca^{2+} et OH⁻ dans la phase aqueuse, due à la libération de la chaux lors de l'hydratation de C_3S , modifie notablement la vitesse de la réaction d'hydratation de C_3A . A la suite de ce paragraphe I.1.2, nous aborderons la mesure du taux d'hydratation du ciment.

I.1.3 Degré d'hydratation

Le degré d'hydratation $\alpha(t)$ du ciment est défini par le rapport entre la quantité de ciment hydraté à l'instant t et la quantité totale de ciment. Les méthodes les plus utilisées pour le mesurer sont : la détermination par diffraction des rayons X, la détermination à partir de l'eau liée chimiquement, la détermination par calorimétrie isotherme et la détermination par analyse d'image. Plusieurs facteurs peuvent influencer le degré d'hydratation. Parmi ces facteurs, on peut citer la distribution de tailles de particules, la nature et la composition du ciment, le rapport E/C, la température. Cette dépendance du degré d'hydratation à la température est généralement prise en compte à travers l'énergie d'activation apparente. L'influence de la température sur l'évolution du degré d'hydratation ne sera pas développée dans ce travail. Une étude détaillée peu être consultée dans la thèse de Boumiz [36].

I.1.3.1 Détermination par analyse d'images

Elle se base sur la quantification de la phase anhydre du ciment dans le matériau durci par traitement et analyse d'image au microscope électronique à balayage (MEB) en mode électrons rétro diffusés [15]. La connaissance de la quantité de ciment initiale présente dans le mélange permet d'estimer le degré d'hydratation $\alpha(t)$ à une échéance donnée.

I.1.3.2 Détermination à partir de l'eau libre

Le degré d'hydratation $\alpha(t)$ est estimé ici par le rapport entre la quantité d'eau chimiquement liée à l'instant t (W(t)) et la quantité d'eau nécessaire pour hydrater la totalité du ciment

 (W_{max}) . Cette estimation de $\alpha(t)$ est basée sur les travaux de Powers et Brownard [110]. Ces auteurs ont démontré que la quantité d'eau liée chimiquement dans un matériau cimentaire durcissant est proportionnelle à la quantité de produits formés quelque soit le stade d'avancement de la réaction. La quantité d'eau liée chimiquement à la pâte de ciment à l'instant t est évaluée par la différence de masse des éprouvettes soumises successivement au séchage à 105°C et à 1000°C. La quantité d'eau chimiquement liée correspondant à une hydratation complète du ciment peut, dans le cas du ciment Portland, être calculée à partir de la composition potentielle du ciment anhydre [34] [75]. Toutefois Powers et Brownard [110] ont estimé cette valeur à 25% de la quantité initiale du ciment.

I.1.3.3 Détermination par diffraction des rayons X

C'est une méthode quantitative qui consiste à déterminer la quantité du ciment non hydraté. La précision de cette technique nécessite un dépouillement très long. Néanmoins, des études comparatives ont montré une bonne corrélation entre les mesures issues de l'analyse des rayons X et celles obtenues par mesure de la quantité d'eau liée chimiquement [46]. Toutefois, Byfors rapporte qu'au très jeune âge, il existe une différence entre les mesures issues de ces méthodes [40]. L'auteur attribue cette différence à la difficulté d'arrêter promptement l'hydratation à un stade (au très jeune âge) où celle-ci progresse très rapidement.

I.1.3.4 Détermination par la quantité de chaleur dégagée

Le degré d'hydratation $\alpha(t)$ est défini par le rapport entre la quantité de chaleur dégagée à un instant t (Q(t)) et la quantité de chaleur (Q_{tot}) dégagée pour un temps de cure infini :

$$\alpha(t) = \frac{Q(t)}{Q_{tot}}$$

 Q_{tot} est connu pour l'hydratation des constituants purs et est estimé en première approximation :

$$Q_{tot} = A.q_1(C_3S) + B.q_2(C_2S) + C.q_3(C_3A) + D.q_4(C_4AF)$$

Où A, B, C, D sont les proportions massiques des phases pures du clinker (C₃S, C₂S, C₃A et C₄AF) et q_1 , q_2 , q_3 , q_4 sont les chaleurs d'hydratation des phases pures du clinker. Notons que ces valeurs sont légèrement différentes selon les auteurs. Nous présentons dans le tableau I.3 les valeurs tirées de la littérature pour les q_1 , q_2 , q_3 et q_4 [100] [133] [145].

	Breugel	Taylor	Neville	Woods	Bogue	Catharin
$C_3S: q_1(j/g)$	526	517	500	570	500	500
$C_2S: q_2(j/g)$	258	262	260	260	260	251
C ₃ A: $q_3(j/g)$	696	1144	900	840	866	1340
C ₄ AF: q_4 (j/g)	258	418	420	125	125	42

Tableau I.3 : Les valeurs des chaleurs massiques d'hydratation des phases pures du clinker à 28 jours.

Il existe plusieurs méthodes expérimentales calorimétriques pour déterminer la quantité de chaleur Q(t) pendant l'hydratation. Ces différentes méthodes sont comparées dans la littérature [90] [146]. Les plus courantes sont [137] :

- La technique de dissolution : c'est une méthode indirecte dans laquelle on détermine la chaleur d'hydratation, à un instant t, par différence entre la chaleur de dissolution du ciment anhydre et celle de la pâte de ciment hydraté au temps t. Cette méthode est délicate et peu fiable.
- La calorimétrie isotherme : pendant l'hydratation, le matériau est maintenu à une température constante. Elle permet de mesurer les flux énergétiques, à partir desquels la quantité de chaleur est calculée. Cet essai est parfois coûteux et le flux de chaleur est souvent trop faible (surtout à 20°C) pour la précision des équipements de mesure.
- La calorimétrie adiabatique : dans cet essai, les échanges de chaleur avec l'extérieur sont empêchés durant l'hydratation et l'élévation de température permet de calculer la quantité de chaleur à l'instant t. Cet essai paraît difficile voire impossible à réaliser sur le chantier. Il a été développé un essai semi adiabatique basé sur le principe de la norme NF P 15-436. C'est ce dernier essai qui sera utilisé dans ce travail de thèse.

I.1.4 Conséquences de l'hydratation : évolutions des propriétés mécaniques

La formation des hydrates entraîne une évolution de la microstructure de la matrice cimentaire. Il s'en suit des conséquences d'ordre physique et mécanique au niveau de la structure cimentaire.

Sur le plan physique, outre le phénomène de prise et de durcissement de la matrice cimentaire, l'hydratation conduit à des variations dimensionnelles de la structure inhérentes aux phénomènes de contraction de Le Chatelier, à l'autodessiccation et à la variation thermique. Dans ce paragraphe, nous ne parlerons pas de ces variations dimensionnelles, elles seront développées plus tard dans le paragraphe I.2.

Sur le plan mécanique, au cours de l'hydratation, le matériau passe d'un état fluide en un état solide élastique poreux. On atteint dans un premier temps, le seuil de percolation mécanique (prise) puis le développement de la microstructure. L'hydratation réduit peu à peu la porosité du matériau. Elle continue jusqu'à la consommation totale des grains anhydres si la quantité d'eau est suffisante pour satisfaire cette réaction. Les performances mécaniques du matériau cimentaire évoluent au cours du temps et sont intimement liées au développement de la microstructure du matériau. Dans la littérature, les études sur l'évolution de ces caractéristiques mécaniques sont souvent concentrées sur la résistance en compression et sur le module d'Young. De nombreux auteurs ont lié l'évolution de ces propriétés mécaniques soit au temps, soit à la porosité, soit au degré d'hydratation ou à la maturation.

En 1892, Féret [56] a relié la résistance en compression R_c des mortiers à la porosité initiale Φ_i qui dépend du rapport E/C utilisé et de l'air entraîné lors du gâchage. Il propose la formule :

$$R_{c}(t) = R_{c}^{*}(t)(1-\Phi_{i})^{2}$$
(I.1)

avec

$$\Phi_{i} = \frac{V_{e} + V_{a}}{V_{c} + V_{e} + V_{a}}$$
(I.2)

 V_c , V_e , et V_a sont respectivement les volumes du ciment initial, d'eau du gâchage et d'air entraîné. La mesure de $R_c(t)$, de V_a et la connaissance du rapport E/C permettent d'évaluer $R_c^*(t)$ qui selon Féret ne dépend que du temps de mûrissement. La connaissance de $R_c^*(t)$ permet alors de déterminer la résistance en compression pour le même temps de durcissement pour n'importe quel rapport E/C [36]. En 1896, Féret a étendu sa formule au béton en introduisant une constante qui intègre le rôle des granulats. Il propose donc pour le béton la formule [41] :

$$f_{c}(t) = \frac{K_{f}R_{c}(t)}{(1+3,15E/C)^{2}}$$
(I.3)

où

 $f_c(t)$: la résistance en compression du béton à l'âge t

R_c(t) : la résistance à l'âge t mesurée sur un mortier normalisé

 $K_{\rm f}$: une constante qui intègre le rôle des granulats. Elle varie autour de 4,9 pour les granulats ordinaires.

En 1953, Ryshkewitch [117] s'est plutôt penché sur les modules élastiques et avait proposé une loi de type :

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \exp(-\mathbf{A}\Phi) \tag{I.4}$$

 E_0 est le module d'Young à porosité nulle,

A est une constante qui dépend de la nature des contacts entre les grains,

 Φ est la porosité totale du matériau.

Les récents développements du béton à hautes et à très hautes performances montrent qu'il est possible d'augmenter fortement les caractéristiques mécaniques du matériau en diminuant sa porosité. La description de l'évolution des caractéristiques mécaniques des structures cimentaires en fonction de la porosité pourrait poser un problème d'ordre expérimental. Lorsque le matériau en est encore au très jeune âge, il est difficile voire impossible d'évaluer avec précision les différentes porosités du matériau. Une solution est de modéliser directement l'évolution du module d'Young et de la résistance mécanique en fonction du temps de mûrissement. La figure I.3 montre les résultats expérimentaux obtenus par Nonat [102] sur l'évolution des caractéristiques viscoélastiques d'une pâte de ciment. L'hydratation du ciment conduit à l'évolution rapide du module élastique (ici G') du matériau avant même sa prise (seuil de percolation).



FIG. I.3: Evolution au jeune âge des caractéristiques viscoélastique d'une pâte de ciment [102]

On note une évolution très rapide du module élastique autour de la prise du matériau. Sur la figure I.3, les échelles sont logarithmiques. Cependant certains auteurs estiment que le temps n'est pas un bon paramètre pour comparer les performances mécaniques des structures cimentaires contenant différentes doses d'adjuvants (effet retardateur par exemple). Ils introduisent donc, soit le degré d'hydratation (α), soit la maturation (M) pour modéliser le caractère évolutif des caractéristiques mécaniques des structures cimentaires. L'objectif étant de connaître l'influence de l'évolution chimique de la pâte du ciment sur son évolution mécanique.

Ainsi, Granju [61] a étendu l'application de la formule de Féret aux pâtes pures de ciment. Il a comparé des pâtes présentant non plus le même temps de mûrissement mais le même degré d'hydratation. Il propose donc :

$$R_c(\alpha) = R_c^*(\alpha)(1-\Phi_i)^n \tag{I.5}$$

n : exposant qui dépend de la nature du mélange (pâte de ciment, mortier ou béton)

 $\mathbf{R}_{c}^{*}(\alpha)$: est une constante qui représente la résistance en compression à porosité nulle.

Dans le cas des pâtes de ciment durcies, Granju a trouvé un exposant compris entre 5 et 6. Toutefois sur l'évolution de la résistance en compression du béton en fonction de l'avancement de la réaction d'hydratation, il y a deux thèses qui s'affrontent. La première propose une évolution linéaire entre la résistance en compression et le degré d'hydratation (figure I.4). Ce modèle est celui proposé par Byfors [40] et Taplin [131]. La seconde soutient une évolution en puissance entre la résistance en compression et le degré d'hydratation (figure I.5). Cette thèse est défendue par Lawrence [86] et Locher [91]. Dans les deux cas, l'unanimité est faite sur l'un des paramètres les plus importants qui a une influence directe sur la relation entre la résistance en compression et le degré d'hydratation ; il s'agit du rapport E/C (w/c sur les figures I.4 et I.5). Ce dernier affecte d'une manière importante le développement de la résistance en compression en fonction du degré d'hydratation. En effet plus le rapport E/C est élevé, plus la distance moyenne dans la pâte de ciment entre les grains anhydres est grande et plus la quantité d'hydrates nécessaire pour combler l'espace poreux est importante.



FIG. I.4: Résistances en compression en fonction du degré d'hydratation (Wn/c $\approx 0.25 \alpha$) [131]



FIG. I.5: Résistance en compression en fonction du degré d'hydratation [91]

Les résultats expérimentaux (figure I.6) de Boumiz sur l'évolution du module élastique en fonction de l'avancement de l'hydratation ont montré également l'influence du rapport E/C [36].



FIG. I.6: Evolution du module d'Young en fonction du degré d'hydratation des pâtes de C_3S $(T = 20^{\circ}C)$ [36]

Concernant l'évolution de la résistance à la compression en fonction de l'hydratation, Byfors a remarqué toutefois qu'au voisinage du seuil de percolation la relation n'est plus linéaire. Il proposa donc une relation bilinéaire de type :

$$\mathbf{R}_{c}(\alpha) = \begin{cases} \alpha \mathbf{R}_{co} & \text{si} : \alpha \leq \alpha_{o} \text{ avec } \mathbf{R}_{co} = \alpha_{o} \mathbf{R}_{c}(\infty)/10 \\ \\ [\mathbf{R}_{c}(\infty) - \mathbf{R}_{co}][(\alpha - \alpha_{o})/(1 - \alpha_{o})] + \mathbf{R}_{co} & \text{si} : \alpha > \alpha_{o} \end{cases}$$
(I.6)

où α_o est le seuil du matériau durci, c'est-à-dire le degré d'hydratation à partir duquel le matériau peut être considéré comme un matériau solide (ou seuil de percolation mécanique), $R_c(\infty)$ est la résistance en compression du matériau durci. Coussy [48], dans sa modélisation de l'évolution du module d'Young du béton, s'est basé sur cette formulation bilinéaire de Byfors. Il propose la formule :

$$E(\alpha) = E_{\infty} f(\alpha) \tag{I.7}$$

avec:

$$f(\alpha) = \frac{1 + 1,37 (R_c(\infty))^{2,204}}{1 + 1,37 (R_c(\alpha))^{2,204}} \left(\frac{R_c(\alpha)}{R_c(\infty)}\right)^{2,675}$$
(I.8)

où: $E(\infty)$ est le module d'Young du matériau durci $R_c(\alpha)$ est résistance en compression définie dans la relation (I.7).



FIG. I.7: Evolution au jeune âge du module d'Young d'un béton ordinaire (BO : E/C=0,5) et d'un béton à haute performance (BHP : E/C=0,3) [48]

La figure I.7 montre les résultats de Coussy [48] qui a utilisé le modèle de Byfors. Ce modèle prédit donc une évolution logarithmique du module d'Young en fonction du degré d'hydratation. Cependant les résultats expérimentaux de Boumiz (figure I.6) laissent penser à une évolution en puissance du moins au jeune âge.

D'autres auteurs ont préféré utiliser le terme de maturation (un terme qui représente une variable globale du vieillissement) pour décrire l'évolution des caractéristiques mécaniques du béton. Bournazel [37] a utilisé le paramètre maturation (M) pour décrire l'évolution du module d'Young et du coefficient de Poisson du béton. Il a formulé une loi linéaire de type :

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_{\infty} \mathbf{M} \tag{I.9}$$

$$v = 0.5 - aM$$
 (I.10)

(avec a = 0,3 dans le cas courant).

L'auteur propose pour M l'expression suivante :

$$M = \frac{K(T).(t - t_0)}{1 + K(T).(t - t_0)}$$
(I.11)

Dans l'expression (I.11), K(T) représente la loi d'Arrhenius et t_0 représente le temps de prise, c'est-à-dire le temps à partir duquel le matériau peut être considéré comme solide. On remarque que l'équation (I.11) ne permet pas de considérer l'évolution de la maturation du matériau depuis le gâchage. De ce fait, ce modèle néglige l'évolution des caractéristiques mécaniques du matériau avant la prise alors même que les résultats expérimentaux ont montré une évolution très rapide du module élastique autour du temps de prise (figure I.3). Si cette

évolution peut être négligée lorsqu'on étudie le matériau après prise, l'analyse de son comportement au très jeune âge (avant et pendant la prise) nécessite la connaissance de ses propriétés mécaniques avant la fin de prise.

I.2 Les sources de la fissuration précoce du béton

Les fissures précoces, souvent ouvertes, ayant échappé à la maîtrise générale de la fissuration par les armatures ou par les joints, sont préjudiciables à la durabilité des ouvrages en matériau cimentaire parce qu'elles peuvent faciliter la pénétration d'agents agressifs tels que l'eau, le dioxyde de carbone, les ions chlorures, les ions sulfates, etc. Ces fissures prématurées des matériaux cimentaires en dehors de toute charge extérieure sont essentiellement dues aux retraits. Le retrait des matrices cimentaires est en général un processus relativement complexe. Les retraits précoces peuvent être résumés en quatre points : le ressuage, le retrait plastique, le retrait endogène et le retrait thermique.

I.2.1 Le ressuage

C'est le tassement de la phase solide du béton frais sous l'effet de la pesanteur. Il correspond à l'exsudation superficielle d'une partie de l'eau de gâchage à la surface du béton frais. Ce phénomène est très remarqué sur les bétons ordinaires (avec un rapport E/C > 0,45) et se manifeste avant la prise du béton. Il peut générer des fissures ouvertes pouvant mesurer plusieurs dixièmes de millimètre lorsque le tassement est empêché par les armatures par exemple [5].

I.2.2 Le retrait plastique

Le retrait plastique est une déformation qui se manifeste tant que le béton est plastique, c'est à dire avant et/ou pendant la prise sous l'effet d'une dessiccation ou d'une autodessiccation; toutefois, Wang K. et *al.* [150], Turcry [142] ont montré que la partie de la déformation due à l'autodessiccation est minime tant que le béton reste plastique (figure I.8). Ce type de retrait se manifeste essentiellement sur des pièces minces (enduit, dalles, revêtement routiers). Le mécanisme est identique à celui qui se produit dans les sols fins ou argileux des zones de marnage lorsque l'eau se retire. Cette évaporation d'eau vers l'extérieur du béton résulte de la variation uniforme ou non de son humidité interne et a une influence sur son comportement mécanique. La variation est dite uniforme lorsque les gradients d'humidité sont nuls dans tout le volume du matériau et, est dite non uniforme dès lors qu'il se crée un gradient hydrique. Les déformations induites par cette évaporation qu'elle soit uniforme ou non s'accompagnent généralement d'une augmentation de la pression capillaire [141] [150]. Le retrait plastique est donc fonction de la pression capillaire. Il en résulte une fissuration superficielle de l'ouvrage

parfois très ouverte [52]. Cette fissuration est importante sur les pièces fines et apparaît très souvent par excès de traction lorsque le retrait est empêché (soit par une partie plus ancienne de la pièce...).



FIG. I.8 : Comparaison du retrait plastique mesuré avec et sans séchage d'un mortier à faible rapport E/C (0,34) [142].

Le mécanisme de pression capillaire, principale cause du retrait plastique du matériau cimentaire, peut être décrit par les équations de Laplace et de Kelvin. Rappelons que l'évaporation progressive de l'eau dans le béton crée en son sein et particulièrement à sa surface un système complexe de ménisques. Les lois de Laplace et de Kelvin sont établies à partir de l'équilibre mécanique et hygrométrique entre eau liquide, eau vapeur et le solide (figure I.9.) La loi de Laplace s'écrit :

$$P_{g} - P_{l} = \frac{2\sigma}{r} \cos\left(\theta\right) \tag{I.12}$$

Avec :

 P_g : pression de la phase gazeuse (air + vapeur d'eau). En s'appuyant sur la loi de Dalton, on peut écrire $P_g = P_a + P_v$

- P_a: pression partielle de l'air,
- P_v : pression partielle de vapeur d'eau,
- P_1 : pression de l'eau liquide,
- σ : tension superficielle de l'interface liquide/gaz
- r : rayon du pore où le ménisque existe
- θ : angle de mouillage.



FIG. I.9: Représentation schématique d'un ménisque au cours du séchage

Kelvin, de son côté, a relié la pression capillaire $(P_g - P_1)$ à l'humidité relative interne du matériau. Il propose la loi suivante:

$$P_g - P_l = -\frac{RT\rho_l}{M}\ln(HR)$$
(I.13)

Avec:

M : masse molaire de l'eau,

R : constante des gaz parfaits,

T : température absolue,

 ρ_1 : masse volumique de l'eau,

HR: humidité relative interne du matériau.

Dans la littérature, les études ont montré que l'utilisation des lois de Laplace et de Kelvin pour évaluer les effets des ménisques présente une limite. Certains auteurs estiment que les lois de Laplace et de Kelvin peuvent être utilisées pour un rayon de courbure de ménisque supérieur à 50 Å [57], donc pour des humidités relatives supérieures à 80%. Les équations (I.12) et (I.13) montrent que la pression capillaire qui se développe à une humidité relative comprise entre 80% et 100% peut atteindre 30 MPa. Le squelette solide subit alors une compression ou un retrait assez important, surtout au jeune âge [75]; ce qui conduit à la fissuration précoce du matériau lorsque ce retrait est empêché.

I.2.3 Le retrait endogène

Le retrait endogène résulte de deux phénomènes : l'un chimique (retrait chimique) et l'autre physique (retrait d'autodessiccation). Le retrait endogène d'origine chimique a été découvert par Le Chatelier en 1900 et porte aujourd'hui son nom : la "contraction de Le Chatelier". Le Chatelier a montré que lors de l'hydratation, le volume des hydrates formés est plus petit que le volume initial d'eau et de ciment. Ce phénomène se produit avant la prise et provoque une diminution de volume comprise entre 8 et 10% de la somme des volumes initiaux du ciment et d'eau [4]. Pour la pâte de ciment, il est compris entre 8 et 12% [9]. Il faut noter que la

contraction de Le Chatelier ne dépend pas du rapport E/C. Le retrait endogène dû à l'autodessiccation est une conséquence macroscopique du retrait chimique. Il est défini comme la contraction volumique de la pâte de ciment sans échange d'humidité avec le milieu extérieur en conditions isothermes [3]. Les recherches déjà menées sur ce retrait montrent que c'est le phénomène principal pour tous les bétons présentant une compacité élevée et une distribution poreuse fine. Le risque de fissuration précoce est alors important. Durant l'hydratation, le retrait chimique se poursuit en même temps que le développement de la microstructure de la structure cimentaire. Les particules solides deviennent peu à peu solidaires entraînant la prise de la structure cimentaire. La diminution du volume n'est plus libre à l'échelle de la microstructure dès le début de la prise, elle est gênée par le squelette minéral naissant. Le retrait est donc empêché, ce qui génère des contraintes locales de traction dans le matériau. Il y a un risque de fissuration prématurée, lorsque les contraintes locales ainsi générées arrivent à atteindre, voir dépasser la résistance en traction du matériau. Il est à noter que ce retrait est négligeable à l'échelle de la structure lorsque le rapport E/C est supérieur à 0,45 [75].

I.2.4 Le retrait thermique

Ce retrait peut généralement engendrer des fissures dans les bétons de masse et les bétons traités thermiquement. Dans les bétons de masse, il se produit un gradient de température entre le cœur et la peau du béton. En effet, l'exothermicité de la réaction d'hydratation du ciment provoque une augmentation de la température au cœur du béton. Cette élévation de température se traduit par une dilatation de la structure dès le début de prise et durant tout le temps où le béton reste déformable. Au cours du refroidissement de la structure, le béton se contracte alors que la prise est déjà faite. La rigidité du béton empêche cette contraction. Dès lors, il se développe une importante contrainte de traction à la surface du béton alors que le cœur du béton est en compression. Il en résulte des gradients de contrainte, et potentiellement une fissuration superficielle de l'ouvrage si les contraintes en traction au niveau de la peau du béton sont supérieures à sa résistance en traction [5]. Les auteurs ont montré que, dès que l'épaisseur du béton dépasse 50 cm, ces fissures d'origine thermique sont inévitables dans le cadre de cette thèse, on ne se préoccupera pas de ce type de retrait par la suite car pour ces structures, le retrait thermique est négligeable.

L'objectif de ce travail de recherche est de comprendre la fissuration prématurée des produits minces. Nous ne nous intéresserons donc qu'au retrait plastique qui est la principale cause de la fissuration précoce de ces matériaux.

I.3 Le retrait plastique et la fissuration précoce du matériau cimentaire

Le retrait plastique est généralement défini comme la déformation du matériau cimentaire pendant la période s'écoulant entre la fabrication (gâchage du ciment avec l'eau) et la fin de prise. Durant cette période, le matériau immédiatement coulé, est sujet à des déformations issues de divers mécanismes complexes. Ces mécanismes peuvent être scindés en trois parties : le tassement ou le ressuage, le retrait endogène, et la déformation due au séchage. Le paragraphe I.2 de ce chapitre donne une explication de ces trois mécanismes. Nous présenterons dans ce paragraphe, quelques techniques de mesure du retrait plastique utilisées de nos jours et les mécanismes de fissuration du béton à l'état frais.

I.3.1 Techniques de mesures du retrait plastique.

Les techniques de mesures du retrait sont en général de deux types : la mesure linéique et la mesure volumique. Il existe aussi des méthodes de mesure du ressuage et du tassement dans la littérature [81] [142] mais ces dernières ne seront pas présentées ici.

La mesure volumique est surtout utilisée dans le cas endogène [35] [93]. Il est généralement question de la technique de pesée hydrostatique [97] où la pâte de ciment (ou le mortier) est placée dans une membrane souple (figures I.10et I.11). La variation de volume du matériau est déterminée par la relation de la poussée d'Archimède qui correspond au poids du liquide déplacé. Le retrait volumique est donc défini par :

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{(m_{eau(1)} - m_{eau(0)})}{(m_{air} - m_{eau(0)})}$$
(I.14)

Avec,

m_{eau(t)}: masse de l'éprouvette dans l'eau à l'instant t,
m_{eau(0)}: masse de l'éprouvette dans l'eau au début de la manipulation,
m_{air}: masse de l'éprouvette dans l'air au début de la manipulation,

Bien que cette technique de mesure permette d'analyser le comportement du matériau, elle ne fait pas l'unanimité dans le monde scientifique. Barcelot et *al.* [19] estiment que les résultats issus de cette technique ne sont pas comparables à ceux obtenus avec la méthode habituellement utilisée (technique linéique). On doit sans doute cette différence au fait que si la méthode volumique considère un retrait isotrope, la méthode linéique ne rend compte du retrait que dans le plan normal de la gravité.


FIG. I.10 : Banc de mesure du retrait endogène [97]



FIG. I.11 : Dispositif du retrait endogène [93]

La mesure linéique a fait l'objet de plusieurs études [119] [126] [134] [142]. Le principe de cette technique consiste à enregistrer les variations dimensionnelles d'une éprouvette prismatique de pâte de ciment, ou de mortier, ou de béton, dans une direction horizontale (généralement la plus longue). Le retrait est exprimé sous la forme :

$$\varepsilon(t) = \frac{(L_t - L_0)}{L_0}$$
(I.15)

Avec :

L_t : la longueur de l'éprouvette à l'instant t de la mesure

 L_0 : la longueur initiale.

Les dispositifs expérimentaux (un exemple : figure I.12) utilisés dans ce cas ont l'avantage de permettre l'étude du retrait endogène et exogène (séchage). Lorsque la surface de l'éprouvette de pâte de ciment, de mortier, ou de béton, est laissée à l'air libre ou en ambiance contrôlée, le déplacement $(L_t - L_0)$ correspond au retrait "total". Ce retrait total est la somme du retrait du séchage et du retrait endogène. Dans le cas où le séchage est empêché, le déplacement $(L_t L_0$) correspond au retrait endogène. Le dispositif expérimental représenté par la figure I.12 est un dispositif de mesure sans contact (contact entre le béton frais et le capteur) du retrait plastique. Le dispositif est composé d'un moule prismatique dont les parois intérieures sont couvertes d'une feuille de téflon pour minimiser le frottement ente le moule et l'éprouvette. Avant de couler le mortier dans le moule dont les deux extrémités sont percées en leur centre d'une ouverture circulaire, deux plaques minces en PVC sont collées sur les faces intérieures des deux extrémités du moule. Les ouvertures circulaires aux deux extrémités du moule permettent aux deux sondes laser d'enregistrer les déplacements des deux plaques minces de PVC lorsque l'échantillon de mortier se rétracte. Ainsi, les variations de longueurs de l'échantillon sont obtenues assez facilement. L'utilisation de laser permet d'éviter tout contact entre le mortier frais et le capteur. La précision de mesure est de l'ordre de 2 µm. Bien que cette technique de mesure sans contact du retrait plastique soit élégante, elle ne donne qu'une déformation à la mi-hauteur de l'échantillon et ne rend pas compte du retrait plus important à la surface.



FIG. I.12 : Schématisation de la mesure linéique du retrait plastique [142]

I.3.2 Lien entre retrait plastique et fissuration.

Le retrait plastique peut conduire dans certaines conditions environnementales ou structurelles à la fissuration du matériau cimentaire. Même si, dans certaines conditions, ces fissures restent microscopiques ou internes, le retrait du matériau après prise conduit nécessairement à l'ouverture des fissures et pourra poser des problèmes de durabilité de la structure. Dans la littérature, certains auteurs ont relié la fissuration prématurée à la déformation du matériau cimentaire. D'autres auteurs par contre, ont relié cette fissuration à la faible résistance en traction du matériau cimentaire dans ses premières heures de maturation.

Ainsi pour les premiers auteurs [24] [68] [71], la fissuration précoce du matériau est liée à sa capacité de déformation. La capacité de déformation est définie comme la déformation maximale qu'est capable de supporter le matériau frais. Les fissures apparaissent dans le matériau si le retrait plastique dépasse cette limite en déformation. La figure I.13, tirée de la publication de Bayasi et *al.* [24], montre que la capacité de déformation du béton frais diminue jusqu'à la prise avant d'augmenter légèrement. Cette même remarque a été faite par Holt et *al.* [71] sur les bétons frais. Ces derniers ont montré que pour les rapports E/C compris entre 0,4 et 0,6, la capacité de déformation est pratiquement la même du point de vue de la cinétique que de celui de l'amplitude. Cette diminution de la capacité de déformation du béton frais peut être associée à l'avancement de la réaction d'hydratation et à la perte d'eau par séchage, ou à la perte d'ouvrabilité du béton [65]. Contrairement à ces études qui montrent que la capacité de déformation critique au-delà de laquelle le matériau cimentaire s'endommage et que cette déformation critique est constante d'une pâte de ciment molle à une pâte de ciment durcie (figure I.14).



FIG I.13 : Schématisation de la fissuration à l'état frais, en termes de retrait et capacité de déformation [24].



FIG I.14 : Détermination de la capacité de déformation du béton [102]

Pour déterminer la déformation critique de la pâte de ciment, l'auteur a utilisé un rhéomètre dynamique (figure I.15). Le principe est basé sur le suivi du module élastique du matériau en réponse à une déformation sinusoïdale croissante appliquée à ce dernier. D'après l'auteur, lorsqu'on effectue ce test dès les premiers instants du gâchage jusqu'au-delà de la prise, on remarque que la déformation acceptable par la structure pour que celle-ci reste dans le domaine élastique, c'est à dire qu'elle ne soit pas détruite, est très petite : c'est la déformation critique ou la capacité de déformation de la pâte de ciment. Dans la littérature, les études consacrées à la capacité de déformation du béton frais sont rares, comparé aux études sur le retrait plastique. Ceci est dû sans doute à la difficulté d'exercer une traction sur un béton frais. Notons tout de même qu'à côté du rhéomètre dynamique de Nonat particulièrement adapté à la pâte de ciment et qui mesure un taux de cisaillement critique, quelques dispositifs expérimentaux de mesure de la capacité de déformation du béton frais ont été développés par d'autres auteurs [38] [66] (figure I.16) sur la base d'essai de traction.



FIG. I.15 : Dispositif de mesure de la capacité de déformation d'une pâte de ciment [102]



FIG. I.16 : Dispositif de mesure de la capacité de déformation du béton frais [66]

Hannant et *al*. [68] ont montré, qu'en absence de séchage, la capacité de déformation du béton peut aller jusqu'à 25mm/m ce qui rejoint l'observation précédente de Nonat (figure I.14). Notons que cette valeur peut être beaucoup plus faible dans le cas du séchage : un retrait plastique dépassant 1mm/m est considéré comme critique vis-à-vis de la fissuration précoce [71]. Nous présentons sur la figure I.17, les fissures précoces qu'on peut observer sur le matériau cimentaire soumis au séchage au très jeune âge. Ces fissures précoces, initialement peu ouvertes, s'ouvrent avec l'évolution du retrait [64].



FIG. I.17: Fissuration précoce d'une dalle de béton soumis au séchage au très jeune âge.

Cependant, il est à noter que l'utilisation de la capacité de déformation comme un critère de fissurabilité peut s'avérer d'une grande ambigüité selon qu'il s'agisse de fissuration révélée en surface et apparaissant lors du séchage du matériau (retrait plastique) ou de caractériser la naissance d'un endommagement interne au sein du matériau lors d'une sollicitation mécanique externe : Qu'il soit basé sur un essai de cisaillement (figure I.15) ou de traction (figure I.16), cette capacité de déformation adopte le principe d'une sollicitation externe au matériau au même titre que celui rencontré lors d'un essai de retrait empêché. Par contre,

d'autres observations faites par certains chercheurs (Al-Amoudi et Al. [10], de Bayazi et *al*. [24] par exemple) sur des dalles minces, rendent compte de phénomènes de fissuration susceptible d'apparaître en absence de toute sollicitation extérieure et/ou d'empêchement du retrait plastique à l'échelle de l'éprouvette. S'agissant de retrait libre au sens mécanique (c'est-à-dire un retrait libre à l'échelle de l'éprouvette), nous verrons plus loin dans ce mémoire (à la fin du chapitre III) que le lien entre la valeur de ce retrait et la fissuration induite n'est pas immédiate.

Indépendamment de la mesure d'une capacité de déformation, d'autres auteurs ont axé l'étude de la fissuration précoce du matériau cimentaire sur des études purement qualitatives. Ces études sont essentiellement consacrées à la détermination d'une part de l'âge d'apparition des fissures, d'autre part de la longueur ou de la largeur ou de l'aire totale des fissures. On associe très souvent à ces mesures, la mesure du taux d'évaporation du matériau cimentaire au cours du séchage [24] [150]. Le matériau cimentaire à l'état frais est soumis dans certains cas à un séchage intense où une circulation d'air est appliquée sur la surface du béton frais et/ou une forte température est appliquée à sa surface. Dans ces conditions, le fort taux d'évaporation d'eau du matériau engendre des fissures précoces et instantanées dans la structure cimentaire [10] [11] [24] [71]. Dans d'autres cas, c'est la géométrie de la structure qui conduit le béton frais à la fissuration [65] [135] [142]. Une liste non exhaustive de ces dispositifs expérimentaux peut être consultée dans la littérature [54]. Toutefois, nous en présenterons cidessous quelques uns. Ces dispositifs de fissuration peuvent être regroupés en quatre types selon la géométrie de la structure.

• *Plaque ou dalle mince* : le béton ou le mortier est coulé sur une faible épaisseur (figure I.18) et présente donc une grande surface d'évaporation par rapport à son volume. Le fort taux d'évaporation à la surface du matériau du fait de sa grande surface d'évaporation par rapport à son volume conduit le mortier ou le béton à la fissuration [10] [24] [150]. Toutefois, il est loisible de penser contrairement à ces derniers auteurs que la fissuration obtenue sur ces produits minces au très jeune âge n'est pas directement liée au fort taux d'évaporation mais aux effets induits par les conditions d'expérimentation. D'une part, si l'adhésion entre le moule et le matériau n'est pas minimisée au maximum, le séchage intense peut conduire à l'apparition des fissures à cause des frottements sur le fond du moule. D'autre part, la circulation du vent à la surface du matériau pour intensifier le séchage peut entraîner une hétérogénéité de déformation à sa surface. Ce qui entraînera des retraits différentiels à la surface du matériau et conduira ainsi à des fissures locales qui se présenteront sous forme d'un maillage non régulier comme nous l'avons vu sur la figure I.17.



Une plaque de 100 cm x 100 cm x 0.30 cm

FIG. I.18 : Schématisation du dispositif expérimental de la fissuration d'une plaque de mortier [10]

• *Dalle* : les fissures sont engendrées par la géométrie du moule. Des surélévations sont placées au fond du moule (figure I.19). Dans certains cas, des vis d'ancrage sont placées sur les parois latérales du moule. Le rôle de ces entailles ou de ces vis est d'empêcher le retrait localement. C'est cet empêchement local du retrait qui initie les fissures [142].



FIG. I.19 : Dalle de retrait empêché [142]

• *Anneau* : le matériau cimentaire est coulé autour d'un anneau en acier (figure I.20a) [72] [73] [138]. La rigidité de l'anneau en acier empêche le retrait de la matrice cimentaire. Ce qui conduit à la fissuration radiale du matériau par excès de traction. Parfois, des entailles sont placées à la périphérie de l'anneau en acier. Ces entailles ont pour rôle d'initier les fissures. Les travaux de Turcry [142] ont montré qu'en présence de ces entailles, l'anneau de mortier fissure environ deux fois plus vite. Un autre dispositif a été récemment utilisé (figure I.20b) : le mortier est coulé autour d'un béton de forme cubique ayant atteint sa maturation. Cinq entailles de 5 mm en acier sont placées sur le moule extérieur en forme cylindrique et par rapport aux angles du noyau

central. Les fissures précoces sont rapidement initiées par les entailles en acier placées par rapport aux quatre angles du noyau central [135]



FIG. I.20 : Anneau de fissuration aux jeunes âges.

• *Poutre* : le mortier ou le béton est coulé dans un moule ayant une section centrale prismatique de taille constante et des extrémités élargies pour en permettre l'amarrage dans des mors rigides [33] [108] [128] [129]. L'un des mors d'extrémité est fixé au bâti du montage, alors que l'autre, mobile, est relié à une cellule de charge et à un système de contrôle en boucle fermée (figure I.21). La fissuration est initiée par l'encastrement aux deux extrémités de la poutre.



FIG. I.21 : Banc d'essai en déformation empêchée pour le béton [128]

Il faut noter que, dans les cas de l'essai sur dalle avec des surélévations (figure I.19) et anneau avec des entailles (figure I.20b), il se produit un effet de structure (état de contrainte non homogène) dans le matériau ; ce qui conduit à une grande difficulté d'interprétation des

fissures induites dans ces cas d'essai. Dans une certaine mesure, il en est de même pour l'essai sur poutre, puisque la géométrie choisie conduit systématiquement à une rupture à proximité des mors, zone où siège une hétérogénéité de contrainte.

Même si les études des deux dernières décennies n'ont pas très clairement expliqué le mécanisme de la fissuration prématurée des structures minces à base de ciment, des méthodes empiriques ont été proposées pour éviter cette fissuration. En effet la fissuration est évitée simplement en protégeant du séchage la surface du matériau cimentaire. Il faut bien sûr que la cure appliquée soit réellement efficace. De nos jours, une nouvelle technique est apparue pour la maîtrise de la fissuration précoce en particulier pour les fissures liées au retrait plastique. Il s'agit de l'utilisation d'adjuvant anti-retrait ou l'incorporation des fibres dans le matériau cimentaire. Dans les paragraphes qui vont suivre, nous allons présenter le rôle que jouent ces renforts sur le comportement des matériaux à matrice cimentaire.

I.4 Béton renforcé de fibres

I.4.1 Généralités

Les fibres sont généralement utilisées pour renforcer des matériaux très divers : terre, plâtre, brique..., mais leur association avec le ciment, le mortier ou le béton, est un procédé récent. Elle constitue une nouvelle voie dans le domaine des matériaux composites dont les applications sont très variées :

- éléments non porteurs : panneaux de façade minces de 10 à 15 mm d'épaisseur ou panneaux Sandwich à isolant incorporé, sous plafonds, couvertures, cloisons, corniches, bardages, gaines de ventilation, panneaux anti-bruit, éléments décoratifs, mobilier urbain [99],
- les dallages industriels, les revêtements de tunnels, des galeries ou conduites d'adduction d'eau et d'assainissement, etc....

Selon les fibres utilisées et les ouvrages auxquels elles sont incorporées, l'ajout des fibres au béton permet d'obtenir entre autres [26] [45] [74] :

- la cohésion du béton frais,
- une amélioration du comportement aux jeunes âges du matériau,
- une meilleure résistance à la traction, à la flexion et aux chocs,
- une meilleure déformabilité du béton avant rupture (rupture ductile),
- une résistance à la fatigue,
- une résistance à l'usure,
- l'atténuation des effets thermique et de retrait (ce phénomène sera détaillé plus loin),
- la réduction du fluage (la déformation du béton avec le temps sous une contrainte constante). Par exemple, le fluage en traction est réduit d'environ 40 à 50%.

Néanmoins l'ajout des fibres au béton peut affecter sa mise en œuvre. Il peut susciter des effets tels que [79] [101] :

- la baisse de maniabilité,
- la formation d'oursin de fibres,
- l'abrasion de fibres.

La figure I.22 montre l'effet des fibres incorporées dans un béton sur son affaissement.



FIG. I.22: Effet des fibres incorporées dans un béton sur son affaissement [55].

I.4.2 Caractéristiques des fibres incorporées dans le béton

Il existe une grande diversité de fibres de renfort pour le ciment, le mortier ou le béton. Pour apprécier l'apport des fibres aux bétons et leur influence sur leurs lois d'évolutions, il importe de maîtriser leurs caractéristiques aussi bien géométriques que mécaniques. Les différentes fibres actuellement disponibles peuvent être classées selon :

- leurs origines en :

- fibres naturelles minérale et végétale : cellulose ;
- fibres synthétiques d'origine minérale : verre, carbone, fibre métallique ;
- fibres synthétiques d'origine organique: polyamide, polypropylène, acrylique, aramide,

- leurs aspects géométriques :

fibres courtes, fibres longues, fibres droites, fibres ondulées, fibres avec crochets,...

NATURE DE LA FIBRE		FORME DE LA FIBRE	COUPE DE LA FIBRE	LONGUEUR DES FIBRES (mm)	ÉLANCEMENT Lø OU Le	MASSE VOLUMIQUE (g/cm ³)	RÉSISTANCE EN TRACTION (MPa)	MODULE D'ÉLASTICITÉ (MPa)	COEFF. DE DILATATION µm/m°C
			FIBRES COURT	ES DISPERSÉES					
Acier	Relief irrégulier	Ø = 0,45 à 1,04 mm		25-35	25-55		2 500	200 000	11
		e=0,30 mm	1	18-32	-	7,8			
	Formes particulières	e=0,25à0,50 mm		6-30	-				
		~~~	-						
		Ø = 0,40 à 0,60 mm		30-60	-				
Fonte amorphe		е=25µm		30-60	1 200-1 400	7,2	2 000	140 000	10
Amiante		Ø=0,2à2µm	0	5	250-2 500	2,6	800	100 000	10
Cellulose		Variable				0,6 à 0,8			
Polypropylène		Ø=15à250µm	0	10-30	140-1 700	0,9	600	5 000	90
Verre		Ø=5à20µm	0	10-20		2,6	3 000	80 000	9
Carbone		0=7à20µm	0	3-15	150-400	2,0	2 000	400 000	1
Aramide		Ø=12,4µm	0	1-10	100-800	1,2	1 000	· 15 000	- 60

Tableau I.4 : Propriétés géométriques et mécaniques de certaines fibres [45].

Le tableau I.4 résume les propriétés géométriques et mécaniques des différentes fibres utilisées. Les études ont montré que le choix des fibres à incorporer dans le ciment (ou mortier, ou béton) doit répondre à un certain nombre de critères [44] :

- o une très faible déformation à la rupture (en traction)
- o un module élastique important
- une capacité d'incorporation des fibres dans la matrice limitée par la fluidité du mélange (en général < 10% en volume relatif, ce qui limite bien entendu les dimensions de la fibre et en particulier son diamètre)
- une résistance à la forte alcalinité du ciment.

Cependant, certaines fibres subissent une dégradation chimique et même physique dans le milieu cimentaire. Les fibres de verre « E », les fibres de polyester et certains types de fibres polyacrylonitrile présentent un mauvais comportement en milieu alcalin [2]. Les fibres de verre, quatre fois plus légères que l'acier, ont une résistance en traction (3000 MPa) qui est supérieure à celle de l'acier d'un facteur de 1,5 environ. Cependant les études menées par

CHEETHAM et *al.* [43], sur l'incorporation de ces fibres dans le béton, ont montré que ces fibres ne résistent pas à l'alcalinité du béton (béton de pH > 9). Diverses études ont été menées pour pallier à ce problème de dégradation physico-chimique des fibres de verre « E », notamment [14] [80] [107]. Il en ressort que l'emploi des fibres de verre « E » dans le béton nécessite donc l'incorporation de polymère ou autres ajouts au mélange, au moment du gâchage [45]. Ces ajouts ont pour fonction d'enrober la fibre et de la protéger de l'attaque alcaline. PERA et *al.* [107], ont montré que l'ajout de métakaolin permet d'améliorer la ductilité du composite ciment/verre « E ». De nos jours, il y a apparition d'un nouveau type de fibres de verre. Ces fibres nommées « AR » (alcali résistantes) sont obtenues avec du verre riche en zirconium et sont moins sensibles aux alcalins. C'est ce dernier type de fibres que nous allons utiliser dans ce travail de recherche.

#### I.4.3 Le rôle des fibres sur la tenue à la fissuration du béton

L'introduction des fibres dispersées dans le béton a pour objectif de contrôler la fissuration du matériau. En effet, le rôle des fibres est de reprendre les efforts de traction dus au phénomène de retrait dans la matrice cimentaire afin de retarder l'initiation puis la propagation instable des fissures. Dans la littérature, les études sont plus centrées sur les fibres de polypropylène et les fibres d'acier : nous verrons plus loin que les résultats de ces études sont parfois contradictoires.

L'utilisation des fibres de polypropylène dans le béton est apparue récemment dans le but de maîtriser la fissuration due au retrait plastique. Ces fibres (résistance de traction en 600 MPa, module d'Young 3,5 GPa) sont utilisées en faible proportion (de l'ordre de 0,1% à 0,5% en volume). Elles réduisent le retrait dans des proportions qui ne sont pas très importantes tout au plus 10% [67], mais elles diminuent considérablement la fissuration associée au retrait plastique. Grzybowski et Shah ont montré que les fibres de polypropylène retardent non seulement l'apparition des fissures mais aussi diminuent (jusqu'à un rapport de 10) l'ouverture des fissures [64]. Les essais réalisés par Al-Tayyib et al. [13] dans des conditions climatiques sévères (température : 40 à 46°C, vitesse du vent : 16 à 24 km/h) ont montré que les échantillons contenant 0,2% de fibres de polypropylène n'ont présenté aucune fissure visible alors que ceux non renforcés présentaient au bout de 8 heures des fissures qui pouvaient atteindre un millimètre d'ouverture. Les essais de retrait plastique menés par Wang et al. [150] sur les dalles de 8 mm x 100 mm x 100 mm dans des conditions climatiques sévères (température : 40°C, humidité relative : 18%, vitesse du vent : 5 km/h) ont montré une réduction de l'ordre de 30 à 40% (selon la nature des fibres) de la surface totale des fissures lorsqu'on ajoute 0,1% (en volume) de fibres au béton. Les campagnes d'essais réalisées par la firme industrielle Axim [18] ont confirmé ces résultats (tableau I.5).

Dimension maxi. du granulat (mm)	Longueur fibres (mm)	Dosage (kg/m³)	Fissuration mesurée (cm/m²)	Résistance à la compression (MPa)
10	0	0	1 348	36.5
10	19	0.6	310	34.8
10	19	0.9	15	35.1
10	12	0.6	225	33.8
10	12	0.9	0	33.1
15	0	0	1 149	34.5
15	19	0.6	234	34.1
15	19	0.9	7	35.2
15	12	0.6	210	36.4
15	12	0.9	0	33.2

Erreur expérimentale : +/- 40 cm/m²

Tableau I.5 : Résultats de la campagne d'essais avec des fibres de diamètre 50 microns [18].

Ces campagnes d'essais ont été réalisées sur des bétons de dallage (contenant des fibres de polypropylène) de dimensions 4 cm x 35 cm x 50 cm, dans des conditions climatiques sévères (humidité relative : 65%, ventilation : 40 km/h, température : 40°C). Dans ces conditions, il apparaît qu'un dosage minimal de 900 g de fibres/m³ de béton est indispensable pour éviter la fissuration. En outre, les fibres n'ont aucun effet sur la résistance mécanique en compression. Dans des conditions moins sévères (humidité relative : 65%, ventilation : 10 km/h, température : 20°C) les essais ont montré qu'un dosage de 600 g de fibres/m³ de béton était suffisant pour éviter la fissuration.

Il est à noter que les efforts de traction repris par les fibres au sein du béton peuvent, dans certains cas, induire une déformation élastique des fibres. Cette déformation élastique des fibres peut toutefois augmenter l'ouverture des fissures [124]. Ce dernier comportement des fibres va naturellement à l'encontre de l'objectif du contrôle des fissures. Les fibres doivent avoir un module d'élasticité élevé par rapport au module de la matrice [44] [135] [152], ce qui conduit à préférer les fibres métalliques (par exemple la fibre d'acier qui a un module élastique de 200 GPa).

Les études sur le rôle des fibres d'acier sur le retrait aux jeunes âges du béton restent limitées dans la littérature. Les résultats publiés par divers auteurs sont parfois contradictoires. Cependant, dans la majorité des cas, les chercheurs ont montré que l'ajout de fibres d'acier au béton, permet de réduire le retrait de dessiccation et de diminuer son amplitude. Ainsi, Swamy et Stavrides [130] ont noté une réduction du retrait plastique de 15 à 20% pour 1% en volume d'ajout de fibres d'acier. Ce résultat est tout à fait contradictoire avec celui de Grzybowski et Shah qui ont rapporté que 1% en volume d'ajout de fibre d'acier au béton n'apporte pas une réduction sensible du retrait plastique [64]. Edginton et *al.* [55], Hannant [67] ont été jusqu'à

dire que la présence des fibres d'acier dans le béton n'affecte nullement le retrait du matériau ; par contre, Magnat et Azari [94] ont montré qu'il y a une réduction sensible du retrait avec un ajout de 3% en volume des fibres d'acier. Ces derniers auteurs ont révélé l'existence d'un seuil de fraction volumique des fibres d'acier à ajouter au béton (autour de 2%) en deçà duquel aucune réduction du retrait n'est détectable. Certains auteurs ont orienté leurs études sur les dimensions des fibres d'acier s dans leurs rôles d'anti-fissuration du béton. Ils distinguent cependant deux types de fibres d'acier : les microfibres et les macrofibres [27] [29].



FIG. 1.23: Représentation schématique du processus de fissuration d'un bloc de béton soumis à une traction directe [115].

Ces fibres jouent deux rôles bien distincts dans le processus de la fissuration du béton qui comporte trois étapes : la microfissuration, la localisation et la propagation des fissures menant à la rupture (figure I.23). Seules les microfibres, parce qu'elles sont très petites et qu'elles peuvent être utilisées en grande quantité sans trop affecter la maniabilité du béton, peuvent apporter une amélioration des caractéristiques intrinsèques du matériau en retardant la coalescence des microfissures (passage de l'étape 1 à 2). Les macrofibres, en mobilisant un ancrage efficace, permettent de contrôler la propagation des fissures. Leur effet se traduit alors par une augmentation de la ductilité des structures soumises à des efforts de traction [124].

Les mécanismes de réduction du retrait plastique et la limitation des fissures par les fibres incorporées dans le béton, bien que largement étudiés, sont encore mal compris. Les résultats publiés sont parfois contradictoires. Ces contradictions sont probablement liées aux différentes conditions climatiques et ou structurales dans lesquelles les essais ont été réalisés. Selon Turatsinze et *al.* [138], une autre solution à la limitation des fissures dans les matériaux cimentaires est d'augmenter la capacité de déformation de la structure cimentaire avant l'apparition des fissures visibles (fissure présentant une ouverture supérieure à 20 µm qui est le pouvoir de résolution de l'œil humain). Pour ce faire, des poudres de polymère sont

introduites dans la matrice cimentaire. L'ajout des poudres de polymère dans le matériau cimentaire permet :

- d'éviter le besoin d'une cure humide [83] [148],
- d'augmenter la déformabilité du béton [138] [148],
- d'éviter la localisation des microfissures [138] [148],
- de réduire la succion capillaire [104].

Dans le paragraphe qui va suivre, nous allons présenter l'état de l'art des composites polymères/ciment.

## I.5 Béton renforcé de polymères

Le béton est un des matériaux les plus utilisés dans la construction. Cependant il présente certains inconvénients tels qu'une faible capacité déformation, une faible résistance à la traction et à la flexion, une grande sensibilité aux effets du gel... Certaines études ont montré que l'ajout de polymères au ciment peut apporter une amélioration au béton. Les polymères utilisés le plus souvent sont les latex (dispersion colloïdale de particules de polymère dans l'eau) compte tenu de leurs compatibilités avec le matériau cimentaire. Il existe actuellement une grande variété de latex qui sont utilisés pour fabriquer des produits en béton ou des mortiers. Parmi les plus courants, on peut citer le polyméthacrylate de méthyle ou latex acrylique, le polyacétate de vinyle, les copolymères de chlorure de vinyle, le copolymère styrène-butadiène, le caoutchouc naturel, etc. Les mortiers renforcés de polymères ont l'avantage de voir certaines de leurs caractéristiques physiques et mécaniques améliorées : une grande déformabilité, une plus faible perméabilité à l'eau, une résistance et une durabilité accrues. Ces avantages du mortier modifié de polymère sont fortement liés à des propriétés intrinsèques des latex (filmification des latex) d'une part et à la modification de la microstructure de la structure cimentaire (formation d'une comatrice) d'autre part. Dans les paragraphes qui vont suivre, nous présenterons dans premier temps le procédé de la formation du film de polymère, de la comatrice, puis nous présenterons succinctement l'influence des latex sur les propriétés physiques et mécaniques des matrices cimentaires.

## I.5.1 La formation du film polymère et de la comatrice

## I.5.1.1 La formation du film polymère

Les latex compatibles avec les matrices cimentaires, sont utilisés comme des colles blanches. Ils ont la propriété de se transformer après évaporation de l'eau, en film continu de polymère sur une surface solide. Ohama [103] illustre le procédé de formation du film polymère par la figure I.24.



FIG. 1.24 : Modèle simplifié du procédé de la formation du film polymère [103].

On observe une évaporation progressive de l'eau entraînant une forte concentration de la solution par rapport aux particules de polymère. Les particules se rapprochent, floculent, se déforment progressivement puis coalescent pour former un film continu. La coalescence des particules pour la formation du film de polymère ne peut se faire qu'à partir d'une température seuil appelée Température Minimale de Formation de Film (TMFF), voisine de la température vitreuse du polymère. Au-delà de la TMFF, les études menées sur la morphologie de films de latex acryliques ont montré que la formation de film de polymère est aussi fonction de la condition de cure du matériau cimentaire [116]. Les films formés apportent certains avantages aux matériaux cimentaires : bonnes propriétés mécaniques, adhérence au support, meilleure résistance à l'eau et aux sels, etc. [32]. Ces propriétés dépendent du degré de coalescence des particules et de la nature du polymère. Toutefois, il est nécessaire d'attendre une certaine période de maturation avant que ces films développent leurs propriétés définitives. Les latex ajoutés au matériau cimentaire ne forment pas seulement le film de polymère, ils peuvent interagir physiquement et éventuellement chimiquement avec la matrice cimentaire. Les études menées sur les mortiers modifiés de polymère ont montré que l'ajout du latex au mortier frais modifie la microstructure de ce dernier et conduit à la formation d'une comatrice [7] [105]. La comatrice est une structure en réseau dans laquelle la phase de ciment hydraté et la phase de polymère s'interpénètrent. Le paragraphe I.5.1.2 présente sommairement la formation de cette comatrice.

## I.5.1.2 La formation de la comatrice polymère-ciment

Les informations synthétisées dans ce paragraphe sont principalement issues des travaux d'Ohama et *al.* [103] [104] [105]. Ces auteurs ont montré que la formation de la comatrice polymère-ciment se décompose en trois étapes successives représentées ci-après.



FIG. 1.25 : Modèle simplifié de la formation de la comatrice [105].

Juste après le malaxage du mortier renforcé du latex, les particules de polymère se dispersent uniformément dans la matrice cimentaire. Elles se déposent ensuite partiellement sur les hydrates et les anhydres du ciment.

Avec le drainage dû au développement des hydrates, les particules de polymère se confinent progressivement dans les pores. Elles vont ensuite floculer pour former une couche continue en surface des hydrates et des anhydres du ciment. Simultanément, elles adhèrent à la surface des granulats. A ce niveau, certaines liaisons chimiques peuvent avoir lieu entre les polymères réactifs et les ions  $Ca^{2+}$  contenus dans la solution interstitielle, à la surface des cristallites  $Ca(OH)_2$  ou dans les couches de silicates à la surface des granulats (figure I.26). Ces réactions

améliorent les liaisons entre les hydrates et les granulats, mais entrent également en compétition avec les réactions de formation de la portlandite donc affectent le degré d'hydratation du matériau cimentaire.



FIG. 1.26 : Schéma du mécanisme réactionnel entre un latex carboxyle et un ciment Portland [105].

Enfin, avec la consommation de l'eau par l'hydratation du ciment, les particules de polymère sur les hydrates coalescent en film continu ou membrane qui lie les hydrates de ciment entre eux et forme un réseau monolithique.

Les études menées sur la formation de la comatrice ont montré qu'il existe un taux de polymère à ajouter au matériau cimentaire en dessous duquel il n'y a pas formation de la comatrice. L'analyse microscopique (microscopie électronique à balayage) faite par Afriti et *al.* [7] sur la microstructure des pâtes de ciment modifiées et non modifiées de polymère, a montré que ce taux est de 5% de polymère par rapport au poids du ciment. Généralement, l'hydratation du ciment précède la formation du film de polymère. Ceci n'est pas le cas à la surface du matériau cimentaire où le film se forme plus rapidement que les hydrates du ciment, en raison de l'évaporation d'eau. Cette théorie suppose évidemment que le polymère possède une TMFF inférieure à la température ambiante. Cette modification de la microstructure du matériau cimentaire (formation du film de polymère à la surface et de la comatrice) conduit à l'amélioration des propriétés mécaniques et physiques du matériau. Dans le paragraphe qui va suivre, nous présenterons l'influence de l'ajout de polymère sur les propriétés physiques et mécaniques du matériau cimentaire.

#### I.5.2 Les propriétés physiques et mécaniques des mortiers modifiés de polymères

Dans cette partie, nous parlerons brièvement des propriétés du mortier modifié de polymère tels que : la porosité, la perméabilité, l'adhérence, la capacité de déformation et la résistance à la flexion. Une étude plus détaillée, concernant l'effet de l'ajout des polymères sur l'air entraîné, la résistance au gel/dégel et sur l'hydratation du ciment peut être consultée dans les références [32] [103] [104] [105] [138] [148].

## I.5.2.1 Influence des polymères sur les propriétés physiques du mortier

Selon la nature des polymères, les mortiers renforcés de polymères voient leurs porosités modifiées. Ohama et *al.* [104] ont montré que le volume poreux est fonction de la réactivité des polymères : plus le pourcentage de groupements réactifs dans le polymère est élevé, moins le volume poreux est réduit.

Les mortiers modifiés de latex sont relativement imperméables à l'eau, au dioxyde de carbone et aux solutions aqueuses renfermant des sels [32] [105]. Tout comme la porosité, la réduction de la perméabilité du mortier dépend de la nature du polymère et du rapport massique polymère/ciment (P/C). Il ressort d'une part que, plus le rapport (P/C) est élevé, plus la perméabilité est réduite [103] et d'autre part que les polymères ayant moins de groupements fonctionnels conduisent aux résultats les plus intéressants [149].

Un des avantages de l'ajout de polymère aux matrices cimentaires est l'amélioration des propriétés d'adhésion. D'une façon générale, le mortier modifié au latex de polymère adhère très bien aux différents supports et notamment, avec les granulats. Les particules de polymères migrent vers l'interface matrice cimentaire/granulat et coalescent pour former un film continu et renforcent ainsi les liaisons entre la matrice cimentaire et les granulats.

#### I.5.2.2 Influence des polymères sur les propriétés mécaniques du mortier

L'ajout des polymères aux matériaux cimentaires modifie leurs propriétés mécaniques. Les latex ajoutés au mortier ou au béton ont en général un module élastique faible par rapport aux matériaux cimentaires. Le module élastique du composite polymère/matériau cimentaire devient alors faible par rapport au matériau non modifié. Une conséquence est l'amélioration du comportement en déformation des mortiers modifiés de polymères. La plupart des mortiers modifiés de polymères ont une capacité de déformation beaucoup plus élevée que celle du mortier non modifié. Ohama [105] a montré que la capacité de déformation du mortier modifié augmente avec le rapport P/C. Turatsinze et *al.* [138] ont travaillé sur l'incorporation des poudrettes (quelques millimètres de diamètre) de pneus au mortier durci soumis au séchage. Ils ont montré que pour 20% d'ajout de polymère par rapport au volume du sable, la

capacité de déformation passe de 0,008 à 0,014 puis à 0,020 lorsqu'on ajoute 30% de polymère. Parallèlement ils ont étudié l'effet de l'ajout de polymères (poudrettes de pneus) sur la fissuration induite par l'empêchement du retrait (figure I.20a) et ils ont trouvé que l'ajout de polymère au mortier peut retarder l'apparition de la première fissure et peut réduire également son ouverture. L'ouverture maximale des fissures est réduite d'environ 27% et 90% lorsque 20% et 30% de polymères par rapport au volume du sable sont respectivement ajoutés au mortier. Lors du retrait libre (retrait linéique suivant la norme NF P 15-433), ces auteurs ont monté que le retrait de séchage augmente avec le taux d'incorporation de polymère. Le faible module élastique du polymère a été avancé pour justifier cette observation.

D'autres études ont été également faites sur la résistance en traction et en flexion des mortiers modifiés de latex. Il ressort que l'amélioration des performances en traction et en flexion dépend du type de polymère utilisé, évidemment du rapport massique P/C et aussi des conditions de cure. La figure I.27 illustre l'effet de l'ajout des polymères au mortier.



FIG. 1.27 : Effet de l'ajout de polymère sur la résistance en flexion du mortier [105].

N.B :	SBR : Styrène – Butadiène	CR : Polychloroprène
	PVDC : Chlorure de Polyvinyle	PAE : Ester Polyacrylique
	NBR : Acrylonitrile – Butadiène	PVAC : Acétate de Polyvinyle

Les essais ont été effectués sur des éprouvettes de dimensions 4 cm x 4 cm x 16 cm. Ces éprouvettes ont été démoulées après deux jours et laissées 26 jours à l'air libre (cure sèche) ou 26 jours dans l'eau (cure humide). On remarque que les meilleures résistances en flexion sont obtenues après la cure sèche. Ainsi, pour Ohama [105], les performances mécaniques les plus élevées sont obtenues en conservant les éprouvettes dans un premier temps (aux jeunes âges)

sous conditions humides pour atteindre un degré d'hydratation raisonnable, puis à une hygrométrie plus faible pour permettre la formation du film de polymère qui est en partie responsable de l'amélioration mécanique des mortiers modifiés.

#### I.6 Modélisation prédictive des risques de fissuration précoce du béton.

Dans la littérature, il y a une absence de modélisation des risques de fissuration des matériaux cimentaires au très jeune âge (avant et/ou pendant la prise) étant donné la complexité du phénomène. On y rencontre néanmoins quelques modèles empiriques pour estimer la fissurabilité précoce des structures minces à base de ciment soumis au séchage [41] [71]. Le taux d'évaporation dépassant 1,5 kg/m²/h s'est révélé préjudiciable pour la fissuration précoce de la structure cimentaire [41]. Le taux d'évaporation a été modélisé en tenant compte de la température du béton et des conditions environnementales. Uno [143] a proposé pour le taux d'évaporation (*Evap*) la formule suivante :

$$Evap = 5([T_c + 18]^{2,5} - r.[T_a + 18]^{2,5}).(V + 4).10^{-6}$$
(I.16)

où  $Evap(kg/m^2/h)$  représente le taux d'évaporation,  $T_c(^{\circ}C)$  la température de la surface du béton,  $T_a(^{\circ}C)$  la température de l'air, r = (HR %)/100 l'humidité relative de l'air et V est la vitesse du vent exprimé en kph (1 kph = 0,27778 m/s).

S'il y a une absence de modélisation de la fissuration précoce du matériau cimentaire, il existe quelques modèles dans la littérature sur l'évolution retrait plastique. Holt et *al.* [71], en se basant sur des résultats expérimentaux, ont proposé un modèle linéaire (équation I.17) du retrait de séchage au très jeune âge en fonction du taux d'évaporation :

Ces auteurs ont reconnu que ce modèle ne s'applique que pour les bétons ordinaires et que pour d'autres types de bétons, le dernier terme (0,5) peut être différent. Une autre modélisation du retrait plastique lié au séchage a été proposée dans la littérature. Il s'agit du modèle de Radocea [111]. L'auteur a relié le retrait plastique à l'évaporation et à la compressibilité du matériau. En faisant l'hypothèse de l'isotropie des déformations et de couche mince, les évolutions de la pression capillaire (p(t)) et du retrait linéaire ( $\varepsilon_x(t)$ ) au cours du séchage peuvent se mettre à l'instant t respectivement sous la forme :

$$p(t) = \int_0^t \frac{1}{\Gamma + \rho_{eau}} e/M_r (\frac{dm}{dt}) dt$$
 (I.18)

$$\varepsilon_{\rm x}(t) = \frac{1}{3}\varepsilon_{\rm v}(t) = \frac{1}{3}\int_0^t \frac{1}{\Gamma M_{\rm r} + \rho_{\rm eau}} (\frac{{\rm d}m}{{\rm d}t}){\rm d}t \qquad (I.19)$$

Dans ces expressions, e représente l'épaisseur du matériau,  $\rho_{eau}$  est la masse volumique de l'eau,  $\varepsilon_v$  représente le retrait volumique, dm est la masse d'eau évaporée par unité de surface pendant un temps dt, ( $\Gamma$ ) est définie comme la pente de la courbe reliant la perte de masse (dm) à la pression capillaire dp pour une pâte ne se déformant pas, ( $M_r$ ) représente le module du retrait et est défini comme le rapport d'un incrément de pression (dp) sur l'incrément de déformation volumique correspondante ( $d\varepsilon_v$ ). Par ailleurs Radocea a montré que dans le cas isotrope, le module du retrait ( $M_r$ ) s'apparente au module de compressibilité du matériau et peut être exprimé en fonction du module d'Young (E) et du coefficient de Poisson (v) de l'échantillon. Selon l'auteur, le module du retrait peut être exprimé sous la forme :

$$M_{\rm r} = \frac{dp}{d\varepsilon_{\rm v}} = \frac{E}{3(1-2\nu)} \tag{I.20}$$

Le module du retrait ainsi défini peut être considéré comme la compressibilité d'un milieu granulaire avant la prise et comme étant la compressibilité du squelette solide dès le début de prise du ciment. Il ressort des équations (I.18 - 20) que la pression capillaire et le retrait dépendent non seulement du taux d'évaporation (dm/dt) mais aussi de la compressibilité ( $M_r$ ) du matériau. Nous voyons également qu'un retrait ne signifie pas nécessairement une pression capillaire importante (équation I.20). Si le paramètre ( $M_r$ ) est facilement mesurable expérimentalement, ce n'est pas le cas du paramètre ( $\Gamma$ ) dans le cas du matériau cimentaire. La technique mise au point par Radocea pour le déterminer est beaucoup plus adaptée à un empilement granulaire fin. Comme on pouvait le remarquer, le modèle de Radocea ne rend pas compte directement de la fissurabilité de la matrice cimentaire mais permet seulement d'estimer le retrait plastique en fonction de la dépression capillaire.

Dans le paragraphe I.2.2, nous avons fait remarquer que le mécanisme du retrait plastique est identique à celui qui se produit dans les sols fins ou argileux des zones de marnage lorsque l'eau se retire. Si l'étude du sol résulte du domaine de la géotechnique, le phénomène de retrait des matrices cimentaires est fort semblable à celui du retrait lié au séchage d'un sol pour lequel on trouve quelques modélisations de la fissuration liée au séchage [1] [82]. Nous présenterons ici les principes du modèle développé par Konrad et *al*. [82] qui fournit des outils simples pour étudier la fissuration liée au séchage du sol. Cette nouvelle approche de la modélisation est basée sur l'état de contrainte développé dans le matériau lorsque son retrait de séchage est empêché.

Dans la modélisation de la fissuration des sols par dessiccation, Konrad et Ayad [82] avaient considéré le sol comme un milieu poreux élastique. Afin de trouver la contrainte de traction responsable de la fissuration du sol liée au séchage, les auteurs ont imposé un empêchement de la déformation horizontale du sol lors du séchage. Soient  $\sigma_z$  et  $\sigma_x$  les contraintes totales respectivement dans les directions verticale et horizontale, soient  $\sigma'_z$  et  $\sigma'_x$  les contraintes effectives respectivement associées. Le séchage provoque, à la surface du sol, la formation

des ménisques qui engendrent le développement d'une pression capillaire (p). A la proximité de la surface, en négligeant la pesanteur, l'équilibre entre les forces en présence peut être écrit comme suit :

$$\sigma_z = \sigma_z + p = 0$$
 et  $\sigma_x = \sigma_x + p$  (I.21)

En condition empêché ( $\varepsilon_x = 0$ ) et sous l'hypothèse d'un milieu poreux élastique, Konrad et *al*. ont montré qu'on peut relier la contrainte effective dans la direction verticale ( $\sigma_z$ ) à celle dans la direction horizontale ( $\sigma_x$ ) par le coefficient *K*. En géotechnique, *K* est le coefficient des terres au repos et est approximé par l'angle de frottement interne ( $\varphi$ ).

$$\boldsymbol{\sigma}_{\mathrm{x}} = \boldsymbol{K}\boldsymbol{\sigma}_{\mathrm{z}} = (1 - \sin(\varphi))\,\boldsymbol{\sigma}_{\mathrm{z}} \tag{I.22}$$

La combinaison des équations (I.21) et (I.22) donne l'expression de la contrainte totale de traction développée dans la structure du sol lorsque son retrait est empêché. Dans le cas présent, la contrainte totale dans la direction horizontale s'exprime par :

$$\sigma_{\rm x} = (\sin(\varphi))p \tag{I.23}$$

Le matériau commence donc par se fissurer lorsque nous avons :

$$\sigma_{\rm x} = (\sin(\phi))p = \sigma_{\rm t} \tag{I.24}$$

où  $\sigma_t$  représente la résistance à la traction du milieu. L'équation (I.24) montre que la fissurabilité est fonction de la pression capillaire développée dans le matériau au cours du séchage, de l'interaction entre les grains donc de la cohésion et aussi de la résistance mécanique du matériau. On voit donc que la rhéologie du matériau peut avoir une incidence majeure sur sa fissurabilité ; car selon l'équation (I.24) le matériau ne peut pas se fissurer si les interactions entre les grains sont nulles. Pour les matériaux cimentaires au très jeune âge, l'angle de frottement inter-granulaire est fortement influencé par le départ d'eau du matériau et la formation des hydrates. Ceci rend difficile la détermination de l'évolution de cette variable du modèle (équation I.24) et donc son utilisation. La même logique de modélisation de l'apparition de la première fissure (comparaison de la contrainte de traction développée dans le matériau au cours du retrait et la résistance à la traction du matériau) a été utilisée avec succès sur les matériaux cimentaires après la prise subissant une dessiccation [64]. La contrainte développée dans le matériau a été modélisée en tenant compte des caractéristiques viscoélastiques du matériau [64] [72]. En supposant que la déformation totale du matériau cimentaire est totalement empêchée, les auteurs modélisent analytiquement l'incrément de la contrainte interne du matériau comme suit :

$$d\sigma = -d\epsilon^{\text{ret}}(\frac{1}{\frac{1}{E} + \frac{\phi}{E_{28}}})$$
(I.25)

où  $d\epsilon^{ret}$ représente le retrait du séchage,  $\phi$  le coefficient du fluage, E et E₂₈ sont respectivement le module d'Young du matériau au temps t et à 28 jours. On voit que ce modèle ne rend pas compte du couplage qui peut y avoir entre le retrait et l'évolution de la rigidité du matériau cimentaire même après la prise. Toujours, dans la cadre de la modélisation de la contrainte à l'intérieur de la matrice cimentaire au jeune âge, d'autres types de modèles cette fois-ci thermodynamiques ont été proposés. Ce fut le cas de Bournazel [37], Coussy [50] et Waller [147]. Tous ces modèles, ne traitent que le cas du retrait endogène même s'ils tiennent compte du couplage entre la déformation du matériau et l'évolution de sa microstructure. En plus, certains de ces modèles prennent comme temps initial la fin de prise où le matériau peut être considéré comme un matériau solide. Ce fut le cas de Bournazel [37] et de Torrenti [137]. Cependant, d'une part, la figure I.3 et l'équation I.6 montrent que les caractéristiques mécaniques du matériau cimentaire ne sont pas nulles avant la prise et d'autre part, la figure I.13 montre que le retrait du matériau cimentaire n'est pas nul non plus avant la fin de prise. Ces remarques montrent qu'il serait intéressant de tenir compte de l'évolution des caractéristiques du matériau cimentaire avant et pendant la prise dans la modélisation du comportement au jeune âge du matériau cimentaire. Ce fut le cas de Coussy [50] et Waller [147]. Pour les modèles thermodynamiques, la fissuration est souvent modélisée par la théorie d'endommagement [37]; parfois la théorie de plasticité est utilisée pour décrire les microfissures. D'autre encore utilise le couplage des deux théories (théorie de plasticité et d'endommagement) pour décrire la fissuration du matériau cimentaire, ce fut le cas de Benboudjema dans sa thèse [28]. Nous n'allons pas développer la théorie d'endommagement ici, une étude très détaillée de la théorie d'endommagement usuellement utilisée dans le domaine cimentaire peut être consultée dans la référence [95]. Pour ce qui est de la théorie de plasticité, Coussy [50] l'a utilisée pour la modélisation du comportement au jeune âge du béton. Cette modélisation thermodynamique s'est effectuée dans le cadre chémo-élastoplastique. Nous présentons ci-dessous les grandes lignes de cette modélisation.

Dans l'hypothèse d'une condition isotherme, l'auteur propose d'écrire l'énergie libre sous la forme suivante :

$$\Psi = W(\mathcal{E}_{ij} - \mathcal{E}_{ij}^{p}, \alpha) + U(\chi, \alpha)$$
(I.26)

où *U* représente l'énergie bloquée associée à l'écrouissage. Les  $\varepsilon_{ij}$ ,  $\varepsilon_{ij}^{p}$ ,  $\alpha$  et  $\chi$  sont les variables du modèle représentant respectivement le tenseur de déformation totale, le tenseur de déformation plastique, le degré d'hydratation et la variable d'écrouissage. On signale que le terme " $\varepsilon_{ij}$  -  $\varepsilon_{ij}^{p}$ " de l'énergie *W* représente le tenseur de déformation élastique. Les lois

d'états (I.27-29) conduisent à l'expression du tenseur de contrainte  $\sigma_{ij}$  et de la force d'écrouissage  $\xi$  (définie par l'auteur comme étant la résistance actuelle du matériau) et l'affinité A (force thermodynamique associée à l'hydratation).

$$\sigma_{ij} = \frac{\partial W}{\partial \varepsilon_{ij}} = -\frac{\partial W}{\partial \varepsilon_{ij}^{p}}$$
(I.27)

$$\xi = -\frac{\partial U}{\partial \chi} \tag{I.28}$$

$$A = -\frac{\partial(W - U)}{\partial\alpha}$$
(I.29)

En utilisant l'équation (I.27), les équations d'états (lois d'états) et l'équation de la dissipation intrinsèque (I.30), l'auteur arrive à décrire l'incrément du tenseur de contrainte  $d\sigma_{ii}$  (I.31).

$$\varphi dt = \sigma_{ij} d\varepsilon_{ij}^{p} + \xi d\chi + A d\alpha \ge 0 \tag{I.30}$$

Les deux premiers termes de l'équation I.30 représentent la dissipation intrinsèque associée à la plasticité tandis que le dernier terme correspond à la dissipation associée à la réaction d'hydratation qui traduit l'évolution de la microstructure du matériau. On peut écrire l'incrément de contrainte sous la forme :

$$d\sigma_{ij} = \left(K - \frac{2}{3}G\right) \left(d\varepsilon_{kk} - d\varepsilon_{kk}^{p}\right) \delta_{ij} + 2G \left(d\varepsilon_{ij} - d\varepsilon_{ij}^{p}\right) + 3B d\alpha \delta_{ij}$$
(I.31)

où K et G représentent respectivement les modules de compressibilité et de cisaillement du matériau. Ces modules qui sont des composantes du module élastique du matériau, sont des fonctions du degré d'hydratation. Certains auteurs [48] [147] ont utilisé le modèle (équation I.6-8) de Byfors [40] pour décrire l'évolution du module élastique en fonction du degré d'hydratation du matériau. Le module B de l'équation I.31 exprime le couplage entre la déformation élastique et l'avancement de la réaction d'hydratation. En se basant sur des résultats expérimentaux, Coussy [48] [50] a suggéré que le module B peut être relié au retrait endogène du béton au jeune âge. Il définit ainsi le module B par :

$$B = Kb \tag{I.32}$$

Dans cette expression *b* est positif et est défini comme étant le coefficient du retrait endogène. A partir de l'équation I.31, on voit que l'évolution de la contrainte interne  $d\sigma_{ij}$  du matériau sera entièrement connue si la déformation plastique traduisant les microfissures est déterminée. Pour ce faire, l'auteur a utilisé la théorie de la plasticité standard où l'état de contrainte admissible est défini par une fonction de charge  $f = f(\sigma_{ij}, \xi) \le 0$ . Pour l'évolution de la résistance actuelle  $\xi$ , Coussy [48] propose l'équation suivante :

$$\xi = -\frac{\partial U}{\partial \chi} = \alpha \xi_{\infty} - \alpha \frac{\partial U_0}{\partial \chi}$$
(I.33)

Le premier terme de l'équation I.33 traduit l'évolution de la résistance avec la maturation du matériau, le second terme représente l'écrouissage mécanique caractérisant l'adoucissement du comportement plastique du matériau. L'auteur défini  $\xi_{\infty}$  comme étant la résistance finale.

Généralement, les variations de la déformation plastique et de la variable d'écrouissage s'écrivent respectivement comme suit :

$$d\varepsilon_{ij}^{P} = d\lambda \frac{\partial f}{\partial \sigma_{ij}}; \qquad d\chi = d\lambda \frac{\partial f}{\partial \xi}$$
(I.34)

Soit *H* le module d'écrouissage. Avec la condition de consistance df = 0, le multiplicateur de plasticité  $d\lambda$  peut s'écrire comme suit :

$$d\lambda = \frac{1}{H} \left[ \frac{\partial f}{\partial \sigma_{ij}} d\sigma_{ij} + \frac{\partial f}{\partial \xi} \frac{\partial \xi}{\partial \alpha} d\alpha \right]$$
(I.35)

avec

$$H = \left(1 - \alpha\right) \left(\frac{\partial f}{\partial \xi}\right)^2 \frac{\partial^2 U_0}{\partial \chi^2}$$
(I.36)

Les équations (I.36) et (I.35) dans l'équation (I.31) permettent de prédire l'évolution de la contrainte générée dans le matériau cimentaire au jeune âge. Ce modèle nous semble très intéressant car il prend en compte d'une part l'évolution des caractéristiques mécaniques du matériau et d'autre part les microfissurations que peuvent générer la contrainte induite. Cependant, ce modèle ne prend pas en compte le comportement au très jeune âge où le matériau cimentaire est soumis au retrait plastique de séchage qui induit des fissures précoces surtout dans le cas des matériaux cimentaires présentant une grande surface d'évaporation par rapport au volume.

# I.7 Conclusions de l'étude bibliographique

La synthèse bibliographique permet de rendre compte de la complexité du comportement au très jeune âge des matériaux cimentaires. Les caractéristiques physiques et mécaniques de ces structures évoluent beaucoup dans cette période. Cependant, le matériau cimentaire ne développe pas de très grande résistance à la traction au très jeune âge. Il est donc sensible à la fissuration. Les études ont montré que le risque de fissuration précoce est plus élevé sur les produits présentant une grande surface d'évaporation par rapport au volume. Cette fissuration précoce des matériaux cimentaires constitue un problème d'actualité qui nécessite une attention particulière dans la mesure où les fissures précoces sont potentiellement nuisibles à la durabilité des structures cimentaires.

Les études relatives à la fissuration prématurée ont montré que le phénomène est essentiellement surfacique et lié au retrait plastique. La capacité de déformation est utilisée comme une caractéristique du matériau cimentaire qui conditionne l'apparition des fissures. Toutefois, nous avons fait remarquer l'ambigüité qui peut y avoir autour de l'utilisation de ce critère en déformation dans l'étude de la fissurabilité du matériau. Néanmoins, les études sur la réduction du retrait (ajout des fibres) ou l'augmentation de la capacité de déformation du matériau cimentaire ont été menées. Il ressort que les fibres doivent avoir un grand module élastique par rapport à celui de la matrice cimentaire. Les fibres d'acier qui ont un module d'élasticité environ 40 fois plus élevé que celui des fibres de polypropylène pourront paraître intéressantes. Malheureusement, compte tenu de sa relative faible surface spécifique, la fibre d'acier ne développe pas une bonne cohésion inter-faciale avec la matrice cimentaire au très jeune âge, de sorte que la résistance à la traction des fibres d'acier ne peut être activée. De même, il ressort que la modification du matériau cimentaire par le polymère réduisait la fissuration due au séchage. Cependant, le rôle précis des fibres et des adjuvants sur le retrait et sur la fissuration induite n'est pas très bien élucidé.

Sur le plan de la modélisation, nous avons remarqué une absence de modèle de comportement du matériau cimentaire au très jeune âge. Ceci est sans doute lié à la complexité de l'étude à cet âge. Les quelques modèles existants, sont essentiellement consacrés à la prédiction de la déformation du retrait et ne permettent pas d'estimer l'état de contrainte dans le matériau. Toutefois, des modèles ont été établis pour comprendre le comportement de matériau cimentaire après la fin de prise. Qu'ils soient de nature empirique ou bien basés sur des formulations analytiques et/ou thermodynamiques, ces modèles fournissent des pistes nous permettant de proposer une base de modélisation numérique du comportement du mortier (structure de faible épaisseur) soumis au séchage au très jeune âge.

Ainsi, un ensemble de moyens expérimentaux sera mis en œuvre afin de mieux comprendre le comportement du mortier durant le retrait plastique .Il s'agit entre autres d'un nouveau dispositif de mesure sans contact du retrait libre, d'un dispositif actif de retrait empêché afin

de suivre directement l'évolution de la contrainte développée dans le matériau au cours de l'empêchement du retrait plastique.

L'influence des ajouts sur le retrait plastique et la fissuration induite sera également investiguée. Il s'agira de l'ajout de l'adjuvant anti-retrait, des poudres de polymère (éther de cellulose et latex EVA) et des fibres. Dans le cas des fibres, nous utiliserons outre des fibres de polypropylène, les fibres de verre de type « AR ». Ces fibres de verre présentent un module élastique environ 16 fois plus grand que celui des fibres de polypropylène et ont une grande surface spécifique par rapport aux fibres d'acier. Ces fibres de verre, de par leurs propriétés géométriques, développent une bonne interface avec la matrice cimentaire au très jeune âge.

# **Chapitre II : Outils expérimentaux pour l'étude du retrait plastique**

Le retrait plastique est la déformation subie par le matériau cimentaire à l'état frais ; c'est à dire avant son durcissement. Ce phénomène résulte de plusieurs facteurs entre autres, le ressuage, la déformation chimique due à l'hydratation du ciment et la déformation due au séchage. Dans certaines conditions structurelles, la déformation subie par le matériau peut être empêchée induisant ainsi un état de contraintes dans le matériau. Il y a risque de fissuration si cette contrainte excède la résistance en traction du matériau. Durant la période du retrait plastique, les caractéristiques physico-chimiques et mécaniques du matériau sont évolutives.

Dans ce chapitre, nous présenterons les dispositifs expérimentaux que nous avons utilisés pour étudier les divers phénomènes induits lors du retrait plastique. Nous présenterons dans un premier temps le dispositif de mesure sans contact du retrait libre. Ensuite, une description de la technique mise en place pour le suivi de la contrainte interne durant l'empêchement du retrait sera présentée. Enfin nous présenterons les outils expérimentaux utilisés pour caractériser l'évolution des propriétés physico-chimiques et mécaniques du matériau au jeune âge.

# **II.1** Dispositif de retrait libre

## II.1.1 Description du dispositif expérimental

Dans le cadre de notre étude, nous avons développé un dispositif de mesure du retrait plastique basé sur une technique de mesure optique bidimensionnelle. Il s'agit d'une méthode sans contact de champ cinématique par corrélation d'images associée aux essais de retrait des matériaux cimentaires. Elle permet de déterminer à la fois l'effet du séchage (départ de l'eau du mortier vers l'extérieur) et de l'hydratation (consommation de l'eau du mortier par les anhydres du ciment). Le dispositif expérimental (figure II.1) est composé de :

- d'un moule parallélépipédique de dimension de 10 x 500 x 500 mm³ permettant d'investiguer le retrait des dalles minces. Par abus de langage, le terme "dalle" sera utilisé en lieu et place du terme "dalle mince" dans la suite de ce mémoire. L'intérieur du moule a été conçu d'un revêtement en gel-coat. Associé à ce revêtement intérieur, on fait passer une légère couche d'huile de décoffrage dans le moule avant la mise en place du mortier. Ce qui permet de minimiser au maximum l'adhésion entre le moule et le mortier frais,
- d'une caméra CCD haute résolution (1024x1024pixels, 256 niveaux de gris), d'une plaque de vitre transparente permettant dans le cas endogène d'éviter l'évaporation de l'eau du mortier,
- d'un ordinateur de pilotage automatique permettant d'enregistrer les images prises par la caméra.



FIG. II.1 : Schéma du dispositif de mesure du retrait plastique sur la dalle (configuration de retrait libre)

## II.1.2 Mesure des déformations plastiques

L'extensométrie associée à l'essai de retrait est une méthode de mesure sans contact de champ cinématique par corrélation d'images. On utilise un système d'acquisition d'images pour enregistrer les états successifs de la surface de la dalle du mortier pendant les premières 24 heures. Ces images sont acquises à partir de la caméra haute résolution positionnée au dessus de la surface de la dalle de manière à ce que son axe optique soit perpendiculaire à la surface de la dalle. Afin d'éviter les effets de bords, le champ d'observation de la caméra a été réglé sur une zone de 300 mm x 300 mm (zone d'intérêt), correspondant à un grandissement de

300µm/pixel. L'ordinateur de saisie de données enregistre d'une manière automatique toutes les 15 minutes les états successifs de la surface de la dalle. Pour l'ensemble des essais, les enregistrements des images commencent 27 minutes (le temps de mise en place du mortier et du réglage de la caméra) après le gâchage.

Un premier traitement par corrélation d'images (logiciel CinEMA) est réalisé a posteriori sur la séquence d'images enregistrées durant l'essai. Le logiciel de traitement d'images CinEMA a été développé au sein de l'équipe mécanique du laboratoire « CMGD ». Ce premier traitement par corrélation d'images s'effectue en deux temps. Dans un premier temps, un calcul numérique permet d'accéder aux champs de déplacements  $u_x$  et  $u_y$  de l'ensemble des points d'un maillage virtuel choisi à la surface de la dalle. Chaque "point matériel" de la grille virtuelle, est représenté à un instant donné t, par une distribution d'intensité lumineuse ou par un vecteur de distribution du niveau de gris f(x, y, t). Cette dernière est utilisée dans la fonction d'intercorrélation normée g, définie par l'équation (II.1). Le calcul de l'incrément de déplacement entre deux instants se fait en maximisant la fonction d'intercorrélation normée g. Le logiciel CinEMA permet de faire une interpolation surfacique des différentes valeurs des maxima de g( $u_x$ ,  $u_y$ ) avec une incertitude numérique de l'ordre du centième de pixel [60]. Cette incertitude pouvant être altérée par la signature (naturelle ou artificielle) de la surface utilisée, des tests de calibration sont systématiquement réalisés pour en quantifier la valeur expérimentale : dans notre cas, cette résolution expérimentale est d'environ 3/100^{ème} de pixel.

$$g(u_{x}, u_{y}) = \frac{\sum \sum f(x, y)f(x + u_{x}, y + u_{y})}{\sqrt{f^{2}(x, y)}\sqrt{f^{2}(x + u_{x}, y + u_{y})}}$$
(II.1)

Dans un second temps, on procède par différentiation du champ de déplacement obtenu à proximité du point considéré pour calculer le champ de déformation. Une description sur le traitement par corrélation d'image peut être consultée dans la référence [85]. Nous donnons dans le tableau II.1 les paramètres utilisés pour ce dépouillement qualifié de « macro homogène » de nos essais.

Nombre	Nombre	Gs		Cs		Ns	Lo	
lignes	colonnes	pixels	mm	pixels	mm	5	pixels	mm
11	11	65	19.5	80	24	5	650	195

Tableau II.1 : Paramètres du dépouillement « macro homogène ».

Où Gs est le pas du maillage, Cs est la taille de corrélation matérialisant un point de la surface observée, Ns le nombre de point voisins dans une direction donnée et Lo la longueur de jauge équivalente. Cette étape permet de déterminer le tenseur plan des déformations à une échelle macroscopique. On obtient ainsi des déformations dans les deux directions x et y (figure II.5).

L'évolution du troisième invariant principal du tenseur plan des déformations est interprétée physiquement comme étant la déformation surfacique (dS/S) due au retrait du mortier. En considérant un maillage virtuel raffiné, un deuxième traitement (dit local) d'analyse d'images permet d'évaluer le champ de déformation bidimensionnel surfacique à une échelle plus locale. La longueur de jauge équivalente est cette fois de 100 pixels (30 mm) contre 195 mm dans le cas précédent. Le calcul de la déformation ainsi étendu à l'ensemble des points du maillage permet d'analyser l'hétérogénéité des déformations calculées [77]. Ce second traitement est mené sur les mêmes séquences d'images que celles utilisées pour le premier traitement. La différence entre les deux types de traitement est essentiellement basée sur les paramètres de dépouillement notamment la longueur de jauge utilisée et le nombre de points de mesure de la déformation. Comme le montre le tableau II.2, le nombre de points répartis sur la zone d'intérêt est de 4 225 pour le second traitement contre 121 dans le cas du premier traitement dit macro homogène. L'approche locale a l'avantage de conduire à un ensemble d'analyses statistiques telles que l'écart type (ET) et le coefficient de variation (CV) sur la déformation surfacique (dS/S). Cette déformation surface locale est la moyenne des déformations obtenues à travers les jauges (de 30 mm de taille) virtuelles disposées sur l'ensemble de la « zone d'intérêt ».

Nombre	Nombre	Gs		Cs		Ns	Lo	
lignes	colonnes	pixels	mm	pixels	mm	5	pixels	mm
65	65	10	3	80	24	5	100	30

Tableau II.2 : Paramètres du dépouillement « local ».



FIG. II.2 : Sensibilité de la technique de mesure

La sensibilité de la technique de mesure est d'environ  $1,5x10^{-5}$ . La détermination de cette sensibilité est basée sur le traitement de 5 images acquises successivement (à l'intervalle de quelques secondes) sur une dalle en fin de retrait (soit en absence de toute déformation

supplémentaire). On remarque que le plus grand écart entre les déformations calculées (sur les 5 images) à partir du logiciel CinEMA et la déformation réelle (déformation nulle) est de l'ordre de  $1,5x10^{-5}$  (cf. figure II.2). Il est à noter cette sensibilité obtenue, est liée aux paramètres de dépouillement et à la résolution obtenue sur les déplacements (3/100^{ème} de pixel).

#### **II.1.3** Conditions et procédures expérimentales

Les essais sont réalisés dans une salle où la température et l'humidité relative sont respectivement fixées à  $21 \pm 1^{\circ}$ C et  $50 \pm 5\%$ . Les dalles testées ont été soumises à différentes conditions.

- Essai en condition endogène : La surface de la dalle de mortier est protégée du milieu extérieur. Elle est recouverte d'une plaque de verre transparente (figure II.8.b) afin d'éviter toute évaporation de l'eau du mortier vers extérieur. Cette plaque repose sur les bords du moule de manière à éviter tout contact entre la plaque et le mortier. Le retrait mesuré est dû à la seule hydratation du ciment.
- Essai en condition exogène : La surface de la dalle de mortier est laissée en contact avec le milieu extérieur. Deux types de séchage ont été imposés au mortier. Un séchage dit "modéré" ou sans vent et un séchage dit "sévère" ou avec vent. Lors du séchage modéré, la dalle de mortier est soumise aux conditions climatiques de la salle d'essai (21°C de température et 50% d'humidité relative). Le retrait mesuré dans ces conditions est la "somme" du retrait endogène et du retrait du séchage. Dans le cas du séchage dit "sévère", un ventilateur à turbine (figure II.9) est placé à côté du dispositif de mesure du retrait afin d'accélérer le séchage de la dalle de mortier. Le ventilateur produit au centre de la dalle un faible courant d'air d'environ 3,5±1 m/s à la surface de la dalle. La vitesse du vent est mesurée à l'aide d'un aéromètre.

Tous les mortiers étudiés dans ce travail, ont été fabriqués dans un malaxeur de laboratoire à une vitesse lente. Les fines sont, en premier, mélangées durant 1 minute. Ensuite l'eau du gâchage est ajoutée pour 2 minutes de malaxage supplémentaire. Une fois le mortier fabriqué, il est directement coulé dans le moule 50 cm x 50 cm x 1 cm. La mise en place du mortier dans le moule et le réglage de la camera s'effectue sur une période d'environ 20 minutes. Les essais débutent donc 27 minutes après le contact eau/ciment. La saisie automatique des états de surface de la dalle (prise d'image : essai photomécanique) se fait toutes les 15 minutes sur 24 heures.

#### II.1.4 Calibration de l'essai du retrait libre

Nous avons essayé de vérifier la reproductibilité du calcul numérique entre les deux types de dépouillement. La figure II.3 montre la comparaison entre les deux modes de dépouillement pour un même essai. On remarque une bonne répétabilité des calculs numériques. Cette bonne répétabilité pourra être reliée aussi à l'absence de défaut (une ouverture de fissure par exemple) à la surface de la dalle du moins dans la zone d'intérêt.



FIG.II.3 : Répétabilité du calcul numérique.



FIG.II.4 : Reproductibilité de la mesure du retrait plastique

Nous montrons sur la figure II.4, un exemple de résultat obtenu sur trois essais issus d'une même formulation (présentée au paragraphe III.1). Une légère dispersion est observée sur les trois courbes. Ce phénomène s'explique par la forte sensibilité du retrait plastique à toutes variations aussi faibles soient-elles de la température et/ou de l'humidité relative. Ces variations pourront affecter sensiblement la cinétique du séchage et par conséquent la cinétique et l'amplitude du retrait plastique. L'écart entre ces résultats ne dépasse guère 10% de la valeur moyenne. La technique de mesure délivrant à la base le tenseur plan des déformations dans le repère caméra, on peut estimer l'évolution des déformations suivant les deux directions de ce même repère. Selon ces axes, la figure II.5 montre le caractère anisotrope qui peut être obtenu sur le retrait plastique. Ce phénomène peut être lié à la mise en place du mortier et de sa maniabilité.



FIG.II.5 : Anisotropie du retrait plastique

Les figures II.4 et II.5 présentées ci-dessus sont issues du premier traitement qualifié de "macro homogène" pour une même formulation. Sur la figure II.6, nous présentons un exemple de résultats d'analyses statistiques issu du second traitement (traitement local). L'écart type (ET) sur le retrait surfacique témoigne d'une activité de déformation du matériau et permet d'observer l'hétérogénéité des déformations à la surface du matériau. Nous signalons que l'amplitude de l'écart type (ET) est fortement sensible à la longueur de jauge du dépouillement et donc au couple de paramètres (pas de maillage (Gs), nombre de points voisins (Ns)). Toutefois, tous les résultats (sur le traitement d'image) présentés dans ce mémoire sont issus des paramètres de dépouillement illustrés par les tableaux II.1 et II.2. L'écart type pourra être associé à un phénomène de concentration de déformation à certains endroits de la surface du matériau comme le montre la figure II.7. Cette figure, issue d'une carte de déformation associée à 10h de séchage, donne une idée sur la variation spatiale du
retrait plastique du matériau. Cette hétérogénéité de la déformation à la surface du matériau peut conduire dans certains cas à sa fissuration surfacique. Le coefficient de variation (CV), défini comme l'écart type rapporté à la déformation surfacique moyenne, permet de quantifier l'activité relative de la déformation du mortier durant l'essai. Ce paramètre permet de comparer l'activité de déformation entre des essais présentant différentes amplitudes de retrait. La bonne reproductibilité des résultats liés à l'écart type (ET) et à l'activité de la déformation relative (CV) valide le protocole expérimental ainsi défini (de la mise œuvre à la mesure) et l'approche locale associée.



FIG.II.6 : Evolution de l'écart type du coefficient de variation de la déformation.



FIG.II.7 : Variation spatiale de la déformation du mortier (après 10h de séchage).

Ce dispositif sans contact fournit des résultats reproductibles avec une bonne sensibilité. Il a l'avantage de rentre compte :

- du retrait à la surface du matériau où se produisent les phénomènes de fissurations liés au retrait plastique de séchage notamment,
- de l'hétérogénéité du retrait à la surface du matériau à travers l'activité de déformation.

Cependant, ce dispositif peut surestimer la valeur du retrait lorsqu'il s'agit des éprouvettes présentant de grande épaisseur dans lesquelles il peut y avoir des gradients de déformation entre la surface et le cœur.

# II.2 Suivi de prise et de l'évaporation

Pendant l'essai de retrait sur dalle, on suit également l'évolution de la masse de la dalle. La dalle de mortier immédiatement coulée dans le moule est placée sur une balance de sensibilité 0,1 g (figure. II.10). L'évolution de la masse de la dalle au cours du séchage permet d'évaluer la perte de masse par unité de surface (exprimée en kg/m²) obtenue à partir de la quantité d'eau évaporée divisée par la surface de la dalle de mortier. Cette dernière permet d'estimer le taux d'évaporation exprimé en kg/m²/h, au cours du retrait plastique. Un dispositif de Prise Vicat automatique a été utilisé parallèlement pour déterminer le temps de prise de nos mortiers (figure II.11). Par ailleurs nous avons suivi l'évolution de la température de la dalle de mortier au cours du retrait plastique à l'aide d'un thermocouple introduit dans le matériau. On note une variation d'environ 1,3°C de la température de la dalle de mortier (figure II.12). Cette faible variation thermique de la dalle de mortier montre le caractère isotherme du retrait plastique des structures minces étudiées ici.



a)



FIG.II.8 : Dispositif de mesure du retrait libre : a) cas exogène, b) cas endogène.



FIG.II.9 : Dispositif du retrait avec vent.



FIG.II.10 : Mesure de la perte de masse.



Figure II.11 : Photo de la machine de la Prise Vicat.



Figure II.12 : Evolution de la température de la dalle de mortier durant le retrait plastique.

## II.3 Dispositif de retrait empêché

Le dispositif de retrait empêché retenu dans notre étude est l'essai de retrait restreint annulaire. Il se distingue des autres couramment rencontrés dans la littérature par sa simplicité et son originalité. Avant de le présenter, il convient de faire un petit rappel non exhaustif sur les techniques de retrait empêché existant dans la littérature. Ce qui permettra de mieux comprendre la nécessité de la mise en place d'un tel dispositif dans l'étude du comportement au très âge (avant et/ou pendant la prise) du matériau cimentaire.

#### II.3.1 Rappel sur quelques dispositifs expérimentaux existants

Dans l'objectif de suivre l'évolution de la contrainte générée dans le matériau cimentaire lors de l'empêchement du retrait, des essais dans différents laboratoire ont été développés ; parmi lesquels nous pouvons citer l'anneau en acier (figure II.13). Ce dernier est couramment utilisé pour l'étude du comportement au jeune âge lors du retrait de séchage. C'est le cas par exemple des travaux de Hossain et *al.* [72] [73] et de Turcry [142].



Figure II.13 : Schéma du dispositif du retrait empêché "de type passif" [142].

Malgré sa simplicité de conception, ce dispositif, très souvent utilisé, présente une certaine faiblesse car il repose sur un compromis : l'anneau en acier autour duquel on coule le mortier (ou le béton), comme le montre la figure II.13, doit être suffisamment épais pour créer les conditions d'empêchement du retrait et suffisamment fin pour que sa déformation soit mesurable. On rappelle que seule la déformation de l'anneau en acier permet de remonter à l'état de contrainte dans le matériau. En raison de ce compromis, on donnera à ce type de dispositif expérimental de retrait empêché le qualificatif "passif". La contrainte de traction développée dans le matériau au cours de l'empêchement du retrait est donc fonction de la déformation de l'anneau d'acier ( $\varepsilon_a$ ) obtenue à l'aide des jauges de déformation placées sur ce dernier (cf. figure II.13), des caractéristiques géométriques (R₀, R₁, R₂) de l'ensemble (anneau d'acier et de mortier ou béton) et du module élastique (E_a) de l'anneau d'acier [72].

La contrainte de traction développée dans le matériau est donc exprimée comme suit :

 $\sigma_{e}(\mathbb{R}_{1}) = \mathbf{K} \varepsilon_{e}(\mathbb{R}_{2})$ 

où

$$\mathbf{K} = \mathbf{E}_{\mathbf{a}} \left( \frac{\mathbf{R}_{1}^{2} + \mathbf{R}_{0}^{2}}{\mathbf{R}_{0}^{2} - \mathbf{R}_{1}^{2}} \right) \left( \frac{\mathbf{R}_{1}^{2} - \mathbf{R}_{2}^{2}}{2\mathbf{R}_{1}^{2}} \right)$$
(II.2)

Du fait du compromis évoqué ci-dessus pour ce dispositif expérimental, il apparaît que son degré de restriction n'atteint jamais 100%. Pour s'affranchir de ce compromis associé aux essais dits "passifs", d'autres dispositifs expérimentaux de types actifs, relativement sophistiqués, ont été mis en place. Il s'agit des essais de retrait empêché sur prisme [78] [123] [129] et de retrait empêché annulaire avec asservissement hydraulique [84].

Dans le premier cas (retrait empêché sur prisme), l'éprouvette de mortier (ou de béton) est coulé dans un moule longiligne ayant une section centrale prismatique de taille constante, et des extrémités élargies en forme de queue d'aronde pour en permettre l'amarrage dans les mors rigides. L'un des mors d'extrémités est fixé au bâti du montage, alors que l'autre, mobile, est relié à une cellule de force comme le schématise la figure II.14a [123]. Lorsque le déplacement de l'éprouvette lors de l'essai atteint une valeur seuil établie (de l'ordre de  $\pm$  2µm [123]), un incrément de charge est appliqué pour ramener l'éprouvette à son état initial (correspond à un déplacement nul). Cette charge est maintenue jusqu'à ce que le déplacement du matériau atteigne à nouveau la valeur seuil, et on reprend la même procédure.



Figure II.14 : Schéma du dispositif du retrait empêché "de type actif".

Dans le second cas (retrait empêché annulaire), le mortier (ou le béton) est coulé autour de l'anneau métallique comme le montre la figure II.14b [84]. La déformation de l'anneau centrale au cours de l'essai est compensée à l'aide d'un système d'asservissement hydraulique. Ces deux systèmes actifs de retrait empêché présentent, entre autre, l'avantage de permettre la détermination des évolutions du module élastique tangent à la contrainte obtenue au cours de l'essai. Cependant, du fait de leur conception relativement sophistiquée,

ces systèmes quoique très intéressants, présentent une limite de sensibilité aux faibles contraintes. S'agissant d'étudier le comportement du mortier au très jeune âge (avant et/ou pendant la prise), il est nécessaire de mettre en place un autre type de dispositif actif de retrait empêché plus sensible. Ce nouveau dispositif très simple fera l'objet du prochain paragraphe.

### II.3.2 Description du dispositif expérimental développé

Le dispositif de retrait empêché développé dans notre étude est un dispositif actif de retrait empêché. Cette technique fournit des informations quantitatives sur la fissurabilité des structures minces en mortier soumises au séchage. Il est composé d'un noyau central en polymère quasi-incompressible (module de compressibilité volumique supérieur à 2Gpa) de rayon R_i et d'un moule cylindrique de rayon R_e. Le noyau central et le moule sont positionnés de manière coaxiale. L'anneau de mortier est coulé autour du noyau central comme le montre la figure II.15. Cet outillage est disposé sur une machine d'essai mécanique de traction compression (figure II.16). Une fois l'outillage disposé sur la machine d'essai mécanique, une force (ici de 1KN) est appliquée sur la surface supérieure du noyau central. Cette précharge permet d'assurer un contact parfait entre la surface supérieure du noyau élastomère et le plateau métallique assurant le transfert de la charge à la machine. Par ailleurs, cette précharge doit rester faible pour ne pas modifier la cylindricité du noyau central (effet tonneau). L'intérêt de l'application de cette force est de maintenir la géométrie du noyau central inchangée durant le séchage. Le séchage de l'anneau de mortier est autorisé seulement sur sa surface supérieure, ce pour respecter les même conditions de séchage (rapport surface/volume) que lors des essais de retrait libre (retrait sur dalle). Durant le processus du séchage, les conditions de retrait empêché de l'anneau de mortier conduisent à un chargement du noyau central qui assure alors le transfert de charge vers la cellule de force de la machine. Contrairement aux systèmes de retrait empêché du type "passif" et "actif" rencontrés communément dans la littérature (paragraphe II.3.1), l'association d'un asservissement en déplacement intégré à la presse et d'un noyau en élastomère quasi-incompressible permet de maintenir la condition d'empêchement et de conserver ainsi la géométrie du noyau constante tout au long de l'essai, ce même pour une élévation de la contrainte interne dans l'anneau de mortier. La cellule de force (de capacité 2 kN) associée la presse mécanique permet de mesurer l'évolution de l'effort induit dans le noyau par l'anneau de mortier durant toute la phase de retrait. L'évolution de cette force est directement reliée à la prise de contraintes dans l'anneau de mortier comme le montre l'équation (II.3). Nous rappelons que le choix de la cellule de force utilisée est dicté par l'effort attendu dans le mortier durant l'essai.

En général, mis à part sa simplicité de conception, l'anneau présente l'avantage de considérer un système axisymétrique facilitant le calcul de la contrainte. La détermination de la contrainte interne est basée sur l'hypothèse de l'élasticité plane en mécanique des milieux continus avec la résolution d'un problème classique d'un cylindre creux soumis à une pression interne (annexe C). Le tenseur des contraintes est défini en coordonnées cylindriques. Du fait des équations d'équilibre en mécanique des milieux continus,  $\sigma_{rr}$  et  $\sigma_{\theta\theta}$  sont liées. Ainsi l'état de contraintes en tout point de l'anneau de mortier est entièrement déterminé par la connaissance de la contrainte en un point de l'anneau. La contrainte  $\sigma_{rr}$  est une contrainte de compression nulle au rayon extérieur. La contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  par contre, est une contrainte de traction et est maximale au rayon intérieur.



FIG II.15 : Présentation du moule de l'essai du retrait empêché.



FIG. II.16 : Photo du dispositif de l'essai du retrait empêché.

Chaque point (à une position R telle que  $R_i \le R \le R_e$ ) de l'anneau de mortier est soumis à une contrainte de compression ( $\sigma_{rr}$ ) et de traction ( $\sigma_{\theta\theta}$ ) définie chacune ci-dessous :

$$\sigma_{\rm rr}(R) = \frac{FR_{\rm i}}{2\pi\hbar(R_{\rm e}^2 - R_{\rm i}^2)} \left[ 1 - \frac{R_{\rm e}^2}{R^2} \right], \qquad \sigma_{\rm \theta\theta}(R) = \frac{FR_{\rm i}}{2\pi\hbar(R_{\rm e}^2 - R_{\rm i}^2)} \left[ 1 + \frac{R_{\rm e}^2}{R^2} \right]$$
(II.3)

où F, R_i, R_e et h sont respectivement la force mesurée par la cellule force, le rayon intérieur, le rayon extérieur et l'épaisseur de l'anneau de mortier. L'équation (II.3) montre que les contraintes ne sont pas uniformes dans l'anneau de mortier. Il existe donc un gradient de contrainte entre le rayon intérieur et le rayon extérieur de l'anneau (figure II.15). Les conditions d'empêchement du retrait font que les contraintes qui se développent dans l'anneau de mortier sont essentiellement des contraintes de traction ( $\sigma_{\theta\theta}$ ). Dans la suite, nous assimilerons la valeur de la contrainte interne de l'anneau de mortier à la valeur maximale de sa contrainte de traction, soit la contrainte calculée pour le rayon intérieur de l'anneau de mortier. L'évolution de cette valeur maximale en fonction du temps est donnée par :

$$\sigma_{\theta\theta}(t) = \frac{F(t)}{2\pi h R_{i}} \left(\frac{R_{e}^{2} + R_{i}^{2}}{R_{e}^{2} - R_{i}^{2}}\right)$$
(II.4)

où F(t) représente la force mesurée par la cellule force au cours du retrait (ou du séchage). L'équation (II.4) permet de remonter à la contrainte de traction dans l'anneau de mortier. On remarque que cette équation ne fait pas intervenir le retrait proprement dit, mais plutôt la force induite par l'empêchement du retrait. Nous avons donc abordé une étude de calibration de l'empêchement du retrait et du transfert intégral de la force à travers le noyau central. Cette étude est l'objectif du paragraphe qui va suivre.

#### II.3.3 Calibration de l'essai du retrait empêché

Ce paragraphe est consacré à la calibration du dispositif du retrait empêché. Ce travail a été réalisé de façon à vérifier les conditions d'empêchement de la déformation due au retrait plastique d'une part, s'assurer du transfert de charge à travers le noyau central et d'une quasiuniformité de l'état de contrainte dans l'anneau de mortier d'autre part.

#### II.3.3.1 Validation de la condition d'empêchement

L'instrumentation optique décrite précédemment (paragraphe II.1) a été utilisée pour suivre les profils radiaux et orthoradiaux des déplacements au cours de l'essai. Nous signalons que c'est le second traitement dit « local » qui a été utilisé afin d'apprécier plus finement les profils de déplacement. Ce traitement conduit ainsi à l'évolution des profils selon le rayon des déplacements radiaux et orthoradiaux au cours du séchage. La figure II.17 illustre le résultat

lié à la calibration de l'empêchement du retrait. Les résultats montrent une quasi-absence de déplacement selon la direction orthoradiale sauf dans les zones situées aux extrémités des rayons intérieur et extérieur. Ce phénomène observé aux extrémités n'a pas une conséquence majeure sur l'empêchement du retrait. Si le profil de déplacement est voisin de zéro dans la direction orthoradiale (figure II.17a), nous remarquons très bien qu'au même moment, la direction radiale présente un profil de déplacement conséquent. Ces résultats sont issus de l'image enregistrée après 10h de séchage où le retrait libre du mortier est maximal (cf. figure II.3). Les résultats illustrés sur la figure II.17a ont été issus de la même formulation que ceux présentés sur la figure II.3. Cette calibration valide l'hypothèse de l'empêchement du retrait (dans la direction orthoradiale) induit par ce dispositif expérimental « actif ». L'ensemble de cette calibration est décrit dans la référence [77].



FIG. II.17 : Calibration de l'essai sur anneau, a) profil de déplacement, b) courbe contrainte orthoradiale/déformation lors d'un essai statique.

#### II.3.3.2 Validation du transfert de charge

Il se développe alors dans cette direction orthoradiale, une contrainte que nous pouvons quantifier à travers l'effort enregistré par la cellule force de la machine d'essai (cf. l'équation (II.4)). Pour s'assurer de ce transfert de charge à travers le noyau, une deuxième calibration a été menée. La méthode utilisée consiste à déterminer les caractéristiques mécaniques (le module élastique et le coefficient de Poisson) d'un anneau de mortier par deux différentes méthodes. Il s'agit d'une technique classique qui consiste en la mesure, à l'aide de jauges de déformation, de la réponse de l'anneau de mortier lors d'une sollicitation mécanique radiale à travers le noyau incompressible d'une part et d'une technique vibratoire d'autre part. Dans le cas de la technique vibratoire, l'anneau de mortier est isolé du moule et une légère excitation mécanique est portée sur ce dernier par un marteau de choc. L'extraction des paramètres

modaux ainsi que l'analyse simple des déformées propres associées (flexion, torsion) permettent d'estimer le module élastique et le coefficient de Poisson du matériau. Le paragraphe II.4.2 donnera de plus d'amples informations sur la technique de l'essai vibratoire. Nous disposons pour ce faire d'un anneau de mortier préalablement coulé et durci (7 jours de maturation) dont les caractéristiques mécaniques peuvent être considérées comme stables dans l'intervalle de temps compris entre des deux essais (essai vibratoire et essai statique ou classique). Nous présentons dans le tableau II.3 la formulation utilisée dans la calibration du transfert de charge à travers le noyau central.

Constituants	kg/m ³	
sable	1470	
Ciment CEM I 52.5	600	
Eau	360	

Tableau II.3 : Formulation utilisée pour la calibration du transfert de charge.

L'anneau de mortier durci est disposé autour du noyau quasi-incompressible ; l'assemblage est monté sur une presse d'essai mécanique DARTEC (figure II.16) d'une capacité de 100 kN. La cellule force de 2 kN n'est donc pas utilisé dans ce cas précis, étant donné la grande rigidité apparente et la résistance mécanique du mortier traité ici (mortier utilisé après 7 jours de maturation). Une sollicitation mécanique est alors exercée sur l'anneau de mortier par l'intermédiaire de la machine d'essai via le noyau central. Les déformations de l'anneau de mortier au cours de l'essai mécanique sont mesurées à un rayon moyen à l'aide de deux jauges de déformation disposées radialement et orthoradialement sur l'anneau de mortier. Les contraintes sont obtenues par application de l'équation (II.3). Nous présentons sur la figure II.17b, la courbe contraintes/déformations lors de l'essai statique. Les paramètres élastiques (E et v) de l'anneau de mortier sont explicitement définis par les expressions suivantes :

$$E = \frac{1 - v^2}{v\epsilon_{rr} + \epsilon_{\theta\theta}} \sigma_{\theta\theta} , \quad v = \frac{K \epsilon_{\theta\theta} - \epsilon_{rr}}{\epsilon_{\theta\theta} - K \epsilon_{rr}} \quad \text{avec} \quad K = \frac{\sigma_{rr}}{\sigma_{\theta\theta}}$$
(II.5)

Les résultats ainsi obtenus sont comparés à ceux issus d'un essai dynamique (essai vibratoire). Ce dernier précède l'essai statique d'une dizaine de minutes et consiste en un recalage des modes de vibration de l'anneau à partir d'une simulation aux éléments finis (cf. paragraphe II.4.2). Le tableau II.4 montre les valeurs de E et v obtenues par l'expression (II.5) et la méthode vibratoire. La bonne corrélation entre ces résultats valide le dispositif de transfert de la charge par le noyau central.

	Essai statique (jauges)	Analyse vibratoire
E (GPa)	21,6	22,8
ν	0,28	0,22

Tableau II.4 : Validation du transfert de charge.

#### II.3.3.3 Essai de reproductibilité

Les essais de retrait empêché se déroulent dans la même salle que les essais de mesure du retrait libre. Nous rappelons que les conditions climatiques sont fixées à  $21\pm1^{\circ}$ C pour la température et  $50\pm5\%$  pour l'humidité relative. La figure II.18 montre un exemple de l'allure de la contrainte interne générée dans l'anneau du mortier au cours du retrait empêché. Nous rappelons que, s'agissant d'un essai de structure, nous reportons ici l'évolution de la contrainte maximale (soit celle calculée pour le rayon intérieur). Les deux essais sont issus d'une même formulation. Nous notons une bonne reproductibilité du protocole d'essai (de la mise en œuvre du matériau à la mesure de la contrainte interne). La légère différence observée sur la cinétique des deux courbes est certainement due à la forte sensibilité du retrait plastique par rapport à une petite variation de la température et/ou de l'humidité relative.



FIG. II.18 : Reproductibilité de la contrainte interne de l'anneau de mortier.

#### II.3.3.4 Influence de la géométrie de l'anneau sur l'évolution de la contrainte interne

Nous avons montré dans le paragraphe II.3.2 que chaque point (de position R) de l'anneau de mortier est soumis à un ensemble de contraintes radiale et orthoradiale. Cette dernière contrainte orthoradiale n'est pas uniforme dans la structure (figure II.15). L'objectif de ce paragraphe est de minimiser l'effet de la contrainte de compression ( $\sigma_r$ ) au rayon intérieur d'une part et de rendre plus ou moins uniforme la répartition de la contrainte orthoradiale de traction dans l'anneau de mortier. Afin d'atteindre les objectifs que nous nous sommes définis dans ce paragraphe, une étude analytique a été abordée sur la géométrie de l'anneau de mortier. Ainsi, un compromis entre un faible gradient de contraintes orthoradiales dans la direction radiale (entre le rayon intérieur et le rayon extérieur) de l'anneau du mortier, la minimisation de contrainte radiale et le volume de l'échantillon, a été trouvé en optimisant la géométrie de l'anneau. Pour un volume d'échantillon donné, l'objectif est d'avoir un rapport surface d'évaporation/volume (S/V) proche de la dalle de mortier (paragraphe II.1.1). Soient les paramètres A₁ et A₂ définis par :

$$A_{1} = \left| \frac{\sigma_{r}(R_{i})}{\sigma_{\theta}(R_{i})} \right|$$
$$A_{2} = \frac{\sigma_{\theta}(R_{i})}{\sigma_{\theta}(R_{c})} - 1$$

Ces deux paramètres interviennent respectivement dans la minimisation de la contrainte radiale ( $\sigma_r$ ) et dans la réduction du gradient de contrainte orthoradiale ( $\sigma_{\theta}$ ) entre les rayons intérieur  $R_i$  et extérieur  $R_e$  de l'anneau du mortier. Plus le paramètre  $A_1$  est faible, plus le champ de contrainte dans l'anneau du mortier peut être considérer comme unidirectionnel ; tandis qu'une réduction du paramètre  $A_2$  traduit une réduction du gradient de la contrainte orthoradiale entre les rayons  $R_i$  et  $R_e$ . A partir de la géométrie initiale (geo1), la recherche du compromis entre le volume de l'échantillon, la réduction de  $A_1$  et de  $A_2$ , a permis de trouver une géométrie de l'anneau (geo2) dont les caractéristiques sont présentées dans le tableau II.5.

	R _e (mm)	R _i (mm)	h(mm)	A ₁	A ₂	$S/V(cm^{-1})$
geo1	150	100	30	38%	62%	0,35
geo2	200	160	15	22%	25%	0,7

Tableau II.5 : Caractéristiques	s de la géométrie de l'anneau
---------------------------------	-------------------------------

On remarque à partir du tableau II.5 que l'optimisation de la géométrie de l'anneau a permis d'avoir un état de contrainte quasi-unidirectionnel présentant un faible gradient dans l'anneau de mortier (geo2). De plus on remarque que c'est la géométrie notée geo2 qui permet d'avoir un rapport S/V plus proche de celui de la dalle de mortier (rapport S/V de 1 cm⁻¹). Ainsi, l'utilisation de la géométrie geo2 permettra de confronter aisément les résultats du retrait libre

à ceux du retrait empêché. Les résultats présentés dans la figure II.18 ont été obtenus avec la géométrie notée geo1.

Les figures II.19 et II.20 montrent respectivement l'essai de reproductibilité sur la géométrie geo2 et l'influence de la géométrie sur la cinétique de la contrainte orthoradiale de traction au sein du matériau au cours du retrait empêché. Ces résultats sont obtenus sur le même mortier et dans les mêmes conditions climatiques (séchage modéré) que les essais dont les résultats ont été présentés dans la figure II.18. Tout comme dans le cas de la géométrie geo1 (figure II.18), on note une bonne reproductibilité de l'évolution de la contrainte interne dans le cas de la géométrie geo2. On remarque sur la figure II.20 que la cinétique de la contrainte interne issue de la géométrie geo2 est plus grande que celle issue de la géométrie geo1. Cette observation associée à la cinétique d'évolution plus rapide de la contrainte interne est probablement liée à la minimisation de la contrainte  $\sigma_r$ ; ce qui montre une plus grande sévérité des conditions d'empêchement du retrait avec la géométrie geo2.

Sur le plan qualitatif, on a remarqué que l'anneau de mortier issu de la géométrie geo1 ne présente aucune fissure visible à l'œil nu contrairement à celui issu de la géométrie geo2 qui présente des fissures radiales. Par fissure visible, on entend l'ouverture de fissure supérieure au pouvoir de résolution conventionnel de l'œil humain qui est de  $20 \ \mu m$  [6]. Il en ressort que la cinétique de l'évolution de la contrainte interne (contrainte orthoradiale) est importante dans la fissurabilité du matériau cimentaire. Ainsi, la géométrie geo2 sera à la base des comparaisons entre les différentes formulations dans la suite de ce travail.



FIG. II.19 : Reproductibilité de l'évolution de la contrainte interne sur la géométrie geo2



FIG. II.20 : Influence de la géométrie sur l'évolution de la contrainte interne

L'ensemble des études menées dans ce paragraphe montre une bonne sensibilité de la technique mise en place à la mesure de faibles contraintes. Nous avons également obtenu une bonne reproductibilité des résultats. Cependant, compte tenu du faible niveau des efforts enregistrés au cours de l'essai empêché, pour nos matériaux (mortier de faible caractéristique mécanique comme nous le montrerons au paragraphe III.1), il n'a pas été possible de mesurer à l'aide de ce montage l'évolution du module élastique tangent durant l'essai. Ainsi, pour déterminer le module élastique de nos matériaux pendant la prise, nous avons utilisé une autre technique qui sera présentée au paragraphe II.4.2. Dans ce cas, les éprouvettes utilisées présentent des sections similaires et sont exposées à des même conditions climatiques (T =  $21^{\circ}$ C, HR = 50%) que les éprouvettes qui ont suivi le retrait empêché.

## II.4 Suivi de l'évolution du matériau

Dans ce paragraphe, nous présenterons les dispositifs expérimentaux permettant de suivre d'une part l'évolution du degré d'hydratation et d'autre part l'évolution du module élastique de nos matériaux.

#### II.4.1 Suivi de l'avancement de la réaction d'hydratation

La méthode utilisée pour le suivi de l'avancement de la réaction de l'hydratation dans ce travail est basée sur la détermination de la quantité de chaleur dégagée (chapitre I.1.3). La technique de mesure est celle de la calorimétrie semi-adiabatique. Elle consiste à introduire

une éprouvette de mortier, de diamètre 8 cm et de hauteur 16 cm, dès le gâchage dans un vase Dewar (Figure II.21).



FIG. II.21 : Photo du dispositif de l'essai de la calorimétrie semi-adiabatique

On suit tout au long de l'hydratation, la température de l'éprouvette du mortier. La quantité de chaleur à l'instant t est calculée à partir de l'évolution de l'échauffement du mortier au cours de l'hydratation en utilisant l'équation (II.8). Le degré d'hydratation est défini par :

$$\alpha(t) = \frac{Q(t)}{Q_{tot}}$$
(II.6)

avec

Q(t): la quantité de chaleur dégagée à l'instant t

 $Q_{tot}$ : la quantité de chaleur d'hydratation dégagée par une hydratation complète. Elle peut être calculée par la formule suivante :

$$Q_{tot} = A.q_1(C_3S) + B.q_2(C_2S) + C.q_3(C_3A) + D.q_4(C_4AF)$$
(II.7)

où q₁, q₂, q₃, q₄ sont les chaleurs d'hydratation des phases minéralogiques pures du clinker. La valeur de ces chaleurs diffère d'un auteur à un autre (cf. Tableau I.3). Dans notre cas, nous avons pris les valeurs résumées par Acker et *al*. [6] qui sont récentes et plus proches de celles de Taylor (Tableau I.3). Les valeurs données par Acker et *al*. sont consignées dans le tableau II.6. Les coefficients A, B, C, D sont les proportions des phases minéralogiques pures du clinker. Ces derniers sont donnés par la fiche technique du ciment (annexe A). Nous présentons sur la figure II.22 un exemple de l'évolution de la température du mortier au cours de l'hydratation. La chaleur d'hydratation Q à l'instant t est la somme de la chaleur accumulée dans le calorimètre et de la chaleur dissipée vers le milieu extérieur. Elle est donnée par l'expression :

$$Q(t) = \frac{C}{m_{\rm L}}\theta + \frac{1}{m_{\rm L}}\int_0^t \phi.\theta dt$$
(II.8)

où  $m_L(g)$ ,  $C(J.^{\circ}C^{-1})$ ,  $\phi(J.h^{-1}.^{\circ}C^{-1})$ , et  $\theta(^{\circ}C)$  sont respectivement la masse de liant contenue dans l'éprouvette, la capacité thermique totale du calorimètre et de l'éprouvette, le coefficient de déperdition thermique total du calorimètre, l'échauffement de l'éprouvette à l'instant t (compté à partir du gâchage). La figure II.23 montre la bonne reproductibilité de l'essai semi-adiabatique. Cette figure illustre l'évolution du degré d'hydratation obtenu à partir des équations II.6-8.

Phase du ciment	Chaleur massique d'hydratation $q_i$ (J/g)
C ₃ S	510
$C_2S$	260
C ₃ A	1 100
$C_4AF$	410

Tableau II.6 : Chaleurs massiques d'hydratation des différentes phases du ciment [6].



FIG. II.22 : Exemple de résultat d'un essai semi-adiabatique.



FIG. II.23 : Reproductibilité de l'évolution du degré d'hydratation.

## II.4.2 Suivi du module élastique

Le dispositif de suivi du module élastique de nos mortiers est présenté dans la figure II.24. Il s'agit d'une technique de mesure non destructive des caractéristiques mécaniques des matériaux par analyse des fréquences de résonance. Ce dispositif, en cours de développement, est composé d'un marteau de choc, de capteurs accéléromètriques et d'un système d'acquisition intégré à un ordinateur. Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes de dimensions 1,5 cm x 4 cm x 16 cm avec une surface d'évaporation de 4 cm x 16 cm. Cette géométrie a été adoptée pour être proche, du point de vue rapport surface/volume, de l'essai de retrait libre et de retrait empêché. Après fabrication, le mortier est immédiatement coulé dans le moule (1,5 cm x 4 cm x 16 cm) qui est placé dans la salle climatisée où la température et l'hygrométrie sont respectivement fixées à 21°C et 50%HR. La surface supérieure des éprouvettes est laissée au contact avec l'air. Après un temps de maturation (après le début de prise ou le temps à partir duquel le matériau peut être démoulé sans être endommagé) de 11h, un essai vibratoire au marteau de choc (une légère excitation mécanique) est réalisé sur l'éprouvette. Cet essai dure environ 2 min. Ensuite, l'éprouvette est remise dans le moule. Cette procédure, non destructive, est répétée toutes les heures permettant ainsi de suivre l'évolution du module élastique dynamique des éprouvettes au cours de leur maturation.



FIG. II.24 : Schéma du dispositif de l'essai vibratoire (suivi du module élastique)

La technique repose sur l'acquisition et l'analyse des fonctions de réponse fréquentielle (FRF) relatives à la légère excitation mécanique due au marteau de choc (voir figure II.24). Un exemple des fonctions de réponse fréquentielle au cours de la maturation du mortier est rapporté sur la figure II.25. L'extraction des paramètres modaux (fréquence propre et amortissement réduit) pour les premiers modes propres, ainsi que l'analyse simple des déformées propres associées (flexion, torsion) permettent d'estimer le modules élastique E et le coefficient de Poisson v du matériau comme l'indique la figure II.26.



FIG. II.25 : Evolution des FRF mesurées au cours de la maturation du mortier



FIG. II.26 : Principe d'identification des paramètres élastiques

Dans le cas d'une éprouvette de géométrie simple (une poutre par exemple) comme cela est le cas pour cette étude, le passage des FRF aux paramètres élastiques (E, v) repose sur un simple calcul analytique. Ainsi, pour une poutre rectiligne, de masse volumique  $\rho$ , de longueur l et de section rectangulaire (dimensions b x h), le modèle de Timoshenko conduit à l'expression suivante des fréquences propres fondamentales de flexion f_F et de torsion f_T :

$$\begin{split} \mathbf{f}_{\mathrm{F}} &= \mathbf{C}_{(\nu, j_{\mathrm{h}}')}^{\mathrm{F}} \, h \, l^{-2} \, \rho^{-0.5} \, \mathbf{E}^{0.5} \\ \mathbf{f}_{\mathrm{T}} &= \mathbf{C}_{(\nu_{\mathrm{h}}', j_{\mathrm{h}}')}^{\mathrm{T}} \, l^{-1} \, (1 + \nu)^{-0.5} \, \rho^{-0.5} \, \mathbf{E}^{0.5} \end{split} \tag{II.8}$$

Les coefficients  $C^F$  et  $C^T$ , dépendant de l'élancement de l'éprouvette et du coefficient de Poisson v, sont présentés dans la littérature [127]). De plus, ces expressions analytiques permettent de déterminer la sensibilité de la méthode à l'évaluation des paramètres élastiques. Les valeurs de sensibilité paramétrique relative calculées (tableau II.7) confirment que la méthode proposée (associée à la géométrie d'éprouvette utilisée ici) est bien plus sensible à E qu'à v.

$\frac{\partial f_{F}}{\partial E} \frac{E}{f_{F}}$	$\frac{\partial f_{\rm F}}{\partial \nu} \frac{\nu}{f_{\rm F}}$	$\frac{\partial f_{T}}{\partial E} \frac{E}{f_{T}}$	$\frac{\partial f_{\rm T}}{\partial \nu} \frac{\nu}{f_{\rm T}}$
50 %	-0.4 %	50 %	-8.3 %

Tableau II.7 : Sensibilité relative des fréquences propres à E et v (pour v = 0,2).

Dans d'autres cas, les paramètres constitutifs du comportement ne peuvent être exprimés explicitement par une fonction analytique des fréquences de résonance expérimentales : il peut s'agir de structures plus élaborées conférant un état de contrainte hétérogène, ou de géométries plus complexes comme le cas de l'anneau de mortier traité dans le paragraphe II.3.3.2. La résolution de ce « problème inverse » passe par une modélisation numérique du cas traité à l'aide d'une méthode aux éléments finis. Ce calcul direct, délivrant le jeu de

fréquences associé au modèle, est conduit itérativement jusqu'à la minimisation d'une fonction coût exprimant l'écart aux fréquences expérimentales mesurées. Cette méthode dite de « recalage des paramètres » associée au modèle de comportement est généralement employée en raison de sa simplicité de mise en œuvre.

Les résultats de la figure II.27 sont issus de la même formulation. Ils montrent l'évolution du module élastique du matériau dans les 24 premières heures de maturation. Nous notons une bonne reproductibilité de la méthode d'essai.



FIG. II.27 : Reproductibilité de l'essai vibratoire

Il ressort de ce paragraphe que l'essai vibratoire constitue un moyen de contrôle non destructif efficace, peu onéreux, rapide et fournit des données quantitatives permettant de déterminer le module élastique du matériau. Toutefois, au très jeune âge, l'essai vibratoire présente une certaine limite d'utilisation : il est nécessaire que le matériau ait atteint une certaine cohésion avant de le soumettre à une impulsion au marteau de choc.

## **II.5** Conclusions

Nous avons présenté dans ce chapitre, un ensemble de dispositifs expérimentaux permettant de répondre aux objectifs fixés pour cette thèse. Le dispositif sans contact de mesure du retrait libre sur les dalles (dalles minces) a été calibré de même que le nouveau dispositif expérimental "actif" permettant de produire des essais de retrait empêché. Nous avons montré la bonne reproductibilité des résultats issus de ces dispositifs expérimentaux. Outre la mesure du retrait surfacique, nous avons vu que l'association du logiciel CinEMA à la prise d'image

permet d'avoir une idée sur l'hétérogénéité de la déformation surfacique du matériau durant le séchage. Cette hétérogénéité pourra constituer un champ exploratoire dans l'explication de la fissuration précoce des structures minces à base de ciment. Sur l'évolution des caractéristiques physico-mécaniques du mortier au très jeune âge, nous avons eu également une bonne reproductibilité des mesures réalisées. Cependant, nous n'avons pas réussi à déterminer le module élastique du matériau lorsque ce dernier se trouve à l'état pâteux. Ce qui constitue bien sûr une limite à la technique de mesure proposée. Une solution sera l'utilisation de la méthode acoustique (à basse fréquence) pour mesurer le module élastique à l'état pâteux. Toutefois, l'ensemble des dispositifs expérimentaux développé dans ce chapitre permettra :

- d'étudier l'influence de la formulation sur le retrait plastique et la fissuration induite,
- d'avoir des informations nécessaires permettant de nourrir le modèle (numérique) prédictif du comportement mécanique des structures cimentaires (structures minces) au très jeune âge qui sera présenté au chapitre IV.

# Chapitre III : Etude expérimentale du retrait plastique : retrait libre

Avant d'aborder l'influence des ajouts sur le retrait plastique (retrait libre) et sur la fissuration du mortier à l'état frais, il nous semble opportun d'une part, d'identifier le principal moteur du retrait plastique qui, rappelons le, est fonction de plusieurs phénomènes (ressuage, hydratation et séchage) et d'autre part, de mieux comprendre le phénomène du retrait au très jeune âge. Dans ce dernier cas, nous allons corréler entre elles, les différentes mesures effectuées notamment les mesures de retrait libre, de la prise du mortier et évidemment du taux d'évaporation.

La deuxième partie de ce chapitre est essentiellement consacrée à la présentation des résultats sur l'influence des additions organiques telles que l'éther de cellulose, le latex (EVA), l'adjuvent anti-retrait (Eclipse) et des fibres (fibre de polypropylène et fibre de verre type AR) sur le retrait plastique et sur la fissuration précoce. Travaillant sur un mortier spécial (mortier CEReM), il convient de le présenter sobrement afin de fixer les idées.

## **III.1 Mortier CEReM**

Les mortiers étudiés dans ce travail sont liés à une formulation spéciale retenue dans le cadre du projet **CEReM** (Consortium pour l'Etude et la **Re**cherche sur les **M**ortiers) dite "mortier de référence". Une des particularités de ce mortier de référence est son rapport massique eau/ciment élevé (E/C = 1). Il est formulé avec les constituants suivants :

- **sable :** sable siliceux (SIFRACO DU) de granulométrie 0,1/0,35 mm, d'une surface spécifique de 11,5 m²/kg. Nous supposons son coefficient d'absorption nulle,
- ciment : il s'agit du ciment CEM I 52,5 N CE CP2 NF "SB", d'une surface spécifique de 438 m²/kg,
- filler calcaire : fourni par la société Omya sous l'appellation Omya BL 200, de granulométrie 0/0,1 mm, d'une surface spécifique de 570 m²/kg, d'une demande en eau 20,5%,

• l'éther de cellulose : de type MHPC, de granulométrie 0/0,26 mm et d'une surface spécifique de 170 m²/kg. Ces valeurs sont celles déterminées expérimentalement à l'aide d'une granulométrie laser.

Plus de détails sur les constituants listés ci dessus peuvent être consultés dans l'annexe A. Nous présentons dans le tableau III.1 la formulation du mortier de référence noté F1.

Constituants	kg/m ³
Sable	650
Ciment	300
Filler calcaire	50
Ether de cellulose	5
Eau	300

Tableau III.1 : La composition du mortier de référence noté F1.

On remarque que le mortier de référence est composé d'environ 50% en poids de sable par rapport à sa masse totale. Outre le dosage particulièrement élevé en eau de ce mortier, on note la présence de l'éther de cellulose dans sa formulation. On signale que les éthers de cellulose sont couramment employés dans les enduits monocouche. Le recours aux éthers de cellulose permet d'améliorer la capacité de rétention d'eau du mortier vers le mur sur lequel il est appliqué.

De part sa formulation (tableau III.1), on remarque que le mortier CEReM est un mortier léger. Sa masse volumique (déterminée expérimentalement sur les éprouvettes normalisées 7 x 14 cm) à l'état frais est de 1 355  $\pm$  20 kg/m³. Cette faible densité se traduit par la grande porosité du matériau. La porosité totale estimée à l'aide de la porosimétrie à mercure après 24 h de maturation et de séchage est environ 40%.

Une observation (figure III.1) au microscope électronique à balayage d'une facette de rupture du mortier (après 24 h de maturation et de séchage) confirme cette grande porosité du matériau. Outre sa grande porosité, ce mortier présente de faibles caractéristiques mécaniques. Sa résistance en compression à 28 jours (essai de compression normalisé sur 7 x 14 cm) est de 7,6 MPa. L'ensemble de caractéristiques évoquées ci-dessus sur le mortier CEReM, le distingue des mortiers ordinaires couramment rencontrés dans la littérature. Le mortier de référence étant brièvement présenté, nous allons maintenant étudier le retrait plastique du matériau.



FIG. III.1 : Observation d'une facette de rupture du mortier au MEB.

# **III.2** Effet des conditions environnementales sur le retrait plastique

## III.2.1 Retrait plastique d'origine endogène

Nous rappelons que c'est le dispositif de la figure II.8 qui a été utilisé pour caractériser le retrait plastique. Dans les conditions endogènes, la surface de la dalle de mortier est protégée du séchage par une plaque de verre transparente permettant de suivre l'état de surface de la dalle de mortier durant l'essai comme nous l'avons précisé dans le paragraphe II.1.3. Dans le cas du séchage, la surface de la dalle de mortier est laissée en contact avec l'air (21°C de température et 50% d'humidité relative). On présente sur la figure III.2, l'évolution du retrait plastique dans les cas endogène et exogène. Le retrait endogène permettra d'estimer la part due à l'hydratation dans le retrait plastique de notre mortier. On remarque que sur la figure III.2 que le retrait endogène ne dépasse guère 15% du retrait total (retrait plastique en cas de séchage). Il ressort de ces résultats que le principal moteur du retrait plastique de nos mortiers reste le phénomène de séchage. Ces mêmes résultats ont été obtenus dans la littérature [142]. La faible valeur mesurée pour le retrait endogène (retrait chimique en période dormante) est aussi justifiée dans la littérature notamment pour le ciment de classe CEM I que nous utilisons dans ce travail. Ainsi, Turcry et *al.* [140] ont montré que, pour un ciment de type CEM I, le retrait chimique en période dormante est d'environ 1 mm³/h pour 1 g de ciment. La dalle de

mortier de dimensions 1 cm x 50 cm x 50 cm contient 780 g de ciment. Le retrait chimique vaut donc environ  $0.8 \text{ cm}^3/\text{h}$ . En outre, nous rappelons que le mortier contient de l'éther de cellulose. Les études menées sur l'interaction des éthers de cellulose avec la matrice cimentaire par Pourchez [109] ont montré que ces particules de polymère réduisent l'hydratation du ciment. Ainsi, nous pensons que la faible part due à l'hydratation dans le retrait plastique de notre mortier (figure III.2) est liée à la concomitance de deux phénomènes à savoir : le faible retrait chimique du au type de ciment (CEM I) utilisé et la présence de l'éther de cellulose dans le mortier.



FIG. III.2 : Comparaison du retrait plastique mesuré en conditions endogènes et exogène.

Dans la suite de ce mémoire, le retrait plastique sera donc assimilable au retrait total ou au retrait lié au séchage. Cependant, l'hydratation du ciment qui gouverne le retrait chimique peut avoir une influence sur le retrait plastique même si le retrait chimique est négligeable devant le retrait total. Dans le paragraphe III.2.2 qui va suivre, nous verrons que le retrait plastique dépend aussi de la prise du mortier. On remarque également sur la figure III.2 que quelles que soient les conditions d'essai (condition endogène ou exogène) du retrait plastique, une légère dilatation est observée sur la courbe du retrait. S'agit-il d'un artefact du système de mesure utilisé ? Nous ne saurons répondre que si nous réalisons les mêmes essais dans les mêmes conditions avec une autre technique de mesure ; malheureusement, nous n'avons pas été jusque là dans cette thèse. Toutefois, les essais de retrait plastique réalisés avec un autre dispositif expérimental que le nôtre, celui de Turcry (figure I.12) par exemple, ont montré le même phénomène (figure I.8). Ce phénomène a été observé également par Mitani [97] sur le retrait endogène au très jeune âge sur des mortiers ultra hauts performances sans toutefois arriver à le corréler avec certitude à un phénomène physique. Dans notre cas, le phénomène est observé sur tous les mortiers testés et a toujours lieu après le début de prise Vicat ou pendant la prise. Nous pouvons faire l'hypothèse de la précipitation de la portlandite pour expliquer ce gonflement observé pendant la prise sur nos mortiers.

Après avoir montré que le séchage est le principal moteur du retrait plastique de nos mortiers, nous allons maintenant essayer de mieux comprendre le comportement du mortier frais au cours du séchage. Le séchage du matériau s'est produit dans deux conditions environnementales : un séchage modéré (retrait plastique sans vent) et un séchage sévère (retrait plastique avec vent).

#### **III.2.2** Retrait plastique sans vent

La mesure du retrait plastique est effectuée à l'aide du dispositif expérimental présenté au chapitre précédent (figure II.1). La surface de la dalle de mortier est laissée en contact avec l'air de la salle d'expérience où la température et l'hygrométrie sont respectivement fixées à 21°C et 50% (séchage modéré). Sur la figure III.3 où est représentée l'évolution de la perte de masse de la dalle de mortier au cours du séchage, on remarque que le taux d'évaporation est presque constant jusqu'à la fin de l'essai. Cette cinétique linéaire de la perte de masse dans les premières 24 h du séchage modéré est sans doute liée à la grande porosité du matériau et son E/C très élevé. La figure III.4 donne l'allure du retrait plastique. Sur cette figure nous avons situé l'évolution du retrait par rapport aux temps de prise du mortier. Le début de prise (DP) est déterminé par la méthode de prise Vicat et la fin de prise (FP) est estimée par l'âge auquel le dégagement de chaleur d'hydratation est maximal. Rappelons que ce dernier a été déterminé à partir de l'essai semi-adiabatique (figure II.21) dont les résultats seront présentés plus loin. On remarque que le retrait se produit essentiellement, dans le cas présent, avant le temps du début de prise Vicat. Ce résultat répond bien à la définition du retrait plastique comme étant le retrait du matériau cimentaire avant et/ou pendant la prise. Il ressort donc que l'hydratation du matériau cimentaire a aussi une influence sur l'évolution du retrait plastique.



FIG. III.3 : Perte de masse du mortier par unité de surface sans vent



FIG. III.4 : Evolution du retrait plastique sans vent

L'observation de la figure III.4 montre que l'évolution du retrait plastique se présente sous la forme d'un régime transitoire composé essentiellement de deux phases. Une phase quasi linéaire suivie d'une phase où la courbe d'évolution du retrait plastique présente une inflexion suivie d'un palier (le retrait plastique devient presque constant dans le temps).

Durant la première phase, le retrait évolue rapidement. En effet, dès la mise en place du mortier dans le moule, il y a une formation rapide d'un réseau complexe de ménisques à sa surface en contact avec l'air créant ainsi une dépression capillaire dans la structure du mortier. La formation rapide du réseau complexe de ménisques à la surface de la dalle est liée au fait que le mortier étudié (dont la formulation est présentée sur dans le tableau III.1) ne présente pas de ressuage malgré son rapport E/C très élevé, ce qui est sans doute lié à la présence de l'éther de cellulose dans sa formulation. L'eau du mortier s'évapore plus vite à la surface de la dalle qu'elle n'y apparaît. L'évolution rapide du retrait au cours de cette première phase peut être interprétée comme une réponse globale du matériau à la sollicitation de la dépression capillaire née du réseau complexe de ménisques. L'observation des figures III.3 et III.4 montre que dans cette première phase, le retrait plastique est une fonction quasi-linéaire de l'évaporation.

Suite à cette première phase, la cinétique du retrait diminue progressivement dans le temps. La courbe du retrait s'infléchit jusqu'au début de prise Vicat avant d'atteindre un palier où le retrait atteint sa valeur maximale. Bien que le retrait s'infléchisse, la figure III.3 montre que la perte de masse de l'échantillon continue d'évoluer. Le retrait n'est donc plus proportionnel à

la perte de masse. Qu'est ce qui justifie ce comportement non linéaire du matériau? Cet infléchissement du retrait est-il lié à l'évolution de la microstructure du matériau due à l'hydratation ? Avant toute tentative de réponse, remarquons que ce phénomène a lieu avant le début de prise Vicat. Le matériau est jusque là dans un état que l'on peut qualifier de milieu granulaire avec ou sans cohésion. Nous avons, dans le paragraphe I.2.2 du premier chapitre (chapitre I), rapproché le mécanisme du retrait plastique des matériaux cimentaires à celui qui se produit dans les sols fins ou argileux des zones de marnage lorsque l'eau se retire. Afin de trouver une explication à l'infléchissement de la courbe du retrait plastique, nous nous sommes orientés vers les milieux granulaires. La dessiccation d'un sol conduit à un retrait dont la courbe en fonction de la perte de masse en eau présente deux périodes [49]. Une première période linéaire où le retrait est proportionnel à la perte de masse d'eau, une deuxième période où le retrait n'est plus proportionnel à la perte de masse d'eau traduisant ainsi l'infléchissement du retrait. On retrouve ici l'analogie entre l'évolution du retrait de notre mortier (figure III.4) et celle du sol. Dans le cas du sol, les auteurs considèrent la deuxième période comme étant la limite du retrait. Ainsi, selon eux, le sol s'est compacté lors de la première période du retrait de telle sorte qu'il est assez dense pour résister à toute augmentation de confinement exercé par la pression capillaire.

Dans le cas des matériaux cimentaires, nous pouvons relier l'infléchissement de la courbe du retrait avant le début de prise à l'augmentation de la compacité du squelette granulaire suite au départ de l'eau. En conséquence, tout phénomène contribuant à l'augmentation de la compacité du matériau durant la phase du retrait, aura une grande influence sur ce dernier. Or durant la période de retrait, les hydrates se forment à la surface des anhydres du ciment, modifiant ainsi la microstructure du matériau. Même si les hydrates formés ne sont pas encore en quantités suffisantes pendant cette période de retrait, le processus d'hydratation pendant cette période (ici avant le début de prise) constitue un élément supplémentaire conduisant à l'augmentation de la compacité ou à la cohésion du matériau. Il contribue donc à l'infléchissement de la courbe du retrait plastique.

### III.2.3 Retrait plastique avec vent

Afin de simuler le retrait plastique du mortier dans des conditions climatiques plus sévères, une circulation d'air d'environ 3,5 m/s (soit 12,6 km/h) est appliquée à la surface de la dalle de mortier (figure II.9). La valeur de la vitesse du vent est mesurée au centre de la dalle à l'aide d'un aéromètre, elle peut varier de 3 à 5 m/s sur toute la surface de la dalle. Cette circulation d'air à la surface de la dalle de mortier frais a une influence notable sur la perte de masse en eau ainsi que sur la cinétique du retrait plastique du mortier.



FIG. III.5 : Perte de masse du mortier par unité de surface avec vent

Lorsqu'on applique de l'air à la surface de la dalle de mortier, on remarque que la perte de masse en eau n'est plus linéaire en fonction du temps (figure III.5) comme ce fut le cas du séchage sans vent (figure III.3). Nous notons une diminution progressive du taux d'évaporation. Cette diminution progressive du taux d'évaporation peut être liée à la réduction progressive de la taille des pores suite au départ plus important de l'eau dans les premières heures contrairement au séchage modéré. A titre d'exemple, le mortier a perdu durant le séchage avec vent 36% d'eau par rapport à la masse initiale d'eau après 8 h de séchage contre environ 37% après 24 h lors du séchage sans vent. Si le taux d'évaporation n'est plus constant durant l'essai comme ce fut le cas du séchage sans vent, nous pouvons cependant considérer qu'il est constant pendant la période où le retrait se développe (figure III.6). Le taux d'évaporation passe donc de 0,057 kg/m²/h sans vent à 0,17 kg/m²/h avec vent. La circulation du vent à la surface de la dalle du mortier au cours du séchage fait donc augmenter la cinétique d'évaporation d'eau. Ce phénomène a été observé également sur la mesure de la déformation liée au séchage. On note sur la figure III.6 que le retrait plastique en présence du vent se présente toujours sous une forme transitoire comportant une première phase quasilinéaire suivie d'une inflexion et d'un palier. Contrairement au cas du séchage modéré (sans vent), le retrait a cette fois-ci plafonné bien avant le début de prise (figure III.6).



FIG. III.6 : Evolution du retrait plastique avec vent

La première phase du retrait est plus courte dans le temps et présente une cinétique plus élevée. Le fort taux d'évaporation initial fait augmenter la pression capillaire dans les pores à la surface de la dalle de mortier. Cette augmentation de la dépression capillaire conduit tout naturellement à une contraction plus forte du squelette granulaire, ce qui justifie la cinétique plus élevée du retrait durant cette première phase (tableau III.2).

L'infléchissement de la courbe du retrait (début de la deuxième phase) a lieu plus tôt, comparativement au cas du séchage sans vent. Le départ plus important de l'eau du mortier en présence du vent entraîne une augmentation précoce de sa compacité. Il découle donc que l'infléchissement de la courbe de retrait du mortier étudié ici, est essentiellement fonction de la compressibilité du squelette solide. Le plafonnement de la courbe du retrait a aussi lieu plus tôt et ce, bien avant le début de prise Vicat.

En guise de synthèse pour le paragraphe III.2, nous pouvons dire que le séchage est le principal moteur du retrait plastique du mortier étudié. Les évolutions des courbes de retrait et d'évaporation sont fortement influencées par les conditions du séchage (figure III.7). Dans le cas d'un séchage sévère (avec vent), la cinétique de la phase quasi-linéaire de la courbe du retrait plastique est plus élevée (tableau III.2) ; ce qui pourra conduire le matériau à une fissuration précoce. Durant cette phase quasi-linéaire du retrait, nous pouvons définir une vitesse du retrait plastique ( $\dot{\epsilon}_{ret}$ ) correspondant à la pente de cette phase. La valeur de cette pente est obtenue par une régression linéaire de la première phase du retrait. Cette pente est dépendante de la pression capillaire (ressuage et rayon des pores) et de la compressibilité du

squelette solide [139]. La compressibilité du squelette solide peut être définie comme la compressibilité granulaire lorsque la phase quasi-linéaire a lieu avant le début de prise Vicat comme se fut le cas pour ce mortier. Nous présentons dans le tableau III.2 les valeurs obtenues pour cette pente dans les deux cas de séchage (sans vent et avec vent). Ce tableau montre que le rapport entre la pente de la phase quasi-linéaire ( $\dot{\epsilon}_{ret}$ ) et le taux d'évaporation est plus important dans le cas du séchage avec vent. Ce résultat serait lié à une plus forte cinétique de la dépression capillaire au cours du séchage avec vent et à l'état pâteux du mortier durant la période définissant la phase quasi-linéaire de la courbe du retrait plastique. En effet, Turcry [142] avait montré que le courant d'air augmente la cinétique et la valeur de la pression capillaire lors du retrait plastique des matériaux cimentaires.

séchage	taux d'évaporation (kg/m²/h)	$\dot{\epsilon}_{ret}$ (x 10 ⁻³ /heure)	έ _{ret} /taux d'évaporation
sans vent	0,057	0,54	9,47
avec vent	0,17	6,56	38,59

Tableau III.2 : La pente de la phase quasi-linéaire du retrait.

Il a été noté que le séchage intense conduit à une augmentation rapide de la compacité du squelette solide. Cette dernière à une influence sur l'âge de plafonnement du retrait plastique. Ainsi, la rigidité du matériau due à la prise (figure III. 4) ou l'augmentation de la compacité du squelette granulaire (figure III.6) limitent le retrait plastique. Il est à noter que les résultats expérimentaux présentés dans ce paragraphe sont en accord avec les données disponibles (les différentes phases, effet des conditions environnementales...) sur le retrait plastique des mortiers dans la littérature [10] [71] [142].



FIG. III.7 : Influence du vent sur l'évolution du retrait plastique et sur l'évaporation.

# **III.3** Influence des ajouts

Dans ce paragraphe, nous étudions l'influence des ajouts sur le retrait plastique. Ces ajouts sont de différentes natures. Il s'agit des fibres (des fibres de polypropylène et des fibres de verre « AR »), d'adjuvant anti-retrait (Eclipse), de latex (EVA : Ethylène Vinyle Acétate), de l'éther de cellulose (EC : MHPC (méthylhydroxypropylcellulose)). Nous présenterons sommairement les additifs avant d'aborder leur influence sur le retrait du mortier.

## **III.3.1** Ajout des fibres

## III.3.1.1 Caractéristiques des fibres

Les fibres de polypropylène utilisées sont les fibres de SIKA CRACKSTOP. Ce sont des fibres qui ont une grande surface spécifique et qui résistent à l'alcalinité du ciment. Certaines de leurs caractéristiques sont résumées dans le tableau III.3. Les fibres de verre sont aussi utilisées dans ce travail. Ces fibres nommées Cem-FIL AR et produites par la société VETROTEX, sont fabriquées à partir de verre dont la teneur en Zircone est optimale. Celle-ci leurs permet de résister à la haute alcalinité des matériaux cimentaires. Les fibres de verre AR (alcali résistant) se caractérisent par leurs grandes capacités de dispersion dans la matrice cimentaire durant le malaxage, d'où leur appellation "HD". Elles possèdent également une grande résistance en traction d'environ 1,5 fois celle de l'acier et un module élastique élevé, environ 10 fois celui des fibres de polypropylène. Les caractéristiques principales de ces fibres de verre AR sont également reportées dans le tableau III.3.

Propriétés	Unité	Fibres de polypropylène	Fibres de verre AR
		( <b>PP</b> )	( <b>FV</b> )
Résistance de traction	MPa	300 - 400	3.500
Module élastique	GPa	6 - 9	72
Masse volumique	kg/m ³	910	2 680
Longueur	mm	6	6 et 12
Diamètre	μm	18	14
Surface spécifique	m²/kg	225	115
Nombre de fibres	1/g	600 000	424 000 et 212 000

Tableau III.3 : Principales caractéristiques des fibres.

Dans ce paragraphe, ces deux types de fibres ont été utilisés à des proportions relativement faibles : soit 1 kg/m³ de mortier correspondant au taux couramment utilisé en ce qui concerne les mortiers renforcés de fibres polypropylène. Ce taux correspond à 0,1% par rapport au volume du mortier en ce qui concerne les fibres de polypropylène, et 0,035% par rapport au

volume du mortier en ce qui concerne les fibres de verre. Cette différence entre les fractions volumiques est due à la différence entre les masses volumiques des deux types de fibres comme le montre le tableau III.3. Pour les fibres de verre, deux longueurs de fibres ont été testées : 6 et 12 mm. L'objectif est de voir si la longueur de ces fibres a une influence sur le retrait plastique.

## III.3.1.2 Influence sur le retrait plastique

Les résultats présentés dans ce paragraphe sont les moyennes d'au moins deux essais. Les mortiers étudiés sont référencés de la manière suivante :

- F1 : le mortier de référence dont la formulation a été présentée dans le tableau III.1,
- F1-0,1%PP_6 : le mortier F1 renforcé de fibres de polypropylène de 6 mm de longueur et de teneur égale à 0,1% par rapport au volume du mortier,
- F1-0,035%FV_6 : le mortier F1 renforcé de fibres de verre de 6 mm de longueur à hauteur de 0,035% par rapport au volume du mortier,
- F1-0,035%FV_12 : le mortier F1 renforcé de fibres de verre de 12 mm de longueur à un taux de 0,035% par rapport au volume du mortier.

Dans la préparation des mortiers renforcés de fibres, les fibres sont d'abord introduites dans l'eau de gâchage avant que l'ensemble (eau + fibres) ne soit ajouté au mélange. Cette procédure a pour but de permettre une bonne dispersion des fibres dans la matrice cimentaire.

La figure III.8 montre l'influence des fibres sur le retrait plastique. On remarque que quelle que soit la nature des fibres, la courbe du retrait plastique présente la forme transitoire comme dans le cas du mortier non renforcé. Cependant, selon la nature des fibres, il y a une différence sur :

- le temps marquant le début d'infléchissement de la courbe du retrait,
- la pente de la première phase (phase quasi-linéaire) du retrait,
- l'âge du retrait maximal (repéré sur la courbe par M),
- la valeur maximale du retrait plastique.

L'ajout des fibres réduit le temps de développement de la première phase et diminue légèrement (tout au plus 20% en moyenne) la pente associée à cette phase quasi-linéaire du retrait comme le montre le tableau III.4. On observe également que la courbe du retrait s'infléchit et plafonne plus tôt pour les mortiers renforcés de fibres. Tout comme la durée de la première phase du retrait, la courbe de retrait plastique plafonne plus tôt avec les fibres de verre. Qu'est ce qui explique cet infléchissement plus rapide des mortiers renforcés de fibres ? Avant toute tentative d'explication, nous avons montré dans le paragraphe III.2.2 que les

phénomènes de séchage ou de l'hydratation agissent sur la compacité du matériau, et par conséquent sur l'infléchissement de la courbe du retrait.



FIG. III.8 : Influence des fibres sur l'évolution du retrait plastique

L'ajout des fibres augmente t-il l'évaporation d'eau du mortier ? Ou augmente t-il la cinétique d'hydratation du ciment ? Les résultats sur la perte de masse des mortiers renforcés de fibres (tableau III.4 et figure III.9) montrent que le taux d'évaporation de ces derniers est identique à celui du mortier de référence noté F1. Ce qui montre que l'infléchissement plus rapide du retrait des mortiers renforcés de fibres n'est pas lié au taux d'évaporation de ces mortiers.

mortier	taux d'évaporation (kg/m²/h)	$\dot{\varepsilon}_{ret}$ (x 10 ⁻³ /heure)	έ _{ret} /taux d'évaporation
F1	0,057	0,54	9,47
F1-0,035%FV_12	0,057	0,43	7,54
F1-0,035%FV_6	0,057	0,46	8,07
F1-0,1%PP_6	0,057	0,53	9,30

Tableau III.4 : Influence des fibres sur la pente de la phase quasi-linéaire du retrait.

Même si l'on peut penser que les fibres de verre peuvent être des sites de nucléation des hydrates compte tenu de leurs teneurs en silice, les fibres sont généralement considérées comme inertes vis-à-vis de l'augmentation du taux d'hydratation du ciment. Toutefois, les résultats sur les essais de prise Vicat (le seuil de cisaillement de 22,5 KPa) ont montré que
l'ajout de 1 kg/m³ de fibre a une légère influence sur le temps de début de prise Vicat (tableau III.5). Ainsi, on note une petite réduction d'environ 30 à 40 min sur le temps de début de prise Vicat des mortiers renforcés de fibres comparativement à celui de référence. Ce même résultat a été obtenu dans la littérature [24]. Ces derniers auteurs ont noté une réduction de 35 min avec l'ajout de 1 kg/m³ de fibres de polypropylène. Les valeurs du tableau III.5 sont données avec une précision de  $\pm 5$  min.

	F1	F1-0,1%PP_6	F1-0,035%FV_6	F1-0,035%FV_12
Début de prise Vicat	09h20min	08h40min	08h45min	08h50min

Tableau III.5 : Influence de l'ajout de fibres sur le début de prise Vicat.



FIG. III.9 : Influence des fibres sur la perte de masse par unité de surface.

Ces réductions obtenus sur le temps de début de prise Vicat par les fibres (tableau III.5), montrent que ces fibres améliorent la cohésion apparente du mortier frais. Cette augmentation de la cohésion apparente du mortier frais est difficilement prévisible théoriquement à travers le module élastique du composite en utilisant les lois de mélanges couramment rencontrées dans la littérature. Il est à noté que ces lois de mélanges (type biphasique) ne tiennent compte, ni de la discontinuité des renforts, ni de l'orientation des fibres, ni de la véritable nature de l'interface fibre-matrice. Cependant, à titre comparatif, en prenant le modèle simpliste de Voigt, on obtient une augmentation de 1,5% sur le module élastique en ce qui concerne le mortier renforcé des fibres polypropylène contre 4,5% pour celui renforcé des fibres de verre à 12 h de maturation. On rappelle que les fibres sont utilisées à un taux de 1 kg/m³ de mortier

et que le module élastique (déterminé à partir d'un essai dynamique : essai vibratoire présenté dans le paragraphe II.4.2) du mortier non renforcé est de 0,55 GPa à 12 h de maturation. Nous pensons donc que l'infléchissement plus rapide de la courbe du retrait des mortiers renforcés de fibres est lié à cette augmentation de la cohésion apparente du mortier frais et donc de sa compacité. L'âge plus rapide du retrait maximal est une conséquence directe de l'infléchissement rapide des courbes de retrait observées pour les mortiers renforcés. Le petit calcul (à titre comparatif) d'homogénéisation fait précédemment sur le module élastique des mortiers renforcés de fibres, valide les résultats du tableau III.4 sur la vitesse initiale du retrait (pente de la phase quasi-linéaire de la courbe du retrait). En effet, nous avons observé dans ce tableau que les mortiers renforcés de fibres de verre présentaient une vitesse initiale de retrait plus faible ; de même le calcul d'homogénéisation montre que ces fibres de verre améliorent plus la cohésion du mortier frais que les fibres de polypropylène. L'ensemble de ces résultats montre l'importance de la cohésion du mortier frais sur la cinétique de son retrait plastique. Cette constatation est validée d'ailleurs par l'expression analytique (équation I.20) proposée par Radocea sur l'évolution du retrait plastique des matériaux cimentaires dans laquelle l'auteur avait tenu compte, outre du taux d'évaporation dm/dt, de la compressibilité  $M_r$  (donc de la cohésion) du matériau.

Une observation de la figure III.8 montre également que l'ajout des fibres réduit la valeur maximale du retrait plastique du mortier. On note une réduction de l'ordre de 48% pour les fibres de verre quelle que soit la longueur des fibres et de l'ordre de 30% pour les fibres de polypropylène. Les fibres de verre étant comparativement aux fibres de polypropylène en moins grand nombre pour le taux de 1 kg/m³, ces résultats montrent que le nombre important de filaments de fibres pourrait être nécessaire dans la réduction du retrait plastique des matériaux cimentaires mais pas suffisant. Cette remarque montre l'importance des propriétés des fibres notamment le ratio module élastique des fibres/module élastique du mortier dans leur rôle de réduction du retrait plastique. Les fibres de verre ont un module élastique environ 8-10 fois plus grand que celui des fibres de polypropylène. Ce qui leurs confère un ratio module élastique des fibres/module élastique du mortier plus important. A titre indicatif, ce ratio est environ 131 pour les fibres de verre contre seulement 16 pour les fibres de polypropylène à 12h de maturation et de séchage. Ainsi, en se séparant en des filaments individuels (un million en moyenne pour le taux de 1 kg/m³), les fibres apportent au mortier frais une résistance à la compaction due aux efforts de pression capillaire développée dans le matériau au cours du séchage. Cette résistance à la compaction se produit localement à travers les efforts tangentiels générés aux interfaces fibres/matrice. Le plus faible retrait observé ici (figure III.8) sur les mortiers renforcés de fibres de verre comparativement au mortier contenant des fibres de polypropylène, est sans doute lié au module élastique plus important de ces fibres de verre. Nous signalons que, grâce à leurs grande surface spécifique, les fibres de verre développent une bonne interface fibres/matrice au très jeune âge tout comme les fibres de polypropylène. Dans la littérature, d'autres auteurs [135] [152] aussi avaient montré

que les fibres ayant un plus grand module élastique réduisaient plus le retrait plastique du matériau cimentaire.

L'ensemble des résultats obtenus dans ce paragraphe, nous permet de comprendre :

- l'importance qu'à la cohésion du mortier frais (et donc de sa compressibilité) sur la cinétique et la valeur du retrait plastique,
- le rôle des fibres incorporées (fibres de verre et de polypropylène) au mortier dans la réduction du retrait plastique du matériau.

Dans le prochain paragraphe, nous tenterons de comprendre le rôle d'un adjuvant anti-retrait sur le comportement du mortier CEReM au très jeune âge. Il s'agit de l'adjuvant Eclipse. Le choix de cet adjuvant est lié à l'appartenance de cet adjuvantier au consortium CEReM.

# III.3.2 Ajout de l'adjuvant Eclipse

L'Eclipse est un adjuvant réducteur de retrait du séchage, de type "Ether de Propylène Glycol". C'est un produit liquide fabriqué par la société PIERI sous l'appellation "Eclipse Floor". Du fait de la confidentialité industrielle, le fournisseur du produit n'a donné aucune information sur sa composition chimique. L'adjuvant Eclipse est ajouté à l'eau de gâchage à différentes doses soit 3 l/m³, 6 l/m³ et 12 l/m³ de mortier correspondant respectivement à 1%, 2% et 4% de la masse d'eau de gâchage. Les mortiers adjuvantés sont référencés comme suit :

- F1-1%ECL : mortier F1 contenant 1% d'Eclipse par rapport à la masse d'eau,
- F1-2%ECL : mortier F1 contenant 2% d'Eclipse par rapport à la masse d'eau,
- F1-4%ECL : mortier F1 contenant 4% d'Eclipse par rapport à la masse d'eau.

L'influence de l'adjuvant Eclipse sur le retrait libre est illustrée sur la figure III.10. On remarque que la courbe du retrait plastique des mortiers adjuvantés présente les mêmes phases que celle du mortier de référence. Toutefois, on note une influence sur la cinétique et la valeur maximale du retrait mais pas sur l'âge du retrait maximal repéré par M sur les courbes lorsque l'adjuvant Eclipse est ajouté au mélange. La pente de la phase quasi-linéaire est légèrement réduite d'environ 20% lorsqu'on ajoute 2% d'adjuvant Eclipse au mortier (tableau III.6). Sur la figure III.10, on observe une réduction du retrait maximal lorsqu'on ajoute l'adjuvant Eclipse au mortier. Cette réduction est moins sensible pour le dosage de 3 l/m³, elle est de l'ordre de 15%. Lorsqu'on double la dose d'Eclipse dans le mortier c'est-à-dire  $6 \text{ l/m}^3$ , on remarque que la baisse du retrait plastique passe de 15% à environ 45%. Par contre lorsqu'on passe à un dosage de 12 l/m³, aucune réduction supplémentaire n'est observée. Ce résultat semble montrer qu'il existe une dose optimale dans l'utilisation de cet adjuvant pour réduire le retrait plastique des matériaux cimentaires, qui devrait être autour de 6 l/m³ pour le mortier étudié dans ce travail. Sur la fiche technique du produit, le dosage moyen est de l'ordre de 5 1/m³. On rappelle qu'on n'a pas diminué l'eau de gâchage de la quantité d'eau équivalente (l'eau apportée par l'adjuvant liquide). Toutefois, nos résultats sont en accord avec la fiche

technique du produit qui estime une réduction de 50% du retrait total lorsque l'adjuvant Eclipse est utilisé à la hauteur de 5  $l/m^3$ .



FIG. III.10 : Influence de l'adjuvant Eclipse sur l'évolution du retrait plastique

mortier	taux d'évaporation (kg/m²/h)	$\dot{\varepsilon}_{ret}$ (x 10 ⁻³ /heure)	έ _{ret} /taux d'évaporation
F1	0,057	0,54	9,47
F1-2%ECL	0,057	0,42	7,37

Tableau III.6 : Influence de l'Eclipse sur la pente de la phase quasi-linéaire du retrait.

	F1	F1-1%ECL	F1-2%ECL	F1-4%ECL
Début de prise Vicat	09h20min	10h05min	10h25min	10h40min

Tableau III.7 : Influence de l'adjuvant Eclipse sur le début de prise Vicat.



FIG. III.11 : Influence de l'adjuvant Eclipse sur la perte de masse par unité de surface.

Nous traçons sur la figure III.11 les évolutions de la perte de masse d'eau du mortier de référence et de celui contenant 6 l/m³ d'Eclipse (soit 2% en poids d'eau). On remarque que le taux d'évaporation des deux mortiers est identique alors même que sur la figure III.10, l'ajout de 6 l/m³ d'adjuvant Eclipse réduisait d'environ 45% le retrait total. Il ressort que la réduction de retrait des mortiers modifiés d'Eclipse n'est pas liée au taux d'évaporation de ces derniers. Par ailleurs le tableau III.7 suggère une augmentation du temps de début de prise Vicat pour les mortiers contenant de l'adjuvant Eclipse. Ainsi, la réduction du retrait des mortiers modifiés ne peut pas être liée non plus à une amélioration de la cohésion du matériau par l'hydratation. Pour pouvoir expliquer ces résultats, rappelons que le retrait plastique est gouverné par la pression capillaire qui se développe dans le matériau cimentaire suite à l'évaporation. Tout phénomène susceptible d'abaisser la pression capillaire diminuera autant le retrait plastique. La loi de Laplace (équation (I.13)) montre que la pression capillaire est fonction, entre autre, de la tension superficielle de l'eau et du rayon des pores. Nous pensons :

- d'une part que l'ajout de l'adjuvant Eclipse au mortier frais, augmente le rayon des pores, ce qui peut être justifiée par l'augmentation du temps de début de prise Vicat (tableau III.7),
- d'autre part que l'adjuvant Eclipse interagit chimiquement avec l'eau de gâchage pour affaiblir la tension superficielle de l'eau dans les pores du matériau.

La conjugaison de ces deux phénomènes induit une diminution des efforts de pression capillaire dans le matériau au cours du séchage. Il s'ensuit tout naturellement une diminution de la cinétique ou la vitesse définie par la pente quasi-linéaire (tableau III.6) et de la valeur maximale du retrait plastique.

Les résultats de ce paragraphe montrent la complexité du phénomène de retrait plastique des matériaux cimentaires. Nous avons noté qu'outre la cohésion (donc de la compressibilité) du matériau, la pression capillaire (qui lui-même dépend de la compressibilité du matériau) est un paramètre important dans le développement du retrait plastique. Il ressort donc que la compressibilité du matériau et la dépression capillaire agissent de manière couplée sur le retrait plastique. Tout en réduisant le retrait plastique, l'adjuvant Eclipse augmente le temps de début de prise Vicat du matériau. Cette augmentation du temps de début prise Vicat peut conduire à un affaiblissement des caractéristiques mécaniques du matériau au très jeune âge et ce contrairement aux fibres que nous avons étudiées dans le paragraphe III.3.1.

Dans le prochain paragraphe, nous étudierons l'influence d'un adjuvant organique (latex EVA) sur le retrait plastique du mortier. Nous signalons que le latex est couramment employé dans la formulation des mortiers d'enduit monocouche à isolation thermique. Il est également utilisé pour améliorer de façon notable la maniabilité du mortier, son adhésion au support et ses propriétés mécaniques à l'état durci. Cependant, le retrait plastique du mortier modifié du latex EVA est rarement étudié dans la littérature.

# III.3.3 Influence du latex (EVA)

## III.3.3.1 Généralité

L'Ethylène-Vinyl Acétate (EVA) est un polymère composé de deux unités qui sont l'acétate de vinyle et l'éthylène. Le groupement acétate permet au polymère d'avoir un pouvoir d'adhérence élevé. L'intérêt de la présence de l'unité éthylénique peut se situer à quatre niveaux :

- diminution de l'encombrement stérique dû à l'alternance des groupements acétate [119],
- augmentation du degré de rotation des chaînes et donc de la mobilité des polymères [119],
- augmentation de la résistance à l'eau puisque c'est un polymère apolaire donc hydrophobe [144],
- amélioration de la résistance à la saponification puisqu'il ne comporte pas de groupement ester au sein de sa structure [144].

Le latex (EVA) a un comportement rhéofluidifiant très marqué. Sa température minimale de formation du film (TMFF) est de 0°C. La fiche technique du produit n'a donné aucune indication sur la granulométrie. Ainsi nous avons effectué des tests de granulométrie à l'aide d'un granulomètre laser (dont le principe est décrit dans l'annexe B) de capacité 0,375  $\mu$ m à 2000  $\mu$ m. Une première série d'essais par voie humide a montré que la granulométrie de la suspension diminue au fur et à mesure qu'on effectue les tests de reproductibilité sur la même

suspension et ce jusqu'à atteindre une valeur limite de 60  $\mu$ m. Cependant, les essais de granulométrie par voie sèche sur la même poudre donnent une valeur certes répétable mais plus élevée, soit 300  $\mu$ m. Ces résultats montrent qu'il se produit un phénomène de défloculation des particules de l'EVA qui initialement sont en blocs et se désagglomèrent au fur et à mesure. Il s'agit là des poudres de polymère redispersables. La structure de l'EVA est représentée sur la figure III.12.



FIG. III.12 : La structure de l'Ethylène-vinyl acétate.

# III.3.3.2 Influence sur le retrait libre

La poudre d'EVA a été utilisée comme ajout et comme substitution. Dans ce dernier cas, une certaine quantité de sable du mortier a été remplacée par de la poudre de polymère (EVA) à hauteur de 4,6% en poids de sable. Cette quantité de poudre d'EVA correspond à 10% par rapport au poids du ciment soit 30 kg/m³ de mortier. Dans le cas de l'ajout, deux quantités de la poudre d'EVA soit 10 et 20% par rapport au poids du ciment ont été testées. Les mortiers modifiés sont référencés comme suit :

- F1-10%EVA_sub : mortier F1 contenant 10% d'EVA par rapport au poids de ciment et ce en tant que substitution de 4,6% par rapport au poids du sable,
- F1-10%EVA_aj : mortier F1 ajouté de 10% de poudre d'EVA par rapport au poids du ciment,
- F1-20%EVA_aj : mortier F1 modifié de 20% de poudre d'EVA en tant qu'ajout par rapport au poids du ciment.

Les figures III.13 et III.14 illustrent l'influence de l'EVA respectivement sur le retrait libre et sur la perte de masse par unité de surface. On pourra remarquer sur la figure III.13 que quel que soit le mode d'utilisation du latex (substitution ou ajout), la courbe du retrait plastique présente une cinétique et une amplitude plus grandes que celles du mortier non modifié. On note une augmentation d'environ 40% du retrait maximal lorsque les 4,6% en poids de sable ont été remplacés par la poudre d'EVA. En comparant les courbes du retrait des formulations F1-10%EVA_sub et F1-10%EVA_aj, on remarque que l'augmentation du retrait maximal

n'est que de 30% lorsque l'EVA est utilisé comme ajout contre 40% dans le cas de la substitution. Ces résultats montrent que les deux mortiers F1-10%EVA_sub et F1-10%EVA_aj ont pratiquement le même retrait plastique. Une analyse de la figure III.13 montre que la cinétique et l'amplitude du retrait plastique augmentent avec le taux d'ajout de la poudre de polymère. Lorsque le taux d'EVA (P/C : masse d'EVA/masse de ciment) passe de 10% à 20%, l'augmentation de la valeur maximale du retrait passe de 30% à environ 100%, soit environ le double du retrait relatif au mortier non modifié. Ce résultat est en accord avec la littérature [124]. Ces auteurs ont montré que, dans la majorité des cas, le retrait de séchage des matériaux cimentaires augmente avec le rapport P/C et que pour les copolymères d'acétate de vinyle, le retrait peut être multiplié par deux. Dans le tableau III.8, on remarque que tout comme le retrait maximal, l'ajout de l'EVA au mortier entraine une augmentation de la phase quasi-linéaire de la courbe du retrait plastique. Cette augmentation est d'autant plus importante que le taux de l'EVA ajouté est important.



FIG. III.13 : Influence de la poudre de polymère (EVA) sur l'évolution du retrait plastique

mortier	taux d'évaporation (kg/m²/h)	$\dot{\epsilon}_{ret}$ (x 10 ⁻³ /heure)	έ _{ret} /taux d'évaporation
F1	0,057	0,54	9,47
F1-10%EVA_aj	0,057	1,03	17,56
F1-20%EVA_aj	0,107	1,77	16,54

Tableau III.8 : Influence de l'EVA sur la pente de la phase quasi-linéaire du retrait.

La figure III.14 montre que le taux d'évaporation du mortier modifié d'EVA (F1-10%EVA_aj) est pratiquement identique à celui du mortier non modifié, alors même que le mortier modifié présente un retrait plus conséquent. Avant d'apporter une explication, on signale qu'il est généralement montré que la modification du mortier par l'EVA entraine un retard d'hydratation du ciment [144] [148]. Ce qui laisse penser que l'augmentation de retrait du mortier modifié d'EVA peut être liée au fait que ce dernier présenterait un temps de développement de retrait plus grand. Par contre, on remarque sur la figure III.13 que le mortier modifié de 20% de poudre d'EVA présente un retrait plus important et atteint l'asymptote plus tôt comparativement au mortier non modifié. Cette remarque montre que si le temps de développement du retrait est nécessaire pour comparer le retrait plastique des matériaux cimentaires, il n'est pas pour autant suffisant.

En effet, la poudre de polymère a un caractère rhéofluidifiant important. Son ajout au mortier, modifie la rhéologie de ce dernier en le rendant plus fluide et diminuant ainsi sa compressibilité à l'état frais. Outre la modification de la rhéologie du mortier frais, les poudres d'EVA se dispersent uniformément dans la matrice cimentaire et se déposent partiellement à la surface des particules solides du mortier frais. Il s'en suit une augmentation de l'angle de frottement inter-granulaire. Dans ce cas, la pression capillaire nécessaire pour générer une déformation est moindre. Nous pensons ici que c'est la conjugaison de ces phénomènes qui explique la cinétique plus grande du retrait plastique des mortiers modifiés de la poudre d'EVA. Ce même phénomène est identique pour les deux taux d'EVA étudiés comme le témoigne les rapports entre la vitesse du retrait ( $\dot{\epsilon}_{ret}$ ) et le taux d'évaporation (tableau III.8).



FIG. III.14 : Influence de l'ajout de l'EVA sur la perte de masse par unité de surface.

Si la fluidité et l'augmentation de l'angle de frottement inter-granulaire peuvent expliquer la cinétique plus élevée du retrait des mortiers modifiés de la poudre d'EVA, elles n'expliquent cependant pas le plafonnement plus rapide du retrait relatif au mortier F1-20%EVA_aj. En effet, le mortier modifié de 20% de la poudre d'EVA ne présente pas un taux d'évaporation constant durant le séchage. Dans un premier temps, le taux d'évaporation (taux d'évaporation initial : 0,107 kg/m²/h) est plus élevé par rapport au mortier de référence ; ce qui pourra augmenter rapidement la compacité du mortier frais et limitera ainsi le retrait plastique du matériau. Ensuite, le taux d'évaporation du mortier modifié diminue progressivement jusqu'à la fin de l'essai. Cette diminution progressive du taux d'évaporation est-elle liée à la réduction progressive des pores à la surface de la dalle comme nous l'avons dit dans le paragraphe III.2.3 ? Les études menées par Ohama [104] ont montré que l'ajout des latex réactifs aux matériaux cimentaires, comme ce fut le cas de l'EVA par exemple, entraîne l'apparition d'une macroporosité au sein de la structure. Ceci montre que la réduction progressive du taux d'évaporation ne semble pas être liée à la réduction progressive des pores à la surface de la dalle de mortier. En effet, par le processus de filmification (paragraphe I.5.1.1), les poudres d'EVA qui ont une TMFF de 0°C, forment rapidement un film continu à la surface de la dalle de mortier. La diminution progressive du taux d'évaporation et le plafonnement rapide du mortier modifié d'EVA nous semblent être liés à la formation de ce film de polymère à la surface de la dalle de mortier.

Les résultats obtenus dans ce paragraphe ont montré l'importance d'un autre paramètre dans le développement du retrait plastique. Il s'agit de l'angle de frottement inter-granulaire. En outres, nous avons remarqué que le retrait plastique augmente avec le rapport P/C (masse du polymère EVA/masse du ciment). Ce qui pourra être préjudiciable au comportement du matériau au très jeune âge lorsque ce dernier est soumis au séchage. Il est donc souhaitable d'optimiser le dosage de cet adjuvant afin d'obtenir des meilleurs caractéristiques du matériau durci sans toutefois compromettre le comportement du matériau au très jeune âge.

Les mortiers étudiés jusqu'ici, contiennent dans leurs formulations un taux de 5 kg/m³ d'éther de cellulose. L'objectif du prochain paragraphe est d'étudier l'influence de la baisse du taux d'éther de cellulose sur le retrait plastique du mortier. Rappelons que l'ajout d'éther de cellulose entraîne une augmentation du prix du m³ de mortier. Cette augmentation peut dans certains cas atteindre un facteur deux par rapport au prix du mortier non modifié. Il paraît donc nécessaire de rationaliser le taux d'incorporation de l'éther de cellulose dans la formulation du mortier tout en tenant compte des effets bénéfiques de son utilisation (effet rétenteur d'eau notamment).

### III.3.4 Influence de l'éther de cellulose

### III.3.4.1 Généralité

Les éthers de cellulose sont des polymères fabriqués à partir de matières cellulosiques. Ils sont utilisés dans l'industrie comme épaississants, émulsionnants, stabilisateur d'émulsion. La structure de la cellulose est représentée sur la figure III.15a. Les éthers dérivés de la cellulose résultent du remplacement des atomes d'hydrogène du groupement hydroxyle (OH) par des groupements R ou ROH où R peut être un methyl, éthyl, propyl, benzyl...



FIG. III.15 : La structure de la cellulose et de la méthylhydroxypropylcellulose.

Dans le domaine cimentaire, l'éther de cellulose le plus utilisé est la méthylcellulose ou ses dérivés méthylhydroxyéthylcellulose (MHEC) et méthylhydroxypropylcellulose (MHPC) dont la structure est représentée sur la figure III.15b. C'est ce dernier qui est utilisé dans ce travail. Il se présente sous forme de granulé de couleur blanche légèrement jaunâtre. Sa granulométrie, déterminée au laboratoire à l'aide d'un granulomètre laser, est de 0/0,26 mm.

Les éthers de cellulose sont généralement ajoutés aux matériaux cimentaires et particulièrement aux enduits pour trois raisons [144] :

- augmentation du temps de prise. Cette propriété permet de garder, pour un temps relativement long, une maniabilité suffisante afin d'assurer une mise en place facile du matériau cimentaire. On parle généralement de l'augmentation du "temps ouvert",
- création de nombreuses interactions avec les molécules d'eau par le biais des ponts hydrogènes. Les éthers de cellulose en solution dans l'eau donnent lieu à des systèmes plus ou moins visqueux, selon la concentration de solide utilisée. Pour cette raison, ils sont utilisés parfois pour ajuster la rhéologie du mortier frais,
- la liaison entre les groupements OH et les molécules d'eau, permet aux éthers de cellulose de jouer le rôle de rétenteur d'eau, notamment dans le cas des mortiers destinés à être appliqués sur un support poreux.

### III.3.4.2 Influence sur le retrait plastique

Les mortiers étudiés dans les paragraphes précédents contiennent de l'éther de cellulose à un taux de 1,7% par rapport au poids du ciment, soit 5 kg/m³ de mortier. Nous avons donc réduit le taux de l'éther de cellulose à ajouter au mortier à 0,9% par rapport au poids de ciment, soit 2,7 kg/m³ de mortier. La formulation avec ce taux de 0,9% d'éther de cellulose par rapport au poids du ciment est notée F2. Il y a donc environ un rapport deux sur la teneur d'éther de cellulose entre les mortiers F2 et F1 dont la formulation a été présentée dans le tableau III.1. Dans les paragraphes qui vont suivre, nous présenterons d'abord l'évolution du retrait du mortier F2 puis nous allons comparer le retrait des mortiers F1 et F2.

Les résultats du retrait plastique liés au mortier F2 sont représentés sur les figures III.16 et III.17. La figure III.16 montre que la réduction de la teneur de l'éther de cellulose dans le mortier modifie la cinétique du retrait plastique comparativement aux résultats obtenus dans les précédents paragraphes. Les essais de reproductibilité sur l'évolution du retrait du mortier F2 ont été effectués et sont présentés dans la figure III.16. On y note une bonne reproductibilité de l'évolution du retrait associé au mortier F2.



FIG. III.16 : Reproductibilité de l'évolution du retrait plastique du mortier F2



FIG. III.17 : Evolution du retrait plastique sans vent du mortier F2



FIG. III.18 : Perte de masse par unité de surface du mortier F2 (sans vent)

Contrairement au mortier F1 (figure III.4) dont le retrait plastique a présenté deux phases et s'est limité au temps de début de prise Vicat, la courbe du retrait plastique du mortier F2 présente trois phases et se développe au-delà du temps de début de prise Vicat (figure III.17).

La diminution du taux d'éther de cellulose dans le mortier entraîne une fluidité de ce dernier. Cette remarque est en accord avec les travaux de notre partenaire des Mines de Saint Etienne dans le cadre du CEReM, qui portent sur l'étude de l'interaction physico-chimique des éthers de cellulose avec la matrice cimentaire. Ces travaux ont montré que le seuil d'écoulement du mortier frais diminue avec le taux d'incorporation de l'éther de cellulose [109]. Le changement d'évolution de la courbe du retrait plastique du mortier F2 comparativement au mortier F1 peut trouver une explication dans le changement de la rhéologie du mortier dû à la baisse du taux d'éther de cellulose. Ceci révèle l'importance de la rhéologie du mortier frais sur la cinétique d'évolution de son retrait plastique.

Durant la première phase du retrait (figure III.17), nous observons une évolution lente du retrait plastique. Ceci montre que, malgré la diminution de l'éther de cellulose (MHPC) dans le matériau, ce dernier ne présente pas de ressuage. La même observation (l'absence de ressuage) a été faite par Pourchez [109] qui a travaillé sur la rhéologie du mortier CEReM (le mortier F2 traité dans ce paragraphe). L'auteur a avancé le fort pouvoir de rétention d'eau de MHPC (du fait de sa composition chimique et de sa masse moléculaire importante) pour justifier cet absence de ressuage malgré le faible taux d'éther de cellulose utilisé (2,7 kg/m³) et le rapport E/C (E/C = 1) élevé du mortier. Nous venons donc de voir que malgré la formation des ménisques à la surface du mortier juste après sa mise en place, le retrait ne se développe par rapidement comme dans le cas du mortier F1 notamment. En effet, en diminuant le taux de l'éther de cellulose, on affaiblit également les interactions granulaires initiales du mortier frais. Ce qui conduit à une faible cinétique de développement du retrait plastique.

Avant la fin de la première phase, le retrait se développe lentement jusqu'au début de prise Vicat. Ensuite le retrait augmente brusquement et d'une manière quasi-linéaire dans le temps : c'est la deuxième phase. Le retrait devient pendant cette phase (phase 2), proportionnel à la perte de masse du mortier. Cette dernière reste linéaire par rapport au temps durant toute la durée de l'essai (figure III.18). En effet, durant la première phase du retrait (figure III.17), le départ d'eau du mortier et la formation des hydrates autours des grains de ciment favorisent les interactions granulaires. Ce qui se traduit par une évolution de l'angle de frottement interne qui affecte à son tour le développement du retrait. La forte cinétique du développement du retrait pendant cette phase est sans doute liée à l'augmentation de l'angle de frottement inter-granulaire et la diminution brutale de la pression capillaire au cours de cette phase. Cette diminution brutale de la pression capillaire durant la seconde phase d'évolution du retrait plastique a été obtenu expérimentalement (cf. figure III.19) par Turcry dans sa thèse [142] sur le mortier présentant la même cinétique d'évolution de retrait plastique comme le mortier F2. La compressibilité dont dépend la pente de cette phase quasi-linéaire ne se résume plus seulement à la compressibilité granulaire comme ce fut le cas du mortier F1. Cette pente ayant lieu après le début de prise Vicat, la compressibilité du matériau durant

cette période est donc fonction de la compressibilité de l'empilement de grains et de la rigidité due à la prise.

A la suite de cette phase quasi-linéaire, le retrait du mortier s'infléchit avant de plafonner tout comme dans le cas du mortier F1. Cet infléchissement de la courbe de retrait est-il lié à l'augmentation de la compacité du mortier dû à l'évaporation comme nous l'avons dit au paragraphe III.2.2 ? Avant de répondre, remarquons que l'infléchissement de retrait a lieu bien après le début de prise contrairement au cas observé dans le paragraphe III.2.2. Le mortier étant en cours de prise, nous interprétons l'infléchissement de la courbe du retrait par l'augmentation de la rigidité du squelette solide dû à la formation des hydrates en taux important. Le squelette solide résiste donc de plus en plus aux efforts de compression exercés par la pression capillaire conduisant ainsi à l'infléchissement de la courbe du retrait. Il s'établit ensuite une sorte d'équilibre entre les efforts de compression dus à la dépression capillaire et la résistance du squelette solide naissante. Le retrait plastique atteint alors sa valeur maximale et ce avant la fin de prise. D'autres auteurs [135] [142] ont également observé cette évolution en trois phases du retrait plastique de leurs mortiers.



FIG. III.19 : Evolution de la pression capillaire au cours du retrait plastique [142]

La figure III.20 montre l'influence de l'éther de cellulose sur le retrait plastique. On note que le retrait plastique est plus élevé (soit une augmentation d'environ 30%) lorsqu'on diminue le taux de l'éther de cellulose. La même remarque peut être faite sur le taux d'évaporation. Ce dernier résultat montre le caractère rétenteur d'eau qu'on connaît pour les éthers de cellulose. Dans le tableau III.9, on montre l'influence de l'éther de cellulose sur la pente de la phase quasi-linéaire du retrait plastique. On remarque que le mortier contenant moins d'éther de cellulose présente une pente environ 5 fois plus grande alors que dans le même temps, le taux d'évaporation n'est multiplié que par un facteur de 1,2 environ. Ce résultat est en contradiction avec ceux présentés précédemment, notamment le tableau III.8 (F1-20%EVA_aj) qui suggère une multiplication de  $\dot{\epsilon}_{ret}$  d'un facteur 3 lorsque le taux d'évaporation est multiplié par un facteur 2. Une hypothèse explicative de ce résultat est la

mortier	taux d'évaporation (kg/m²/h)	$\dot{\epsilon}_{ret}$ (x 10 ⁻³ /heure)	έ _{ret} /taux d'évaporation
F1	0,057	0,54	9,47
F2	0,068	2,85	41,91

conjugaison de forte dépression capillaire qui serait générée dans le matériau (F2) durant la phase 2 du retrait et l'augmentation de l'angle de frottement durant la phase 1 du retrait.

Tableau III.9 : Influence de l'éther de cellulose sur la pente de la phase quasi-linéaire du retrait.



a)

FIG. III.20 : Influence de l'EC sur l'évolution du retrait plastique (a) et sur l'évaporation (b)

	F1	F2
Début de prise	09h20min	07h50min
Fin de prise	20h00min	16h30min

Tableau III.10 : Influence de l'éther de cellulose sur le temps de prise.

L'augmentation de la valeur maximale du retrait du mortier F2 par rapport à celle du mortier F1 paraît un peu contradictoire d'un point de vue "temps de prise". Le tableau III.10 montre que la diminution du taux d'éther de cellulose dans le mortier, réduit sensiblement le temps de prise. En diminuant ainsi le temps de prise, la réduction du taux d'éther de cellulose devrait réduire le temps de développement du retrait plastique et donc sa valeur finale. Ce qui n'est pas le cas (figure III.20a). En effet, l'éther de cellulose en jouant un rôle épaississant, améliorerait la cohésion apparente du mortier frais et limiterait ainsi la valeur maximale du retrait plastique. Cependant, la diminution du taux d'éther de cellulose dans le mortier

pourrait être bénéfique pour la dalle de mortier vis-à-vis du temps d'initiation de la fissuration précoce du faite de la réduction des interactions granulaires initiales du mortier frais dans les toutes premières heures. Toutefois, la forte cinétique (tableau III.9) de la seconde phase du retrait du mortier F2 peut paraître préjudiciable pour la largeur des fissures précoces.

L'étude de la diminution du taux de l'éther de cellulose sur le retrait plastique a montré :

- de nouveau, l'importance de l'angle de frottement sur la cinétique d'évolution du retrait plastique des matériaux cimentaires,
- l'importance de la rhéologie dans le développement du retrait plastique.

Avant d'aborder la fissuration du mortier frais, nous avons estimé intéressant d'étudier l'influence des ajouts sur le retrait libre de la formulation F2 en absence du vent. Dans ce cas, le taux de fibres (fibres de verre et fibres de polypropylène) et d'adjuvants (Eclipse et EVA) sont relatifs à l'étude associée au mortier F1.

# III.3.4.3 Mortier F2 : Influence des ajouts sur le retrait plastique (retrait libre)

Les mortiers étudiés dans ce paragraphe sont référencés comme ci-dessous :

- F2-0,1%PP_6 : le mortier F2 renforcé de fibres de polypropylène de 6 mm de longueur à hauteur de 0,1% par rapport au volume du mortier,
- F2-0,035% FV_12 : le mortier F2 renforcé de fibres de verre de 12 mm de longueur au taux de 0,035% par rapport au volume du mortier,
- F2-10%EVA_sub : mortier F2 contenant 10% d'EVA par rapport au poids du ciment et ce en tant que substitution de 4,6% par rapport au poids du sable,
- F2-2%ECL : ajout de 2% de l'adjuvant Eclipse par rapport au poids de l'eau de gâchage au mortier F2.

L'influence des ajouts sur l'évolution du retrait libre relatif au mortier F2 est illustrée dans les figures III.21 et III.22. En première observation, on peut noter que la première phase du retrait ne semble pas être modifiée par les ajouts.

On observe sur la figure III.21 que les fibres de verre, tout comme dans le cas du mortier F1, semblent réduire davantage le retrait plastique que les fibres de polypropylène lorsqu'elles sont utilisées à un taux similaire de 1 kg/m³ de mortier. Le retrait plastique du mortier renforcé de fibres de verre se limite à la première phase. Remarquons que cette première phase du retrait plastique se limite presque au début de prise Vicat du mortier témoin F2. La limitation du retrait du mortier F2-0,035%FV_12 à la première phase serait liée à la réduction du temps de début de prise Vicat par l'ajout des fibres au mortier comme nous l'avons remarquée pour le mortier F1 (tableau III.5). Les hydrates de ciment formés jusqu'au début de

prise Vicat renforce la cohésion du mortier d'une part, et améliorent l'interface entre la matrice cimentaire et les fibres de verre d'autre part. La résistance au frottement entre les millions de filaments des fibres de verre et la matrice cimentaire se trouve ainsi améliorée. Par conséquent le retrait macroscopique du mortier renforcé de fibres de verre se développerait beaucoup moins. La cinétique de la courbe du retrait relatif au mortier renforcé des fibres de polypropylène consolide ce raisonnement. On remarque sur la figure III.21 et dans le tableau III.11 que la pente de la seconde phase du retrait plastique (phase quasi-linéaire) est plus faible pour le mortier F2-0,1%PP_6. Ce qui laisse penser que les fibres incorporées aux matériaux cimentaires permettent à ces derniers de résister aux efforts de pression capillaire qui se développe au cours du séchage. Cette action est d'autant plus significative si l'interface entre les fibres et la matrice cimentaire est bonne. Tout phénomène qui favorisera le développement d'une bonne interface entre les fibres et la matrice cimentaire, améliorera l'action des fibres sur le développement du retrait plastique. La réduction très sensible du retrait des mortiers renforcés de fibres (figure III.21) est en partie due à la durée de la phase 1 (figure III.17) de la cinétique du retrait libre où les hydrates formés au cours de cette période ont amélioré l'interface fibre/matrice.



FIG. III.21 : Influence des fibres sur le retrait libre associé au mortier F2

mortier	taux d'évaporation (kg/m²/h)	$\dot{\epsilon}_{ret}$ (x 10 ⁻³ /heure)	έ _{ret} /taux d'évaporation
F2	0,068	2,85	41,91
F2-0,1%PP_6	0,067	0,55	8,15

Tableau III.11 : Influence des fibres de polypropylène sur la pente de la phase quasi-linéaire du retrait du mortier F2.



FIG. III.22 : Influence de l'Eclipse et de l'EVA sur le retrait libre associé au mortier F2

La même observation est faite sur l'évolution du retrait relatif au mortier modifié d'Eclipse (F2-2%ECL). On note une réduction de l'ordre de 65% du retrait contrairement à 45% dans le cas du mortier F1. Le mortier F2-10%EVA_sub présente un retrait plastique très faible alors que dans le cas du mortier F1 modifié de la même quantité d'EVA, on a observé un retrait plus important que celui du mortier de référence (figure III.13). Cette réduction du retrait observée dans le cas du mortier F2-10%EVA_sub peut être liée à la concomitance des deux faits suivants :

- Les hydrates produits durant la première phase où la cinétique du retrait est lente, se combinent avec la dispersion des particules d'EVA pour former une comatrice. Cette comatrice donne une "cohésion apparente" du mortier frais. Ce qui contribue à la limitation du retrait.
- Le séchage du matériau au cours de la première phase où nous ne décelons pas un retrait conséquent, contribue à la formation du film de polymère à la surface de la dalle de mortier. Ce film participe donc à la limitation du retrait du matériau comme nous l'avons évoqué dans le paragraphe III.3.3.2 sur le mortier F1-10%EVA_aj.

L'ensemble des résultats obtenus dans ce paragraphe, montre comment la rhéologie du mortier peut influencer le rôle des renforts et des adjuvants sur le retrait plastique du matériau cimentaire. Dans la suite de ce chapitre, nous allons étudier le retrait du mortier dans les conditions de séchage sévère (séchage avec vent).

# III.4 Fissuration à l'état frais : Retrait libre avec vent – Influence des ajouts

A la suite de l'étude du retrait libre dans les conditions climatiques "non sévères" (sans vent) où les dalles de mortier n'ont présenté aucune fissure visible, nous avons souhaité étudier la fissurabilité des différentes formulations testées. Pour cela, nous avons changé les conditions climatiques de l'essai en appliquant une circulation d'air d'environ 3,5 m/s à la surface de la dalle de mortier. Cette circulation de vent à la surface de la dalle a provoqué une fissuration de cette dernière. Les résultats liés à l'influence des ajouts sur la fissuration seront présentés plus loin. Le mortier de référence dans ce paragraphe est celui de formulation F2. Notons que c'est cette formulation F2 qui est aujourd'hui la formulation du mortier CEReM. Avant d'étudier l'influence des ajouts sur la fissuration causée par la circulation du vent, il nous semble nécessaire de comprendre le comportement du retrait libre du mortier F2 dans les conditions climatiques "sévères" (avec vent). Nous allons donc présenter dans un premier temps l'évolution du retrait libre du mortier F2 en présence du vent. Ensuite nous présenterons l'influence des divers ajouts sur la fissurabilité du mortier.

### III.4.1 Retrait libre avec vent du mortier F2

La figure III.23 montre les résultats issus de deux essais de reproductibilité. La différence entre les valeurs maximales du retrait ne dépasse guère 10%. Cette différence peut être liée à l'hétérogénéité du vent à la surface de la dalle de mortier et/ou à la présence des fissures observables dans la zone d'intérêt. En effet, l'ouverture des fissures à la surface de la dalle peut induire une dilatation de cette dernière ; ce qui pourra diminuer la valeur du retrait. Toutefois, la faible variation entre ces deux essais d'un point de vue amplitude ou événementiel confirme la bonne reproductibilité de l'essai.

Sur le plan comportemental, la circulation d'air à la surface de la dalle de mortier F2 ne modifie pratiquement pas le nombre de phases de l'évolution du retrait plastique (figure III.24). Les trois phases, tout comme dans le cas du séchage modéré (figure III.17), ont été observées avec une différence au niveau de la première phase. En présence de vent, la première phase est plus courte dans le temps. Durant cette première phase, le mortier F2 présente un retrait conséquent contrairement au cas précédent (figure III.17) où il n'y avait pas de circulation de vent à la surface de la dalle de mortier. Le retrait important obtenu durant cette première phase, montre que la cinétique du séchage influence l'augmentation de l'angle de frottement inter-granulaire du mortier frais. Outre la valeur élevée du retrait pendant cette phase, la cinétique du retrait présente une légère stagnation à la fin de la première phase. Nous avons d'abord suspecté un artefact expérimental. Nous noterons ensuite que le phénomène a été constaté dans tous les essais relatifs au retrait avec vent du mortier F2,

c'est donc un phénomène reproductible. Avant de chercher une quelconque explication, il serait judicieux de modifier la technique de mesure, ce qui permettrait de confirmer ou non l'artefact expérimental. Malheureusement, nous n'avons pas pu aller jusque là. Néanmoins, l'analyse des résultats relatifs au retrait avec vent du mortier F2 que nous allons présenter plus loin, n'est pas mise en défaut par cette question en suspend.



FIG. III.23 : Reproductibilité de l'évolution du retrait plastique du mortier F2 (avec vent)

A la suite de cette première phase, on retrouve les mêmes phénomènes précédemment observés en absence de vent (figure III.17). Il y a cependant une différence notable : la deuxième phase a lieu ici avant le début de prise Vicat contrairement au retrait sans vent où la deuxième phase commence pratiquement avec le début de prise Vicat. Durant la troisième phase, la courbe de retrait s'infléchit jusqu' à plafonner. Cet infléchissement de la courbe de retrait n'est certainement pas dû uniquement à la prise comme nous l'avons évoqué dans le cas de retrait sans vent (figure III.17). Le phénomène est similaire cette fois-ci à celui observé sur le mortier F1 (paragraphe III.2.2). Le séchage intense du matériau contribue à l'augmentation de sa compacité. L'infléchissement du retrait observé ici est donc dû à l'augmentation de la compacité du mortier frais.



FIG. III.24 : Evolution du retrait plastique avec vent du mortier F2

### III.4.2 Influence des ajouts sur le retrait libre avec vent du mortier F2

### III.4.2.1 Influence des fibres

Deux quantités de fibres ont été testées dans ce paragraphe, soit 1 et  $2 \text{ kg/m}^3$  de mortier. Outre les références des mortiers renforcés de fibres indiquées dans le paragraphe III.3.4.3, les références ci-dessous sont également utilisées :

- F2-0,035% FV_6 : le mortier F2 renforcé de fibres de verre de 6 mm de longueur à hauteur de 0,035% par rapport au volume du mortier,
- F2-0,07% FV_6 : le mortier F2 renforcé de fibres de verre de 6 mm de longueur à hauteur de 0,07% par rapport au volume du mortier,
- F2-0,07% FV_12 : le mortier F2 renforcé de fibres de verre de 12 mm de longueur à hauteur de 0,07% par rapport au volume du mortier,
- F2-0,2%PP_6 : le mortier F2 renforcé de fibres de polypropylène de 6 mm de longueur à hauteur de 0,2% par rapport au volume du mortier.

Nous avons vu au paragraphe III.2.3 que l'application du vent à la surface de la dalle de mortier modifie la cinétique d'évaporation de cette dernière. Les résultats (figure III.25) de la perte de masse des mortiers renforcés de fibres ou non montrent que le taux d'évaporation initial est presque identique pour tous les mortiers. Ce taux d'évaporation initial est compris entre 0,24 et 0,27 kg/m²/h, soit environ quatre fois le taux d'évaporation en absence du vent.

On remarque aussi que la valeur de la perte de masse à la fin de l'essai est quasi-identique pour toutes les compositions. On pourra donc dire que les fibres incorporées au mortier, du moins dans cette étude, n'ont pratiquement pas d'influence sur l'évaporation d'eau du mortier durant le retrait plastique et ce quelles que soient les conditions environnementales imposées. Ce résultat est un peu en contradiction avec celui publié par Wang et *al.* [150]. Ces derniers auteurs ont montré que l'ajout des fibres de polypropylène (0,1 à 0,2% par rapport au volume) aux matériaux cimentaires, réduit non seulement le taux d'évaporation (taux d'évaporation initial) mais aussi la quantité totale d'eau évaporée durant le retrait plastique. Nous pensons que cette différence observée entre les résultats de Wang et les nôtres, peut être liée à la qualité de la matrice cimentaire. Nos mortiers ont été fabriqués avec un rapport E/C = 1 donc présentent une grande porosité facilitant la perte de masse d'eau alors que ceux utilisés par Wang et *al.* [150] sont fabriqués avec un rapport E/C = 0,55 plus faible.



FIG. III.25 : Influence des fibres sur l'évaporation (avec vent) du mortier F2

Les figures III.26 et III.27 illustrent respectivement l'influence des fibres de polypropylène et des fibres de verre sur le retrait plastique avec vent du mortier F2. On note sur la figure III.26 que l'ajout de 0,1% de fibres de polypropylène entraîne une réduction d'environ 30% de la valeur du retrait plastique avec vent. Cette réduction est plus petite que celle observée dans le cas du séchage sans vent où l'ajout de 0,1% réduisait le retrait d'environ de 60% (figure III.21). Lorsque le taux d'incorporation des fibres de polypropylène passe de 0,1 à 0,2%, on ne remarque pas une réduction complémentaire du retrait plastique sauf au niveau de la première phase du retrait. Ceci montre que la valeur optimale des fibres de polypropylène à utiliser dans la réduction du retrait plastique peut être comprise entre 0,1 et 0,2% par rapport

au volume du mortier. Le mortier renforcé de 0,2% de fibres de polypropylène, contrairement au mortier non renforcé et celui renforcé de 0,1%, présente un retrait légèrement plus faible durant la première phase. Ce résultat semble être lié à l'amélioration de la cohésion du mortier frais par les fibres qui y sont en nombre plus important. En comparant la pente de la seconde phase du retrait (phase quasi-linéaire), on remarque que les fibres de polypropylène réduisent également la valeur de cette pente (tableau III.12). Cette réduction est de l'ordre de 30-40% contre 80% environ dans le cas du séchage sans vent.



FIG. III.26 : Influence des fibres de polypropylène sur le retrait (avec vent) du mortier F2

mortier	taux d'évaporation (kg/m²/h)	$\dot{\epsilon}_{ret}$ (x 10 ⁻³ /heure)	έ _{ret} /taux d'évaporation
F2	0,26	4,33	16,65
F2-0,1%PP_6	0,26	2,96	11,38
F2-0,2%PP_6	0,27	2,30	8,52
F2-0,035%FV_12	0,26	4,1	15,77
F2-0,07%FV_12	0,25	3,20	12,8

Tableau III.12 : Influence des fibres sur la pente de la phase quasi-linéaire du retrait du mortier F2 en temps venteux.



FIG. III.27 : Influence des fibres de verre sur le retrait (avec vent) du mortier F2

Contrairement aux résultats précédents (figures III.8 et III.21), l'ajout de 0,035% de fibres de verre (12 mm de longueur) ne change ni la cinétique ni la valeur maximale du retrait plastique avec vent. On pourra penser que ces fibres sont en nombre insuffisant pour pouvoir permettre à la matrice cimentaire de résister aux effets de la dépression capillaire dans les conditions sévères de séchage. Lorsqu'on double le taux d'incorporation de ce type de fibres de verre de 12 mm de longueur (0,07%) dans le mortier, on note une réduction d'environ 30% de la valeur maximale du retrait plastique tout comme dans le cas des fibres de polypropylène et une réduction d'environ 25% de la vitesse  $\dot{\epsilon}_{ret}$  (tableau III.12). Rappelons que dans le cas du retrait sans vent (figure III.21) la réduction du retrait était environ 70%. Ce qui atteste la conclusion faite à la fin du paragraphe III.3.4.3 où nous avons montré l'importance de la cinétique de développement du retrait plastique dans le rôle des ajouts sur la réduction du retrait plastique. Lorsqu'on change la longueur des fibres de verre, les résultats obtenus montrent l'influence de leur longueur dans la réduction du retrait plastique. L'ajout de 0,035% en volume des fibres de verre de 6 mm de longueur réduit d'environ de 30% le retrait final. Le même résultat est obtenu lorsqu'on double le taux de fibres de verre de 6 mm. Ceci montre également que la quantité de fibres de verre à incorporer au mortier pour limiter le retrait plastique peut se situer entre 0,035 et 0,07% en volume de mortier. Il est à noter toutefois que ces résultats obtenus sur la réduction du retrait par les fibres de verre sont en accord avec la littérature [62] [130]. Ces derniers auteurs avaient montré que les fibres de verre réduisaient d'environ 20-30% le retrait du séchage des matériaux cimentaires.

### III.4.2.2 Influence des adjuvants

Les adjuvants testés dans ce paragraphe sont ceux étudiés au paragraphe III.3.4.3. L'adjuvant EVA est utilisé comme substitution de 4,6% en poids de sable, ce qui correspond à un taux de 10% par rapport au poids du ciment. L'Eclipse (adjuvant anti-retrait) est ajouté au mortier à un taux de 2% par rapport au poids d'eau du gâchage. En plus de l'étude de ces deux adjuvants, nous allons comparer, à la fin de ce paragraphe, l'influence de l'éther de cellulose sur le retrait avec vent du mortier.

Tout comme dans le cas du séchage sans vent, les mortiers adjuvantés à l'EVA et de l'Eclipse présentent un taux d'évaporation initial quasi-identique (compris entre 0,23 et 0,26 kg/m²/h) à celui du mortier F2. Cependant, on remarque une légère baisse de la perte de masse d'eau à la fin de l'essai sur le mortier modifié à l'EVA (figure III.28). Soit une réduction d'environ 15%.



FIG. III.28 : Influence de l'EVA et de l'Eclipse sur l'évaporation (avec vent) du mortier F2

Par contre, le mortier contenant de l'EVA présente un retrait plastique plus important que celui du mortier F2 (figure III.29). Ce qui est contraire à ce que nous avons observé dans le cas du séchage sans vent (figure III.22) où nous avons remarqué une réduction très sensible du retrait du mortier F2-10%EVA_sub. En présence du vent, le mortier F2-10%EVA_sub présente un retrait très important durant la première phase. Ceci nous semble être lié à l'augmentation de la fluidité et de l'angle de frottement du mortier modifié à l'EVA tout comme nous l'avons remarqué sur les mortiers F1 modifiés à l'EVA (figure III.13).

A la suite de cette première phase, on observe un développement plus court dans le temps de la deuxième phase et un plafonnement rapide du retrait plastique. Cette limitation de la seconde phase du retrait est essentiellement due à la formation plus rapide du film de polymère à la surface de la dalle de mortier modifié à l'EVA. La diminution de la perte de masse du mortier modifié à l'EVA atteste l'hypothèse de la formation plus rapide du film de polymère. Rappelons que la formation du film de polymère est favorisée par le séchage [105]. Par contre, la pente de la seconde phase du retrait est pratiquement identique à celle du mortier non modifié (tableau III.13).



FIG. III.29 : Influence de l'EVA et de l'Eclipse sur le retrait (avec vent) du mortier F2

Si le mortier F2 modifié de l'EVA se comportement différemment en présence ou en absence du vent, ce n'est pas le cas du mortier modifié de l'adjuvant anti-retrait Eclipse. En présence du vent, on note une réduction sensible du retrait plastique tout comme en absence du vent. Une réduction d'environ 55% est observée sur le retrait final comparativement au mortier témoin F2. La figure III.29 montre que l'ajout de  $6l/m^3$  d'adjuvant Eclipse au mortier, réduit non seulement le retrait total mais diminue également la pente de la seconde phase du retrait. Cette même observation a été faite dans le cas du mortier F1 modifié de l'Eclipse (figure III.10). Ce résultat atteste ce que nous avons intuitivement évoqué à la fin du paragraphe III.3.2 pour expliquer la réduction du retrait par l'adjuvant anti-retrait Eclipse. Outre la diminution de la pression capillaire, nous pensons que l'ajout de l'Eclipse au matériau cimentaire influence l'évolution de leur microstructure et réduit ainsi les interactions granulaires. La diminution de la pente (tableau III.13) de la seconde phase du retrait et donc du rapport ( $\dot{\epsilon}_{ret}$ /taux d'évaporation) observée ici peut être due à la conjugaison de ces deux phénomènes.

Les figures III.30 et III.31 montrent respectivement l'influence de l'éther de cellulose sur le retrait libre et sur l'évaporation du mortier en présence du vent. On retrouve le caractère rétenteur d'eau de l'éther de cellulose. Le mortier contenant plus d'éther de cellulose (F1) présente un taux d'évaporation initial de 0,17 kg/m²/h contre 0,26 kg/m²/h pour le mortier contenant moins d'éther de cellulose (F2). Tout comme dans le cas du séchage sans vent, la diminution du taux d'éther de cellulose dans le mortier entraîne une légère augmentation du retrait final. Cependant, la forte cinétique (tableau III.13) du retrait plastique du mortier F1 dans les toutes premières heures peut être préjudiciable vis-à-vis du temps d'initiation des fissures précoces. Le paragraphe qui va suivre sera consacré à la fissuration liée au retrait avec vent et l'influence des différents ajouts sur cette fissuration.

mortier	taux d'évaporation (kg/m²/h)	$\dot{\epsilon}_{ret}$ (x 10 ⁻³ /heure)	έ _{ret} /taux d'évaporation
F2	0,26	4,33	16,65
F2-2%ECL	0,23	1,23	5,35
F2-10%EVA_sub	0,25	3,79	15,16
F1	0,17	6,56	38,59

Tableau III.13 : Influence des adjuvants sur la pente de la phase quasi-linéaire du retrait du mortier F2 en temps venteux.



FIG. III.30 : Influence de l'éther de cellulose sur l'évaporation (avec vent)



FIG. III.31 : Influence de l'éther de cellulose sur l'évaporation (avec vent)

#### **III.4.3** Influence des ajouts sur la fissuration

L'objectif de ce paragraphe est d'étudier qualitativement l'influence des ajouts utilisés jusqu'à présent sur la fissuration due au retrait plastique avec vent. Nous essayerons de corréler entre eux les différents résultats, notamment la mesure du retrait, l'âge d'apparition des fissures visibles et l'aire de fissuration. Cette dernière est obtenue en multipliant la largeur moyenne par la longueur de la fissure. La largeur et la longueur des fissures sont déterminées expérimentalement sur la dernière image enregistrée (après 24 h d'exposition). On rappelle que c'est le logiciel de traitement d'image (OPTIMAS) qui est utilisé pour mesurer la largeur et la longueur des fissure présentant une ouverture supérieure à 20 µm. Ce seuil est défini conventionnement comme le pouvoir de résolution de l'œil humain [6]. Les résultats présentés ici sont les moyennes de deux essais.

Nous rapportons sur la figure III.32, le temps d'apparition des fissures visibles. Le temps est compté à partir du temps de gâchage. On pourra remarquer que le mortier contenant plus d'éther de cellulose (F1) fissure plus vite que celui contenant moins d'éther de cellulose (F2). Le mortier F1 se fissure seulement après 0,95h soit après 30min de séchage contrairement au mortier F2 qui présente la toute première fissure après 4,70h (soit après 04h15min de séchage). Ce résultat est vraisemblablement dû à la différence observée sur la cinétique de développement du retrait des deux mortiers (figure III.31). Cette cinétique pourra être déterminante dans l'apparition des fissures précoces du mortier.



FIG. III.32 : Influence des ajouts sur le temps d'initiation des fissures visibles.

Nous rappelons que la cinétique d'évolution du retrait dépend de l'angle de frottement intergranulaire du mortier frais. Nous pensons donc que le temps d'initiation des fissures peut être lié, entre autres, à l'angle de frottement inter-granulaire du mortier frais. Ceci est en accords avec la théorie développée en géotechnique (équation I.25) par Konrad et Ayad [82] dans laquelle, la fissurabilité du matériau est fonction de son angle de frottement interne. Le mortier F2 modifié de l'EVA aussi se fissure très vite (soit après 1,2h) comme le mortier F1 comparativement au mortier non modifié F2. Mis à part le mortier F2 modifié à l'EVA qui a fissuré avant le mortier témoin F2, tous les autres mortiers ont fissuré relativement plus tard comme le montre la figure III.32. Les fibres de verre de 6 mm de longueur à un taux 1 kg/m³ repousse d'environ 30 min le temps d'apparition des fissures visibles.

Les figures III.33 et III.34 montrent l'influence des ajouts sur la largeur et sur l'aire fissurée. Cette dernière est définie comme le produit de la largeur moyenne des fissures par leurs longueurs. On remarque sur ces figures que :

Malgré la différence entre les temps d'initiation des fissures, les mortiers F1 et F2 présentent la même largeur de fissure et des surfaces de fissurations quasi-identiques. Cependant, les fissures observées sur le mortier F2 ont été les plus profondes. Elles sont visibles sur la surface inférieure de la dalle de mortier (10 mm d'épaisseur) après démoulage à la fin de l'essai. Ce qui n'est pas le cas du mortier F1 qui contient plus de l'éther de cellulose. Ce résultat peut être dû au caractère épaississant d'éther de cellulose. Ce qui laisse penser l'importance qu'aurait la rhéologie du mortier sur la

fissuration à l'état frais. D'autres essais doivent être effectués pour attester l'importance de la rhéologie du mortier frais sur la fissuration précoce. La valeur de la largeur des fissures (1,2 mm) observées sur les mortiers F1 et F2 est très préjudiciable pour la durabilité du matériau.

- Le mortier F2 modifié à l'EVA présente une ouverture de fissure plus faible que le mortier non modifié. On note une réduction d'environ de 50% de la largeur des fissures. La réduction de la largeur des fissures entraîne naturellement la diminution de la surface des fissures. Le mortier modifié à l'EVA réduit la surface des fissures d'environ de 70%. Ce résultat est un peu surprenant dans la mesure où le mortier modifié à l'EVA se fissure beaucoup plus tôt et présente un retrait plus important que le mortier non modifié. Nous estimons que la réduction de l'aire de fissuration du mortier modifié à l'EVA est essentiellement liée à la formation très rapide du film de polymère à la surface de la dalle du mortier. Ce film a une grande résistance en traction [105] et il s'oppose ainsi à l'ouverture des fissures. Contrairement au mortier F2, les fissures observées sur la dalle de mortier modifié à l'EVA ne traversent pas totalement la dalle de mortier.
- L'ajout de l'adjuvant Eclipse au mortier à la hauteur de 2% par rapport à la masse d'eau de gâchage réduit l'ouverture des fissures précoces d'environ 55% et la surface des fissures d'environ 75%. Au paragraphe I.6 (équation I.25), nous avons montré que la fissuration des milieux granulaires dépend du développement de la pression capillaire. Tout ce qui influencera le développement de la pression capillaire aura une incidence sur la fissuration du matériau. Or, l'adjuvant Eclipse diminue la tension interstitielle donc la pression capillaire. La réduction de l'aire de fissuration du mortier modifié de l'Eclipse serait donc liée à la diminution du développement la pression capillaire au sein du matériau.
- Quelle que soit la nature des fibres (fibres de polypropylène ou fibres de verre), l'ajout de 1 kg/m³ de fibre réduit considérablement la largeur et l'aire des fissures. On note une réduction de 55-65% de l'ouverture des fissures et une réduction de 70-80% de l'aire de fissuration. Ces résultats sont en accord avec la littérature notamment pour les fibres de polypropylène [24]. L'analyse des résultats du retrait libre avec vent (figure III.24-25) et ceux liés à l'aire de fissuration, montre que les fibres de verre semblent être plus efficaces contre la fissuration à l'état frais du matériau cimentaire que les fibres de polypropylène. Ceci est sans doute lié à leurs meilleures propriétés mécaniques notamment le module élastique. Lorsque le taux d'ajout des fibres passe de 1 à 2 kg/m³, aucune fissure visible n'est observée sur les dalles de mortiers renforcés de fibres. Il ressort donc que les fibres de verre et de polypropylène réduisent l'aire de fissuration et empêchent complètement le phénomène de fissuration précoce des matériaux cimentaires et ce à des taux relativement faible (soit 0,07% par

rapport au volume du mortier en ce qui concerne les fibres de verre de type « AR » et 0,2% pour les fibres de polypropylène).



FIG. III.33 : Influence des ajouts sur l'ouverture des fissures précoces.



FIG. III.34 : Influence des ajouts sur l'aire fissurée.

L'ensemble des résultats de ce paragraphe, montre que les renforts (fibres) et les adjuvants (EVA, Eclipse) réduisent la largeur et l'air des fissures visibles. Cependant, une comparaison entre les mesures du retrait libre à l'échelle de l'éprouvette (paragraphe III.4.2) et les mesures de fissuration (paragraphe III.4.3), montre que la relation entre le retrait libre (à l'échelle de l'éprouvette) en présence du vent et la fissuration induite n'est pas immédiate. Ainsi, nous avons entrepris une étude exploratoire sur l'hétérogénéité du retrait plastique à la surface des dalles de mortier au cours du séchage avec vent afin de mieux comprendre le mécanisme de la fissuration induite.

# **III.4.4** Etude exploratoire sur le lien entre le retrait libre avec vent et la fissuration induite

Nous avons montré dans le paragraphe II.1.4 que la technique de mesure du retrait développé dans ce mémoire, a l'avantage de rendre compte de l'hétérogénéité du retrait plastique à la surface du matériau à travers l'écart type (ET) sur la déformation mesurée à l'échelle de l'éprouvette. L'objectif du présent paragraphe est de voir l'influence de la circulation du vent à la surface du mortier sur le taux d'hétérogénéité du retrait d'une part et d'explorer cette hétérogénéité pour mieux comprendre le lien entre la fissuration induite sur les dalles de mortier au cours du séchage intensifié avec le vent d'autre part.

La figure III.35 montre l'influence du vent sur l'écart type et le coefficient de variation (CV) du retrait surfacique du mortier F2. Nous rappelons que le coefficient de variation est défini comme l'écart type rapporté à la déformation moyenne (ET/déformation surfacique).



FIG. III.35 : Influence du vent sur l'hétérogénéité du retrait à la surface du matériau.

Nous voyons que la circulation du vent à la surface du matériau pour intensifier le séchage, augmente l'écart type et le coefficient de variation du mortier F2. Nous rappelons qu'en absence du vent aucune fissure visible n'a été observée sur le mortier, contrairement au

séchage avec vent où le mortier fissurait (paragraphe III.4.3). Le niveau élevé de l'écart type en présence du vent témoigne de l'existence de fortes concentrations locales de déformation à la surface du mortier au cours du séchage. Ceci conduit à des gradients de retraits locaux à la surface du matériau. Nous pensons que les fissures obtenues en présence du vent sont donc liées à ce fort gradient des rentraits locaux à la surface du matériau. Nous observons également sur la figure III.35 que l'évolution de l'écart type présente un pic au tour de 5h. Ce temps correspond pratiquement au temps d'initiation (4,7h) des fissures visibles sur le mortier F2 comme le montre la figure III.32. Nous pouvons donc lier la fissuration au très jeune âge sur le mortier F2 à l'hétérogénéité du retrait plastique à la surface du matériau.

Les figures III.36 et III.37 montrent respectivement l'influence des fibres de verre et de l'adjuvant EVA sur l'hétérogénéité du retrait plastique en présence du vent.



FIG. III.36 : Influence des fibres de verre sur l'hétérogénéité du retrait à la surface du mortier.



FIG. III.37 : Influence de l'adjuvant EVA sur l'hétérogénéité du retrait à la surface du mortier.

Nous remarquons que l'écart type et le coefficient de variation obtenus sur les mortiers renforcés de fibres de verre sont nettement plus faible comparativement au mortier non renforcé F2. Nous notons une réduction d'environ 50% sur l'écart type et le coefficient de variation. Ce résultat montre que les fibres incorporées au mortier réduisent le taux d'hétérogénéité du retrait surfacique du matériau. Des études micromécaniques restent à faire pour comprendre le mécanisme de réduction de ce taux d'hétérogénéité du retrait surfacique entraine une réduction de la largeur et de l'aire de fissuration observées sur le matériau (figures III.33 et III.34).

Sur la figure III.37, nous remarquons que l'écart type sur le retrait associé au mortier modifié d'EVA présente une cinétique plus forte comparativement au mortier F2. Par contre, nous voyons que cette évolution de l'écart type du mortier modifié d'EVA se stabilise très tôt. Cette différence de cinétique sur l'écart type associé à ces deux mortiers, se corrèle bien avec les résultats obtenus sur le temps d'initiation des fissures visibles (figure III.32). En effet, les fissures visibles apparaissent plus tôt sur le mortier modifié d'EVA comparativement au mortier non modifié F2. Sur les figures III.33 et III.34, nous avons noté que le mortier modifié d'EVA présentait des fissures moins ouvertes et de faibles surfaces comparativement au mortier de référence F2. Ces résultats se corrèlent bien avec la réduction obtenue sur le coefficient de variation associé au mortier contenant de l'EVA (figure III.37).

L'étude exploratoire menée dans ce paragraphe, montre qu'on pourra relier la fissurabilité du mortier au très jeune âge à l'hétérogénéité du retrait plastique à la surface du matériau, même si ce dernier ne présente pas un encastrement structurel à l'échelle de l'éprouvette. Toutefois, des études complémentaires doivent être menées à l'échelle locale pour mieux cerner cette hétérogénéité d'une part, et pour comprendre le mécanisme de réduction de cette hétérogénéité par les renforts de fibres et des adjuvants.

# **III.5** Conclusions

Pour le type de mortier étudié dans ce travail, nous avons remarqué que le séchage est le principal moteur du retrait plastique. L'amplitude et la cinétique du retrait sont très influencées par la cinétique du séchage. Cependant, les études menées dans cette thèse, ont montré que la seule mesure du taux d'évaporation n'est pas suffisante pour fournir une explication persuasive pour la variation du retrait plastique des différentes formulations testées. Ainsi, outre le taux d'évaporation, nous avons remarqué que d'autres paramètres influencent également le développement du retrait plastique. Il s'agit essentiellement :

- de la cinétique de la dépression capillaire au cours du séchage. La pression capillaire dépend elle-même de la géométrie des pores et de la tension superficielle de l'eau,
- de l'angle de frottement inter-granulaire et donc de la rhéologie du mortier,

- de la compressibilité du matériau,
- de l'hydratation et donc de la prise.

Nous avons également remarqué ces paramètres agissent sur le développement du retrait de manière couplée. Ainsi, l'hydratation du ciment augmente l'angle de frottement intergranulaire. Elle participe avec le séchage à la réduction de la taille des pores et à l'amélioration de la compressibilité du mortier. Cette dernière s'associe à la dépression capillaire pour influencer la cinétique du retrait libre. Il n'y a donc pas une relation univoque entre chacun des paramètres listés ci-dessus et le retrait plastique.

Ainsi à travers l'étude des additifs sur le retrait libre, nous avons pu remarquer que :

- l'adjuvant Eclipse réduit la cinétique d'hydratation (augmente le temps de prise) et diminue la compressibilité du mortier frais. Cependant, il diminue la cinétique et l'amplitude du retrait libre à travers la réduction de la tension superficielle et donc la pression capillaire au cours du séchage,
- le latex EVA augmente la fluidité du mortier frais, augmente le temps de prise, diminue la compressibilité du matériau, augmente la taille des pores (donc réduit la pression capillaire) et l'angle de frottement inter-granulaire. Cependant il augmente la cinétique et l'amplitude du retrait plastique,
- les fibres incorporées au mortier, augmentent le frottement inter-granulaire, augmente la cohésion apparente du mortier frais (et donc sa compressibilité) et permettent au mortier de résister aux efforts de la dépression capillaire. La conjugaison de tous ces effets, entraîne la réduction de la cinétique et de l'amplitude du retrait plastique.

Dans le cas de la fissuration précoce du mortier, les résultats ont montré que les différents ajouts influencent l'ouverture et le temps d'initiation des fissures. Ainsi, nous avons noté une réduction d'environ 50% de l'ouverture des fissures visibles lorsque les fibres (de verre et de polypropylène) sont utilisées à un taux de 1 kg/m³ de mortier. Un dosage de 2 kg/m³ de ces fibres évite complètement les fissures visibles dans les conditions climatiques utilisées (température de 21°C, humidité relative de 50%, vitesse du vent de 3,5 m/s). Dans ces conditions climatiques, nous avons noté que 2% (par rapport à la masse d'eau de gâchage) de l'adjuvant anti-retrait Eclipse réduit environ de moitié la largeur moyenne des fissures. La même observation a été faite lorsque le mortier est modifié par 10% d'EVA par rapport à la masse du ciment. La diminution de l'éther de cellulose dans le mortier n'a pas d'effet sur la largeur moyenne des fissures mais retarde grandement le temps d'initiation des fissures visibles. Cependant, nous avons remarqué que le lien entre le retrait libre (à l'échelle de l'éprouvette) pendant les temps venteux et les fissures induites sur le mortier, n'est pas immédiat. Il semble que la seule mesure du retrait libre à l'échelle de l'éprouvette ne soit pas suffisante pour différencier les mortiers vis-à-vis de la fissuration. Nous avons donc entrepris une recherche exploratoire sur le lien entre la fissurabilité du mortier et le retrait pendant les
temps venteux. Cette étude a montré que le temps d'initiation des fissures visibles et leurs ouvertures semblent être liés aux gradients des retraits locaux à la surface de l'éprouvette.

Dans le prochain chapitre, nous allons aborder l'étude du comportement du mortier au très jeune âge sous l'angle d'une modélisation numérique. Cette dernière aura l'avantage d'intégrer l'évolution des caractéristiques mécaniques du mortier pendant la prise et les conditions d'empêchement structurelles tout en restant dans le cas d'un séchage modéré (séchage sans vent) afin de minimiser les effets de l'hétérogénéité du retrait plastique à la surface du mortier sur le modèle proposé.

# **Chapitre IV : Comportement du mortier au très jeune âge : modélisation numérique – cas du retrait empêché**

Nous avons vu au chapitre précédent que le retrait plastique était un phénomène extrêmement complexe. Il dépendait d'un nombre important de facteurs (conditions environnementales, hydratation, rhéologie...). Nous avons vu au paragraphe II.3.2 l'apparition d'un état de contraintes de traction dans le matériau au cours de l'empêchement structural du retrait plastique. Le matériau présentera une fissuration si cet état de contrainte excède la résistance en traction du matériau. Cet état de contrainte est inhérent au phénomène du retrait plastique couplé à des conditions aux limites créant l'empêchement du retrait. Associé à cette évolution de la contrainte, le mortier lui-même présente un comportement évolutif compte tenu des différentes réactions chimiques qui y siègent lors de la prise. Ce qui suggère un couplage chimio-hydro-mécanique dans l'élaboration d'un modèle prédictif du comportement du matériau durant le retrait plastique.

Dans ce chapitre, nous présenterons dans un premier temps une approche d'analyse numérique du comportement du matériau au très jeune âge (jusqu'au seuil de durcissement défini ici comme la fin de prise). Ensuite, nous présenterons l'étude de l'influence des différents ajouts (étudiés au chapitre III) sur l'évolution de la contrainte interne de traction au cours du retrait empêché intégrant l'influence de ces ajouts sur le degré d'hydratation, le module élastique et la résistance à la flexion au très jeune âge.

## IV.1 Modélisation numérique

Nous allons proposer dans ce paragraphe un modèle élastoplastique du comportement du matériau cimentaire au cours du retrait plastique. Ce modèle élastoplastique « évolutif » est implanté dans un code de calcul éléments finis (ZeBuLoN) développé par l'Ecole des Mines de Paris. Nous avons vu dans le chapitre III que le retrait plastique se développe avant et pendant la prise du matériau. Le modèle est donc limité à la fin de prise qui est considéré ici comme le seuil de durcissement du matériau. On rappelle que la fin de prise est estimée par l'âge auquel la température du mortier lors de l'hydratation est maximale (figure II.22).

Nous présenterons dans un premier temps, le cadre de la modélisation (les hypothèses et les variables du modèle ou les données de la simulation). Ensuite nous aborderons l'évolution de ces variables et enfin nous allons comparer les résultats de la simulation à ceux obtenus expérimentalement.

## IV.1.1 Cadre de la modélisation

Le comportement au très jeune âge du matériau cimentaire est extrêmement complexe du fait du nombre important de facteurs entrant en jeu (formulation, conditions environnementales, géométrie ...). Le matériau subit plusieurs sortes de transformations (maturation, séchage, variations dimensionnelles...) parfois couplées entre elles de telle sorte qu'il est difficile de corréler les résultats de retrait libre/empêché et d'évolutions chimio-mécaniques du matériau durant cette période. La fissurabilité pendant la prise du mortier est étudiée à travers la théorie de plasticité standard. Cette théorie a été également utilisée dans la littérature pour traiter la fissurabilité du matériau cimentaire à l'état durci : c'est le cas de Benboudjema dans sa thèse sur la modélisation des déformations différées du béton [28] et de Coussy dans la modélisation du comportement au jeune âge du béton [48].

Dans le souci d'élaborer un premier modèle numérique relativement simple à implanter dans un code de calcul éléments finis, l'étude est basée sur certaines hypothèses simplificatrices :

- le matériau est considéré comme isotrope,
- le retrait plastique est supposé homogène dans l'épaisseur du matériau (produit mince). Cette hypothèse suppose qu'il n'y a pas de gradient de teneur en eau dans l'épaisseur de l'éprouvette. Nous rappelons que les éprouvettes testées dans cette thèse ont une épaisseur de 10-15 mm et sont très poreuses (paragraphe III.1). L'absence de gradient de pression capillaire (figure III.19) observée par Turcry [142] lors du retrait plastique à 10 mm et à 35 mm de la surface d'une éprouvette cylindrique (70 mm de hauteur et 100 mm de diamètre), valide cette hypothèse. L'auteur a justifié ce résultat par la grande connectivité des pores du matériau dans les premières heures (du moins avant la fin de prise). Nous rappelons que l'auteur a travaillé sur un matériau moins poreux (E/C = 0,64) que ceux utilisés dans cette thèse (E/C = 1),
- l'effet du séchage modéré (T = 21°C, HR = 50%) sur l'évolution de l'hydratation du matériau cimentaire au très jeune âge (du gâchage jusqu'à la fin de la prise) est négligeable,
- d'un point de vue macroscopique, on restera dans le cadre isotherme (l'effet thermique du processus d'hydratation est négligeable pour les produits minces comme nous l'avons remarqué sur la figure II.12),
- le comportement plastique du matériau est supposé non adoucissant dans l'intervalle de temps de l'étude.

Devant le nombre important de facteurs qui entrent en jeu dans l'étude du retrait plastique, nous avons choisi un certain nombre de variables relativement simple susceptibles de décrire le comportement macroscopique du mortier intégrant le couplage chimio-hydro-mécanique. Ces variables sont, pour la plupart, facilement et directement obtenues à partir des essais expérimentaux dont les dispositifs ont été présentés au chapitre II. Ainsi les variables du modèle numérique sont :

- $\varepsilon$ : le tenseur de déformations totales,
- $\varepsilon^{ret}$ : le tenseur de déformations dues au retrait plastique,
- $\varepsilon^{p}$ : le tenseur de déformations plastiques caractérisant l'irréversibilité du phénomène,
- $\varepsilon^{e}$ : le tenseur de déformations élastiques,
- $\alpha$ : le degré d'hydratation du matériau qui traduit le caractère évolutif de ses propriétés mécaniques.  $\alpha$  est un scalaire.

La déformation élastique n'est pas directement obtenue expérimentalement. Elle est déduite à partir des autres déformations. En restant dans le cadre de petites déformations et en supposant un découplage entre le comportement élastique et le comportement plastique du matériau pendant la prise, la partition suivante peut être supposée :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{e} = \boldsymbol{\varepsilon} \cdot \boldsymbol{\varepsilon}^{ret} \cdot \boldsymbol{\varepsilon}^{p} \tag{IV.1}$$

Soit **C** le tenseur de rigidité du matériau supposé homogène et isotrope. Son expression est rappelée dans l'équation (IV.2). En faisant évoluer la microstructure du mortier, le degré d'hydratation affecte la rigidité de ce dernier. Le tenseur **C** est donc fonction du degré d'hydratation  $\alpha$ . Nous faisons une hypothèse supplémentaire selon laquelle le coefficient de Poisson v est une constante (v = 0,3, valeur déterminée expérimentalement sur le mortier durci) : seul le module élastique E évolue en fonction du degré d'hydratation. En réalité, il s'avère que le coefficient de Poisson du matériau cimentaire évolue dans les premières de maturation et que cette évolution est d'autant plus importante que le rapport E/C du matériau est faible [36]. Néanmoins, le modèle ici présenté est peu sensible à l'évolution de ce paramètre.

$$\mathbf{C} = \frac{\mathbf{E}(\alpha)}{(1+\nu)(1-2\nu)} \begin{bmatrix} 1-\nu & \nu & \nu & 0 & 0 & 0 \\ \nu & 1-\nu & \nu & 0 & 0 & 0 \\ \nu & \nu & 1-\nu & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1-2\nu}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1-2\nu}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1-2\nu}{2} \end{bmatrix}$$
(IV.2)

Soit  $\sigma$  la contrainte induite dans le matériau lors du retrait plastique. Nous pouvons écrire l'évolution de l'incrément de contrainte d $\sigma$  sous la forme :

$$d\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{C} : d\boldsymbol{\varepsilon}^{e} + \left(\frac{\partial \mathbf{C}}{\partial \alpha} d\alpha\right) : \boldsymbol{\varepsilon}^{e}$$
(IV.3)

Dans cette équation, ":" désigne l'opérateur tensoriel "produit doublement contracté".

Le terme [**C** :  $d\varepsilon^{e}$ ] de l'équation (IV.3) correspond au terme classique d'une contrainte induite par une déformation alors que le second terme  $\left(\frac{\partial C}{\partial \alpha} d\alpha\right)$ :  $\varepsilon^{e}$  représente le couplage entre

l'évolution de la microstructure du matériau et sa déformation. Ce dernier terme est analogue au "module *B*" du modèle de Coussy (équation (I.32)) sauf qu'ici nous ne le relions pas à un retrait endogène (équation (I.33)). La détermination de ce terme nécessite alors la connaissance de l'évolution du degré d'hydratation en fonction du temps et du module élastique en fonction du degré d'hydratation. Ainsi, dans le paragraphe qui va suivre, nous proposons des lois d'évolution pour les différentes variables du modèle.

### IV.1.2 Les lois d'évolution

Nous rappelons que le modèle élaboré ici se limite à la fin de prise du matériau cimentaire qui est défini comme le seuil du matériau durci. Ce dernier est estimé par l'âge où le matériau présente une température maximale lors de son hydratation. Les lois d'évolution des différentes variables seront donc limitées à la fin de prise du mortier.

### IV.1.2.1 Evolution de l'hydratation et du module élastique

Dans la modélisation du comportement du béton au jeune âge, des modèles ont été proposés pour décrire l'évolution du degré d'hydratation et du module élastique [48]. Dans notre cas, nous avons opté pour une modélisation phénoménologique de l'évolution du degré d'hydratation et du module élastique du mortier au très jeune âge. Ainsi, nous proposons pour le degré d'hydratation (entre le gâchage et la fin de prise) l'expression suivante :

$$\alpha(t) = a_0 [1 + \exp(-a_1 t)]^{-a_2} \quad \text{avec } \alpha \le \alpha_0 \tag{IV.4}$$

 $a_0$ ,  $a_1$  et  $a_2$  sont des coefficients de calage sur les points expérimentaux ;  $\alpha_0$  est le degré d'hydratation obtenu à la fin de prise du matériau cimentaire. Les coefficients de calage sont obtenus en utilisant l'algorithme de Levenberg-Marquardt. Nous présentons sur la figure IV.1, les résultats du modèle (équation (IV.3)) et de l'expérimentation relatifs au mortier F2.



FIG. IV.1 : Identification du degré d'hydratation du mortier F2 : comparaison entre valeurs expérimentales et valeurs numériques calées ( $\alpha \le \alpha_0$ ).

Dans le souci de relier l'évolution de la microstructure à celle des propriétés mécaniques du matériau cimentaire, nous avons pensé qu'il serait mieux de modéliser l'évolution du module élastique du mortier jeune en fonction de son degré d'hydratation. Le modèle proposé dans ce sens (équations (I.6) et (I.7)) par Byfors [40] et repris par Coussy [48] ne cadre pas avec nos résultats expérimentaux. Ce qui est sans doute lié, entre autre, à des paramètres non ajustables de ce modèle qui est au départ proposé pour les bétons.

Ainsi, en se basant sur les résultats expérimentaux de Boumiz [36] (figure I.7) où le module élastique du matériau présentait une évolution en puissance par rapport au degré d'hydratation dans les premières heures, nous proposons le modèle phénoménologique suivant :

$$E(\alpha) = E_{\infty} \left(\frac{\alpha}{a}\right)^{b}$$
 (IV.5)

Dans cette expression,  $E_{\infty}$  représente le module élastique du matériau à 28 jours, a et b sont des coefficients de calage sur les points expérimentaux. La figure IV.2 montre les résultats expérimentaux et numériques de l'évolution du module élastique du mortier F2 et ce pour  $\alpha \le \alpha_0$ .



FIG. IV.2 : Identification du module élastique du mortier F2 : comparaison entre valeurs expérimentales et valeurs numériques calées ( $\alpha \le \alpha_0$ ).

Les équations IV.4 et IV.5 permettent donc de caractériser le tenseur de rigidité C du mortier au jeune âge. Afin de décrire complètement l'évolution de la contrainte induite par le retrait (équation (IV.3)), il nous reste à déterminer l'évolution des déformations. Les deux prochains paragraphes seront consacrés à l'évolution du retrait plastique et de la déformation plastique caractérisant le phénomène de microfissuration.

### IV.1.2.2 Evolution du retrait plastique

La modélisation du retrait plastique avec séchage est rarement publiée dans la littérature. Cependant, il en existe quelques unes (équations (I.17) et (I.19)). Le modèle analytique de Radocea (équation (I.19)) semble être plus intéressant parce qu'il tient compte du taux d'évaporation et de la compressibilité du matériau. Malheureusement, il est difficile voire impossible de déterminer le paramètre  $\Gamma$  (la pente de la courbe reliant la perte de masse à la pression capillaire) du modèle (I.19) sur le mortier ou le béton. Devant cette complexité, nous proposons un modèle phénoménologique (équation IV.6) pour décrire l'évolution du retrait plastique du mortier.

$$\varepsilon^{ret}(t) = \begin{cases} \varepsilon_a (1 - \exp(-k_0 t)), & \text{pour } t < t_a \\ (\varepsilon_{\max} - \varepsilon_a)[(1 + k_1) - \exp(-k_2(t - t_a))] & \text{pour } t \ge t_a \end{cases}$$
(IV.6)

Dans cette expression,

- t_a caractérise la fin de la phase de consolidation où le mortier frais possède un angle de frottement inter-granulaire faible,
- $\mathcal{E}_a$  représente le retrait correspondant au temps t_a,

• k₀, k₁ et k₂ sont des coefficients de lissage de la courbe expérimentale.

Dans le cas où le mortier ne présente pas une phase de consolidation due à sa rhéologie, le cas du mortier F1 du chapitre III par exemple, les paramètres  $t_a$ ,  $\mathcal{E}_a$ ,  $k_0$ , et  $k_1$  sont identiquement nuls.



FIG. IV.3 : Identification du retrait plastique du mortier F1 : comparaison entre valeurs expérimentales et valeurs numériques calées



FIG. IV.4 : Identification du retrait plastique du mortier F2 : comparaison entre valeurs expérimentales et valeurs numériques calées

Les figures IV.3 et IV.4 illustrent la comparaison entre les résultats expérimentaux et ceux issus du modèle (équation IV.6). Nous notons une bonne concordance entre les courbes expérimentales et théoriques. Dans ces figures, le retrait plastique (retrait linéique : la moitié du retrait surfacique présenté au chapitre III) est représenté par sa valeur absolue. Dans la simulation de la contrainte, il serait défini par sa valeur algébrique donc négative.

### IV.1.2.3 Evolution de la déformation plastique

La plasticité est étudiée ici dans le cadre standard de l'élastoplasticité. En général, le comportement irréversible du matériau cimentaire se manifeste dès qu'une fissure visible ou non est initiée. Dans la théorie de l'élastoplasticité, il est admis qu'il existe un domaine admissible dans l'espace des contraintes. Ce domaine est limité par une surface appelée surface de charge. La surface de charge (f = 0) est fonction des contraintes  $\sigma$  et du seuil de plasticité  $\xi$ . De nombreux critères de plasticité sont proposés dans la littérature, certains relativement simples (Rankine, von Mises, Tresca, Drucker-Prager,...), d'autres plus complexes (Willam et Warnke, Ottosen,...). Le choix du critère à adopter dépend évidemment du type de comportement du matériau étudié. Benboudjema [28] avait choisi le critère de Rankine pour traiter le comportement en traction du béton. Dans notre cas, nous avons choisi un critère de plasticité basé sur celui de von Mises. La surface de charge est alors fonction du second invariant du tenseur des contraintes déviatoriques  $\mathbf{S}$  ( $\mathbf{S} = \boldsymbol{\sigma} - 1/3 \operatorname{tr}(\boldsymbol{\sigma})\mathbf{1}$ ) et doit vérifier la condition suivante :

$$f(\mathbf{\sigma},\boldsymbol{\xi}) \le 0 \tag{IV.7}$$

Dans le cadre de la plasticité associée, on a :

$$\mathrm{d}\varepsilon^{p} = \mathrm{d}\lambda \frac{\partial f(\sigma,\xi)}{\partial \sigma} \tag{IV.8}$$

Dans la modélisation de la déformation irréversible du mortier au très jeune âge, outre la prise en compte des évolutions irréversibles des déformations (microfissuration), il faudra tenir compte aussi de l'évolution de la résistance du matériau avec l'hydratation. Le seuil de plasticité  $\xi$  n'est donc pas une constante comme dans le cas du critère de von Mises. On parlera d'un écrouissage dû à l'évolution de la microstructure du matériau. Il s'agit donc d'un critère de plasticité de von Mises modifié. En négligeant le comportement adoucissant du matériau pendant la prise, le seuil de plasticité qui traduit le phénomène d'écrouissage ne sera fonction que de l'hydratation  $\alpha$  du matériau cimentaire. La détermination du seuil de plasticité  $\xi$  en fonction du degré d'hydratation  $\alpha$  dépend de la nature de sollicitation du matériau. Dans le cas du retrait empêché qui conduit à la naissance d'une contrainte interne, la fissuration dépend de la résistance en traction du mortier. Le seuil de plasticité  $\xi$  peut donc être approximé à partir de la résistance en traction actuelle du matériau. Cependant, la détermination expérimentale de la résistance en traction du matériau cimentaire n'est pas chose aisée. Toutefois, elle peut être estimée à partir de la résistance en compression du matériau. Pour ce faire, on admet couramment que la résistance en traction est, à peu près, le dixième de la résistance en compression. Concernant le développement de la résistance en compression avec le degré d'hydratation du matériau cimentaire, on peut adopter la variation linéaire de Byfors [40]. Considérant l'intervalle de temps ou le domaine de validité de l'étude numérique ( $\alpha \le \alpha_0$ : degré d'hydratation obtenu à la fin de prise du matériau cimentaire), d'après Byfors, la résistance en compression (R_c) du matériau cimentaire peut être exprimée par la relation suivante :

$$R_{c}(\alpha) = \alpha R_{co}, \text{ avec } R_{co} = \frac{\alpha_{0} R_{c}(\infty)}{10}$$
 (IV.9)

où  $R_c(\infty)$  est la résistance en compression à 28 jours de maturation. La résistance en traction  $R_t$  du matériau, dans cet intervalle, peut être approximée par :

$$\mathbf{R}_{t}(\alpha) = \frac{1}{10} \mathbf{R}_{c}(\alpha) \tag{IV.10}$$

Dans cette équation, l'expression de R_c est celle de l'équation (IV.9). A partir des équations IV.9 et IV.10, le seuil de plasticité  $\xi$  peut être défini comme une fonction linéaire du degré d'hydratation  $\alpha$ . Il s'écrit donc :

$$\xi(\alpha) = \xi_0 \alpha, \quad \text{avec} \quad \xi_0 = \frac{\alpha_0}{100} R_c(\infty) \quad (IV.11)$$

Après avoir défini l'évolution du seuil de plasticité  $\xi$ , nous pouvons donner l'expression de la fonction de charge *f*. Cette dernière peut être exprimée par :

$$f(\sigma,\xi) = \sqrt{\frac{3}{2}\mathbf{s}\cdot\mathbf{s}} - \xi_0 \alpha \tag{IV.12}$$

Où  $\xi_0$  est défini par l'équation IV.11. Après la définition explicite de la surface de charge, il reste à trouver le multiplicateur plastique d $\lambda$  pour donner l'évolution de la déformation plastique. Dans le cadre de la plasticité standard, l'écoulement plastique se produit si l'état de contrainte est et reste sur la fonction de charge i.e. f = df = 0. Le multiplicateur de plasticité d $\lambda$  est déterminé à partir de la condition de consistance df = 0. Cette dernière conduit à l'équation suivante :

$$\frac{\partial f}{\partial \sigma} d\sigma + \frac{\partial f}{\partial \xi} \frac{\partial \xi}{\partial \alpha} d\alpha = 0$$
 (IV.13)

Les équations (IV.3), (IV.4) et (IV.13) conduisent à la détermination du multiplicateur de plasticité  $d\lambda$ . Ce dernier peut être exprimé de la façon suivante :

$$d\lambda = \frac{\mathbf{n} : \left\{ \mathbf{C} (d\varepsilon - d\varepsilon^{ret}) + \frac{\partial \mathbf{C}}{\partial \varepsilon} (\varepsilon - \varepsilon^{ret} - \varepsilon^{p}) d\alpha \right\} + \frac{\partial f}{\partial \alpha} d\alpha}{\mathbf{n} : \mathbf{C} \mathbf{n}}$$
(IV.14)

où  $\mathbf{n} = \frac{\partial f}{\partial \sigma}$  représente la normale extérieure à la surface de charge f = 0. L'évolution de la déformation plastique est donc complètement déterminée à partir des équations (IV.8) et (IV.14).

#### IV.1.3 Limites du modèle

L'écriture du modèle a été basée sur des hypothèses simplificatrices évoquées dans le paragraphe IV.1.1. Certaines de ces hypothèses peuvent donner des limites d'utilisation de la loi de comportement.

L'hypothèse d'isotropie et d'un retrait plastique homogène dans l'épaisseur suggère que la structure est extrêmement mince et que la fissure résultante est traversante. Outre cette limitation structurale, le comportement intrinsèque du mortier à l'état frais couplé au seuil de plasticité défini par l'équation (IV.11) constitue une autre limite d'utilisation du modèle. Au cours du retrait plastique qui se développe pendant et/ou après la période dormante, le comportement du mortier varie entre la viscoélasticité et l'élastoplasticité. Pendant la période dormante, la fissurabilité du matériau ne peut pas être traitée par le seuil de plasticité mais par le seuil de cisaillement car pendant cette période le mortier se trouve dans un état qu'on peut qualifier de "pâteux". Cette dernière limitation (de la loi de comportement) conduit à travailler sur les mortiers présentant les risques de fissuration pendant la période de prise.

## IV.1.4 Implantation du modèle et simulation numérique

## IV.1.4.1 Implantation du modèle dans un code de calcul EF

Dans l'objectif de valider le modèle dont les lois d'évolutions ont été présentées aux paragraphes précédents, nous avons choisi de l'implanter dans un code de calcul aux éléments finis. L'une des nécessités de l'utilisation d'un code de calcul aux éléments finis est liée au fait que certaines des équations des lois d'évolution sont fortement non linéaires.

Modèle élastoplastique évolutif : retrait plastique (du gâchage à la fin de prise : $\alpha \le \alpha_0$ )								
Loi de comportement • $d\mathbf{\sigma} = \mathbf{C}(\alpha) : (d\varepsilon - d\varepsilon^{ret} - d\varepsilon^p) + d\{\mathbf{C}(\alpha)\} : (\varepsilon - \varepsilon^{ret} - \varepsilon^p)$ $\varepsilon^e = \varepsilon - \varepsilon^{ret} - \varepsilon^p$	Coefficients du modèle							
Lois d'évolutions								
• degré d'hydratation : $d\alpha = a_1 a_2 \alpha \left[ 1 - \left( \frac{\alpha}{a_0} \right)^{\frac{1}{a_2}} \right]$	$a_0, a_1, a_2$							
module élastique : $E(\alpha) = E_{\infty} \left(\frac{\alpha}{a}\right)^{b}$ • retrait plastique	a, b, $E_{\infty}$							
$\left[k, \left(\varepsilon, 1-\varepsilon^{ret}\right)\right]$ $t < t$								
$d\varepsilon^{ret} = \begin{cases} k_0 (\varepsilon_a + \varepsilon_b) & t < t_a \\ k_2 [(1+k_1)(\varepsilon_{max} - \varepsilon_a)] - \varepsilon^{ret} \end{bmatrix} & t \ge t_a \end{cases}$	$k_0, \mathcal{E}_a, t_a$ $k_1, k_2, \mathcal{E}_{max}$							
• déformation plastique $d\varepsilon^{p} = d\lambda \mathbf{n}, \ \xi(\alpha) = \xi_{0}\alpha, \qquad \text{avec} \qquad \xi_{0} = \frac{\alpha_{0}}{100} R_{c}(\infty)$	$R_{c}(\infty)$							
$f(\sigma,\xi) = \sqrt{\frac{3}{2}s \cdot s} - \xi_0 \alpha$								
$d\lambda = \frac{\mathbf{n} : \left\{ \mathbf{C} (d\varepsilon - d\varepsilon^{ret}) + \frac{\partial \mathbf{C}}{\partial \varepsilon} (\varepsilon - \varepsilon^{ret} - \varepsilon^{p}) d\alpha \right\} + \frac{\partial f}{\partial \alpha} d\alpha}{\mathbf{n} : \mathbf{C} \mathbf{n}}, \ \mathbf{n} = \frac{\partial f}{\partial \sigma}$								

Tableau IV.1 : Implantation du modèle.

Ces dernières ne pourront être résolues que par des méthodes numériques. Ainsi nous sommes orientés vers le code de calcul éléments finis "ZeBuLoN" qui est développé à l'Ecole des Mines de Paris. Ce choix est guidé par la coopération existante entre l'Ecole de Mines de Paris et notre laboratoire d'une part et par la possibilité d'implanter dans ce code nos propres modèles d'autre part. Afin d'implanter le modèle dans ce code, nous choisissons d'écrire la loi de comportement et les lois d'évolutions sous la forme incrémentale (tableau IV.1) pour aboutir aux équations constitutives du modèle. Le détail du programme peut être consulté en annexe D, mais son principe est présenté dans la figure IV.5.



FIG. IV.5 : Algorithme numérique.

## IV.1.4.2 Simulation numérique du retrait empêché : validation du modèle

Pour valider le modèle (tableau IV.1), nous avons choisi de le tester sur le mortier de formulation F2 (III.3.4.2) considéré ici comme "matériau modèle" et sur un essai empêché. Ce choix est lié en partie aux limites du modèle que nous avons évoquées au paragraphe IV.1.3. En effet, nous avons vu au chapitre précédent (tableau III.9) que ce mortier présente une forte cinétique de retrait après la période dormante. En outre, nous avons remarqué également au chapitre II (figure II.19) que la contrainte interne lors de l'empêchement du retrait de ce mortier n'évolue qu'à partir d'un temps correspondant à la période dormante.

La simulation de l'empêchement du retrait est portée sur l'anneau de mortier. On rappelle que le dispositif de retrait empêché est constitué d'un anneau de mortier coulé autour d'un noyau central incompressible (figure II.15). La géométrie axisymétrique de l'anneau permet d'effectuer le calcul de la contrainte interne en ne modélisant qu'une section de la structure.

Cette section est représentée sur la figure IV.6a. Le maillage contient 160 éléments triangulaires à 6 points d'intégration et 349 nœuds. On s'est assuré par ailleurs de la stabilité des résultats vis-à-vis du raffinement du maillage. Les conditions aux limites sont suggérées à la fois par l'incompressibilité du noyau central (qui implique un déplacement axial nul pour le rayon interne de l'anneau de mortier) et par l'absence de frottement et d'adhésion entre le moule et l'anneau de mortier (figure IV.6b). Ces conditions aux limites conduisent à simuler un essai de retrait totalement empêché dans la direction orthoradiale. La méthode de calcul est basée sur une déformation imposée. Dans le cas présent, la déformation imposée à tous les nœuds du maillage est le retrait plastique (équation IV.7).



FIG. IV.6 : Géométrie du modèle éléments finis : illustration du maillage.

Un exemple de répartition de la contrainte orthoradiale simulée est donné dans la figure IV.7. On retrouve la quasi-homogénéité (ou la réduction du gradient) de la contrainte orthoradiale dans l'anneau de mortier comme nous l'avons montré dans la partie analytique (paragraphe II.3.3.4). La différence entre la contrainte orthoradiale au rayon intérieur et au rayon extérieur ne dépasse guère 15%.



FIG. IV.7 : Déformée de l'anneau de mortier au cours de la simulation.

Afin de pouvoir mener à bien le calcul de la contrainte  $\sigma$  (équation IV.3), il est nécessaire de déterminer les coefficients du modèle (tableau IV.1). Ces coefficients peuvent être aisément déterminés à partir des essais classiques de laboratoire. Il n'y a donc pas d'optimisation dans la simulation numérique de la contrainte interne, on parlera alors d'un modèle "déterministe".

Pour l'exemple du "matériau modèle" (mortier F2) choisi, les différents coefficients du modèle sont obtenus à partir des résultats expérimentaux présentés pour certains au début du chapitre IV (figures IV.1-2; IV.4). L'ensemble des essais réalisés pour identifier ces différents coefficients sont listés dans le tableau IV.3. Nous résumons les valeurs des différents coefficients du modèle pour le "matériau modèle" dans le tableau IV.3.

Coefficients du modèle	Essais réalisés
$k_0, \mathcal{E}_a, t_a, k_1, k_2, \mathcal{E}_{max}$	essai sur dalle instrumentée (paragraphe II.1)
$a_0, a_1, a_2$	calorimétrie semi-adiabatique (paragraphe II.4.1)
a, b	essai vibratoire (paragraphe II.4.2)
$R_{c}^{(\infty)}, E_{\infty}$	essai de compression normalisé sur 7x14 cm

Tableau IV.2 : Les coefficients du modèle et les méthodes d'identification.

	degré		module				retrait					déformation	
d'hydratation			élastique		plastique					plastique			
$a_0$	a ₁	a ₂	a	b	E _∞	k ₀	$\mathcal{E}_{a}$	ta	<b>k</b> ₁	<b>k</b> ₂	$\mathcal{E}_{\max}$	$\alpha_0$	$R_{c}(\infty)$
0,64	0,29	9,74	0,77	4	8,2GPa	0,28	-0,47x10 ⁻³	7,2h	0,3	1	-1,98x10 ⁻³	0,58	12,2MPa

Tableau IV.3 : Identification des coefficients du modèle pour le "matériau modèle".

La figure IV.8 montre la comparaison entre les résultats de la simulation et de l'expérience. On remarque que dans les deux cas, la contrainte interne de traction ne commence à évoluer qu'après un temps d'incubation correspondant à la période dormante du mortier à l'état frais. A la suite de cette période, les évolutions simultanées du retrait et de la cohésion (par hydratation) du mortier induisent une augmentation de la contrainte interne. Cette augmentation de la contrainte interne présente deux phases d'évolution dans le cas de la simulation et de l'expérience. Dans ce dernier cas, la contrainte interne de traction augmente jusqu'à un certain niveau où son évolution se stabilise. Ces mêmes résultats ont été obtenus dans la littérature sur l'évolution de la contrainte interne lors d'un retrait empêché au jeune âge des mortiers ultra haute performance [78] [123]. On observe également sur la figure IV.8 que le niveau de la contrainte interne du mortier F2 pendant la prise est faible (0,02 MPa). Ce faible niveau de la contrainte interne générée dans le matériau pendant la prise est sans doute inhérent aux faibles caractéristiques mécaniques du mortier traité dans cette thèse (la résistance en compression du mortier F2 étudié ici est de 12,2 MPa à 28 jours). A titre comparatif, nous rappelons quelques valeurs rencontrées dans la littérature lors de l'empêchement du retrait au très jeune âge et ce comparativement à la résistance mécanique du matériau : Schwartzentruber et al. [123] ont obtenu pendant la prise, une contrainte interne

d'environ 1,5 MPa pour un mortier ayant 53,9 MPa de résistance en compression à 24h. De même, Igarashi et al. [78] ont obtenu pendant la prise, une contrainte interne d'environ 0,5 MPa pour un mortier d'environ 45 MPa de résistance en compression à 24h. Ces derniers auteurs ont également montré que la contrainte interne dans le mortier au cours de l'empêchement de son retrait au très jeune âge, est d'autant plus importante que le rapport E/C utilisé est faible. En comparant les courbes de la simulation et de la mesure expérimentale, on remarque que le niveau de contrainte simulé dans l'anneau de mortier au cours de l'empêchement du retrait est supérieur à celui mesuré expérimentalement. Toutefois, pour un modèle "déterministe", l'ordre de grandeur est respecté. L'écart entre la mesure expérimentale et celle simulée montre qu'outre la plasticité qui décrit la microfissuration du mortier au cours du retrait empêché, il existe d'autres phénomènes qui diminuent la contrainte dans le mortier et qui n'ont pas été pris en compte dans notre modèle.



FIG. IV.8 : Evolution de la contrainte interne : modèle et expérience.

Ceci permet à notre niveau de mieux comprendre le comportement du matériau cimentaire pendant la prise lorsque le retrait est empêché. Afin de connaitre les phénomènes qui n'ont pas été pris en compte dans le modèle et qui justifieraient la différence entre la contrainte simulée et celle mesurée, nous sommes tournés vers les modèles qui traitent le comportement du béton durci (après la fin de prise). Il ressort de la littérature qu'au cours de l'empêchement du retrait, il se produit un phénomène de fluage dans le matériau cimentaire [73] [142]. Ces auteurs ont montré que la relaxation due au fluage du matériau cimentaire diminue d'environ de moitié la valeur de la contrainte dans le matériau. Turcry [142] a montré que le fluage au jeune âge est très important et qu'il dépendait de l'âge du chargement. Lorsque le retrait est empêché au très jeune âge, le matériau est donc soumis à un chargement dès la naissance de la

contrainte interne. Ce qui montre que le fluage pourrait être plus important au très jeune âge pendant l'empêchement du retrait. Toutefois, la figure IV.8 montre que la différence de niveau entre la contrainte simulée et celle mesurée est de l'ordre de 90%. Cette différence reste tout de même voisine de celle obtenue dans la littérature sur les matériaux durcis [73] [142]. Il est donc envisageable que la plasticité qui caractérise la microfissuration participe avec le fluage à la relaxation de la contrainte interne dans le matériau au cours de l'empêchement du retrait plastique.

Ainsi, on vient de voir que la prise en compte du fluage au très jeune âge (pendant la prise) est nécessaire si l'on souhaite une prédiction quantitative de la contrainte générée lors de l'empêchement du retrait plastique et de la microfissuration pouvant être induite par cette contrainte. Malheureusement cette thèse n'ira pas jusque là. Néanmoins, ce modèle qui constitue un premier pas, nous a permis de se rendre compte du couplage chimio-hydromécanique dans l'évolution de la contrainte interne. Dans la suite, nous allons présenter l'effet des additifs utilisés dans le chapitre III sur l'évolution de la contrainte interne et voir si le modèle mis en place permet ou non de prévoir les conséquences des ajouts.

# **IV.2** Influence de la formulation sur la contrainte interne

Les paragraphes précédents ont montré, entre autre, l'importance des évolutions de la cohésion par hydratation du mortier et de sa résistance mécanique sur le développement et le niveau de la contrainte interne durant l'empêchement du retrait plastique. Ainsi, avant d'aborder l'influence de la formulation sur l'évolution de la contrainte interne de traction, il convient de revenir sur l'influence des additions sur l'hydratation et le module élastique d'une part et la résistance mécanique (résistance en flexion) d'autre part du matériau au jeune âge.

## IV.2.1 Influence des ajouts sur l'hydratation et le module élastique du mortier

Dans ce paragraphe, nous analyserons l'effet des ajouts sur l'hydratation et le module élastique du mortier F2. Seuls les adjuvants Eclipse et EVA sont étudiés dans le cas de l'hydratation. Par contre, en plus de ces adjuvants, les ajouts des fibres sont analysés dans le cas de l'évolution du module élastique.

L'effet des adjuvants Eclipse et EVA est montré dans la figure IV.9. On note un retard d'hydratation sur les mortiers adjuvantés comparativement au mortier de référence F2. Pour le mortier modifié d'Eclipse, on remarque qu'en plus de l'augmentation de la période dormante, il y a une diminution du taux d'hydratation. On peut donc penser que l'adjuvant Eclipse ne réduit pas seulement la tension superficielle de l'eau dans les pores capillaires. Il peut aussi avoir un effet sur l'hydratation des anhydres du ciment. Rappelons que l'adjuvant Eclipse est

de type "Ether de Propylène Glycol". De ce fait, il comporte une partie polaire dans sa formule chimique qui est susceptible d'interagir avec le grain de ciment. La diminution du taux d'hydratation est donc due à cette interaction entre l'adjuvant Eclipse et les grains de ciment. Cette perte d'hydratation du ciment dans le mortier modifié d'Eclipse entraîne tout naturellement une diminution du module élastique du matériau par rapport au mortier non modifié (figure IV.10).



FIG. IV.9 : Influence de l'Eclipse et de l'EVA sur le degré d'hydratation du mortier F2 au très jeune âge.

On remarque sur la figure IV.9 que la modification du mortier par les poudres d'EVA induit une augmentation de la période dormante mais atténue moins l'hydratation du ciment. Ce même résultat a été obtenu dans la littérature par Walters [148]. L'auteur avait montré que les poudres de polymères pouvaient modifier la cinétique d'hydratation à court terme et qu'à 28 jours, on ne voyait plus de différence entre le mortier modifié et non modifié. Dans notre cas, on constate qu'après 24 heures de maturation, on ne voit plus l'influence de l'EVA sur le degré d'hydratation. En effet, les particules d'EVA utilisées dans ce travail ont une surface spécifique (12 454 cm²/g) d'environ trois fois plus grande que celle du grain de ciment (4 380 cm²/g). Ainsi, elles pourront cacher les grains de ciments les uns des autres. Rappelons que la surface spécifique de l'EVA a été déterminée à partir de la granulométrie laser sous l'hypothèse que la géométrie des particules est sphérique. Cette méthode pourra bien sûr sousestimer la valeur réelle de la surface spécifique (Blaine) des poudres d'EVA.



FIG. IV.10 : Influence de l'Eclipse et de l'EVA sur l'évolution du module élastique du mortier F2 au très jeune âge.

Dans le mortier modifié, les poudres d'EVA vont former une couche plus ou moins épaisse autour du grain de ciment pendant la fabrication du mortier. De ce fait, elles vont plus ou moins ralentir les transferts d'eau du gâchage vers les anhydres du ciment. Cette barrière autour des grains de ciment est, au fur du temps, traversée par les molécules d'eau pour atteindre les anhydres du ciment. C'est ce qui explique le résultat obtenu sur la figure IV.9. Ce retard d'hydratation observé sur le mortier modifié d'EVA induit une diminution de l'évolution du module élastique de ce dernier (figure IV.10).

L'analyse des figures IV.9 et IV.10 montre que l'adjuvant Eclipse atténue beaucoup plus l'hydratation du ciment mais par contre affecte beaucoup moins l'évolution du module élastique du mortier comparativement à l'adjuvant EVA. Cette faible cinétique d'évolution du module élastique du mortier modifié d'EVA peut être expliquée par la concomitance des deux phénomènes ci-dessous :

- la faible rigidité des poudres d'EVA qui sont utilisées en remplacement de 4,6% en poids du sable (plus rigide que les poudres de polymère) soit 12% en volume de sable,
- la modification des proportions des différents produits d'hydratation (la portlandite CH et le silicate de calcium hydraté CSH). Rappelons que ce sont des hydrates qui assurent le développement des caractéristiques mécaniques du matériau cimentaire. En effet, dans le paragraphe I.5.1.2, nous avons montré que certaines liaisons chimiques peuvent avoir lieu entre les particules de polymère et les ions calcium Ca²⁺ de la solution interstitielle (figure I.26). Cette consommation des ions calcium par les particules d'EVA va conduit à l'appauvrissement de la matrice cimentaire en

portlandite. Les proportions des hydrates vont donc être fortement modifiées, ce qui conduira à affaiblir l'évolution du module élastique du mortier modifié.

La figure IV.11 montre l'effet des fibres sur l'évolution du module élastique du mortier au jeune âge. Contrairement aux adjuvants (figure IV.10), on remarque que les fibres n'influencent pratiquement pas la cinétique et la valeur du module élastique du mortier. Ceci pourrait être dû à la faible dose des fibres (soit 1 kg/m³ de mortier) incorporées au mortier.



FIG. IV.11 : Influence des fibres de verre et de polypropylène sur l'évolution du module élastique du mortier F2 au très jeune âge.

### IV.2.2 Influence des ajouts sur la résistance à la flexion au jeune âge du mortier

Vu la difficulté de réalisation des essais de traction directe sur les matériaux cimentaires, nous avons effectué des essais de flexion quatre points sur nos mortiers. Ces essais ont été réalisés sur des éprouvettes de dimensions 4 cm x 4 cm x 16 cm et dans les mêmes conditions climatiques que les essais du retrait plastique (séchage modéré). La surface supérieure des éprouvettes de mortier est laissée en contact avec l'air. Les éprouvettes de mortier subissent alors un retrait qu'on peut qualifier de libre et non empêché comme ce fut le cas des anneaux de mortier. Ainsi, comparer la résistance en flexion et la contrainte interne, revient à faire l'hypothèse selon laquelle le retrait libre (dans les conditions d'essai) n'induit pas de dommage dans le matériau. C'est sous cette hypothèse que les essais de flexion ont été réalisés. De plus, afin de tenir compte du gradient de séchage entre la peau et le cœur de

l'éprouvette, les essais de flexion ont été réalisés en prenant pour base l'une des surfaces longitudinales (surface non en contact avec l'extérieur).



FIG. IV.12 : Essai de flexion à quatre points sur les éprouvettes de mortiers.

L'objectif de ce paragraphe n'est pas de faire une comparaison quantitative du niveau de la contrainte interne du mortier et de la résistance en flexion. Une telle comparaison ne reflète certainement pas la réalité. En effet, l'essai de flexion sur les éprouvettes de petites dimensions, interprété en contrainte maximale sur les fibres extrêmes dans l'hypothèse de l'élasticité linéaire comme ce fut le cas ici, surestime nettement la résistance en flexion du matériau. Ainsi, on se contentera de voir l'influence des ajouts sur la résistance en flexion des mortiers étudiés.

La figure IV.13 montre l'effet des ajouts étudiés sur la résistance en flexion des mortiers. On remarque, tout comme dans le cas du module élastique, que l'ajout de 1 kg/m³ de fibres de verre et de polypropylène n'influence guère la valeur de la résistance en flexion du mortier. Le mortier de référence a la même résistance en flexion que les mortiers renforcés de fibres. Ce résultat pourra être lié au faible taux de fibres incorporées dans le mortier. Lorsqu'on a augmenté le taux des fibres de verre dans le mortier (de 0,035 à 0,2% par rapport au volume du mortier), on n'a pas observé une augmentation significative de la résistance en flexion des mortiers renforcés. Ce qui laisse penser que le type de fibres de verre (HD) utilisé ici n'apporte pas une amélioration sensible de la résistance en flexion du mortier au très jeune âge. Cependant, on remarque que ces fibres améliorent la ductilité du mortier au jeune âge. On passe d'une rupture fragile avec le mortier non renforcé à une rupture semi-ductile (figure IV.14). Ce résultat témoigne la bonne qualité de l'interface fibre/matrice au très jeune âge. On rappelle que l'exemple de résultat illustré sur la figure IV.14 est relatif à un essai à 24 heures de maturation. L'augmentation du taux de fibres entraîne une augmentation de l'énergie de rupture.



FIG. IV.13 : Influence des ajouts sur la résistance en flexion du mortier F2 au très jeune âge.



FIG. IV.14 : Influence des fibres de verre sur le comportement en flexion du mortier F2.

Pour les mortiers adjuvantés, on note une diminution de la résistance en flexion dans les 48 premières heures par rapport au mortier de référence. Ce qui est sans doute inhérent à la modification de l'évolution de leurs microstructures. Tout comme dans le cas du module

élastique (figure IV.10), c'est le mortier modifié d'EVA qui présente une plus faible résistance en flexion dans les 48 premières heures. Trois hypothèses pourraient expliquer cette faible résistance du mortier modifié d'EVA :

- la diminution observée sur la cinétique d'hydratation dans les premières heures,
- la substitution de 4,6% en poids du sable par les poudres de polymère,
- les conditions de cure.

Dans le souci de vérifier les deux dernières hypothèses évoquées ci-dessus, d'autres essais de flexion ont été réalisés sur le mortier modifié d'EVA. Le latex EVA a été utilisé comme ajout à un taux de 10-20% par rapport au poids du ciment (soit 12-24% en volume du mortier) et la condition de "cure" a été modifiée. La condition dite de "cure" consiste à démouler les éprouvettes de mortiers modifiés d'EVA après 24 heures de maturation puis les laisser sécher (séchage modéré) 24 heures avant l'essai de flexion. Dans la figure IV.15, la notation (cure) est relative à cette dernière condition dite de "cure".



FIG. IV.15 : Influence de l'EVA sur la résistance en flexion du mortier au jeune âge.

On remarque sur la figure IV.15 qu'il n'y a pas de différence entre la résistance en flexion du mortier dans lequel on a substitué une partie du sable par les poudres d'EVA et celui dans lequel les 10% d'EVA ont été utilisés comme un ajout. Ce résultat réfute la deuxième hypothèse faite précédemment pour justifier le faible niveau de la résistance en flexion du mortier modifié d'EVA. Le taux de 4,6% en poids de sable ne semble donc pas suffisant pour modifier la résistance en flexion du mortier.

En outre, on observé que l'augmentation du taux d'EVA (F2-10%EVA_aj et F2-20%EVA_aj) entraîne une diminution de la résistance en flexion du mortier. Ceci pourra être dû à la diminution de la cinétique d'hydratation qu'induit la présence des poudres d'EVA dans le mortier comme l'on a montré sur la figure IV.9. Contrairement à ce résultat, les essais réalisés dans la condition dite de "cure" où on laisse les éprouvettes séchées avant l'essai, montrent que le mortier contenant 20% d'EVA a une résistance en flexion légèrement supérieure à celui contenant 10% d'EVA. On remarque aussi que les valeurs obtenues dans la condition dite de "cure" sont plus grandes que celles obtenues avec le protocole initial. Toutefois, elles sont légèrement inférieures à la résistance en flexion du mortier de référence. Ces résultats sont essentiellement dus à la formation plus ou moins rapide du film de polymère à la surface de l'éprouvette de mortier selon que le rapport P/C est important. Cependant, si la formation du film de polymère est favorisée par le séchage, un séchage plus sévère peut diminuer considérablement la cinétique d'hydratation et par suite diminuer les propriétés mécaniques du matériau.

## IV.2.3 Effet des additifs sur la contrainte interne

Dans ce paragraphe nous présenterons l'influence des additifs étudiés dans les paragraphes précédents sur l'évolution de la contrainte interne de traction (contrainte orthoradiale). Parallèlement à des mesures expérimentales, les résultats de la simulation des contraintes relatives à des mortiers modifiés seront présentés. Les paramètres du modèle pour les différentes formulations sont présentés dans l'annexe E. L'ensemble de ces résultats permettra de mieux comprendre l'effet des additifs sur la fissurabilité due au retrait plastique des mortiers étudiés. Les essais du retrait empêché ont été menés dans les mêmes conditions climatiques (séchage modéré) comme ce fut le cas des essais du retrait libre présentés au chapitre III.

La figure IV.16 présente respectivement l'influence des adjuvants (Eclipse, EVA) sur l'évolution de la contrainte interne. Outre le niveau plus élevé des contraintes simulées, les résultats de la simulation et des mesures expérimentales présentent pratiquement les mêmes cinétiques. Sur la figure IV.16a, on note une baisse de niveau de contrainte interne pour les mortiers modifiés d'EVA et d'Eclipse par rapport au mortier de référence. Cette tendance est confirmée par les contraintes simulées (figure IV.16b).



a) expérience

b) simulation

FIG. IV.16 : Influence des adjuvants sur l'évolution de la contrainte interne.

Cette différence du niveau de contrainte interne observée sur les mortiers adjuvantés par rapport au mortier de référence peut être liée à :

- la valeur du retrait relativement faible des mortiers adjuvantés (figure III.22),
- une différence de l'évolution de la rigidité des mortiers modifiés par rapport au mortier F2 comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent (figure IV.10),
- une résistance mécanique plus faible (figure IV.13) donc un seuil de plasticité plus faible pour les mortiers adjuvantés.

En comparant la cinétique de l'évolution de la contrainte interne, on remarque que les contraintes des mortiers adjuvantés commencent à évoluer bien après (surtout pour le mortier modifié du latex EVA) celle du mortier de référence. Cette remarque montre l'importance de la cinétique d'évolution du module élastique dans le développement de la contrainte interne. La simulation numérique (figure IV.16b), qui tient compte du couplage chimio-hydro-mécanique, nous conforte dans cette remarque. En effet, nous avons vu dans les précédents paragraphes (figures IV.8-9) que les adjuvants retardaient l'évolution de la cohésion (par hydratation) des mortiers. Ce retard se retrouve au début d'évolution des contraintes des mortiers adjuvantés.

Sur l'aspect qualitatif, le mortier de référence et celui modifié d'Eclipse ont présenté des microfissurations visibles à la fin de l'essai du retrait empêché. Par contre aucune fissure visible n'est observée sur le mortier modifié d'EVA alors même que ce dernier a le même niveau de contrainte interne (figure IV.16) et pratiquement la même résistance en flexion (figure IV.13) que le mortier modifié d'Eclipse. Ce résultat amène à penser que la cinétique d'évolution de la contrainte interne pourra avoir un rôle non négligeable dans la fissurabilité du mortier. Une autre tentative d'explication serait le gain en résistance (figure IV.15) apporté

par la formation du film de polymère à la surface du mortier modifié du latex EVA qui éviterait ainsi les fissures visibles à la surface du mortier. En effet, dans la figure IV.15 (48h) nous avons montré que les conditions de "cure" jouaient un rôle non négligeable sur le développement de la résistance en flexion du mortier modifié d'EVA.

L'influence des ajouts de fibres (fibres de verre et fibres de polypropylène) sur l'évolution de la contrainte interne est illustrée dans la figure IV.17. On retrouve tout comme dans le cas des adjuvants, la même similarité comportementale entre les contraintes simulées et les mesures expérimentales. Sur la figure IV.17a, on remarque que le mortier renforcé de fibres de verre présente la même cinétique d'évolution et le même niveau de contrainte interne que le mortier non renforcé. La seule différence entre les deux matériaux est que le mortier renforcé de fibres de verre ne présente aucune fissure visible. Avant de donner une tentative d'explication du taux de contrainte interne des deux mortiers, rappelons que le mortier de référence présentait un retrait libre plus important que le mortier renforcé de fibres de verre (figure III.21) et qu'il était envisageable que les fissures participaient avec le fluage, au relâchement de la contrainte interne dans le mortier (paragraphe IV.1.4.2). Ainsi, nous émettons l'hypothèse selon laquelle les fibres de verre réduisent le fluage dans le matériau au cours de l'empêchement du retrait. Des essais de fluage sur le mortier renforcé de fibres de verre devraient être menés pour attester cette hypothèse. Cependant, Beaudoin [26] a montré dans la littérature que les fibres réduisaient le fluage en traction d'environ 40 à 50%.

La différence observée sur la fissurabilité des deux mortiers est certainement liée au rôle des fibres de verre incorporées dans l'anneau de mortier. Les fibres de verres peuvent :

- reprendre les efforts de traction développés au sein du matériau du fait de leurs bonnes caractéristiques mécaniques (un grand module élastique) [24] [124],
- jouer le rôle de couture des microfissures. Ce qui limiterait la fissuration macroscopique visuelle.

Ces rôles des fibres incorporées au mortier sont, en outre, tributaires de la qualité de l'interface entre les fibres et la matrice cimentaire. Ainsi, nous avons analysé cette interface au moyen de la microscopie électronique à balayage (MEB). L'analyse microscopique est réalisée sur les facettes de rupture du mortier renforcé de fibres de verre à la fin de l'essai du retrait empêché (après 24 heures de maturation). On observe la présence des hydrates sur la fibre et une bonne interface entre la fibre et la matrice cimentaire (figure IV.18). Cette bonne qualité de l'interface entre la fibre et la matrice contribue à améliorer le rôle des fibres incorporées au mortier.



#### a) expérience

b) simulation

FIG. IV.17 : Influence des fibres sur l'évolution de la contrainte interne.



FIG. IV.18 : Photo de l'interface entre fibre et matrice cimentaire.

Contrairement au mortier contenant les fibres de verre, le mortier renforcé de fibre de polypropylène présente un état de contrainte interne légèrement plus faible (figure IV.17a) et une fissuration à la fin de l'essai. Cependant la contrainte simulée pour ce mortier a le même niveau de contrainte que le mortier contenant des fibres de verre (figure IV.17b). Il est donc loisible de penser que les fibres de polypropylène, qui ont des caractéristiques mécaniques plus faibles que les fibres de verre, réduisent moins le fluage (phénomène non pris en compte dans le modèle) dans l'anneau de mortier. Ainsi, la conjugaison de la fissuration et de la faible réduction de fluage conduit à diminuer l'état de contrainte dans le mortier renforcé de fibres de polypropylène, comparativement au mortier contenant de fibres de verre.



FIG. IV.19 : Influence des ajouts sur la fissuration due au retrait empêché.

On résume sur la figure IV.19, l'analyse qualitative des ajouts étudiés dans ce paragraphe sur la fissuration due au retrait empêché. On rappelle que l'aire fissurée est le produit de la largeur moyenne par la longueur de la fissure. On pourra dire que :

- l'ajout de l'adjuvant Eclipse au mortier à un taux de 2% par rapport à la masse d'eau du gâchage, réduit d'environ 40% l'aire fissurée,
- la modification du mortier par la poudre de polymère (EVA) évite la fissuration visible au très jeune âge,
- les fibres de polypropylène, à un taux de 0,1% par rapport au volume du mortier, réduisent d'environ 70% l'aire fissurée contre 75-80% au cours du retrait libre (figure III.34) en présence du vent,
- le mortier renforcé de fibre de verre, à un taux de 0,035% par rapport au volume du mortier, ne présente aucune fissure visible. Rappelons que dans le cas du retrait libre, les fibres de verre à un taux de 0,035% avaient réduit d'environ 75-80% l'aire de fissuration du mortier (figure III.34). Les fibres de verre semblent être plus intéressantes à utiliser dans la limitation des fissures précoces que les fibres de polypropylène. Ceci est certainement dû à leurs meilleures caractéristiques mécaniques et notamment le module élastique.

# **IV.3** Conclusions

Dans cette partie du mémoire, nous avons proposé un modèle qui rend compte du couplage chimio-hydro-mécanique du comportement du mortier durant le retrait plastique. Ce modèle est implanté dans le code de calcul éléments finis "ZeBuLoN". La confrontation des résultats de la simulation numérique et des mesures expérimentales a permis de montrer la nécessité de la prise en compte du phénomène de fluage dans la prédiction quantitative de la fissurabilité du mortier pendant la prise.

L'étude de l'effet des adjuvants utilisés dans cette thèse sur les caractéristiques physicomécaniques du matériau cimentaire au très jeune âge, a montré que le latex EVA et l'Eclipse :

- diminuent l'avancement de l'hydratation du mortier frais,
- réduisent l'évolution du module élastique et la résistance en flexion du mortier frais.

Les essais expérimentaux du retrait empêché ont permis d'obtenir des informations :

- quantitatives sur l'évolution de la contrainte interne de traction dans l'anneau de mortier pour les différentes formulations de mortier étudiée,
- qualitatives concernant la fissurabilité du mortier au cours de l'empêchement du retrait plastique. Ainsi, nous avons montré que l'ajout de 1 kg/m³ de fibres de verre a permis d'éviter les fissures visibles sur l'anneau de mortier alors que les fibres de polypropylène réduisaient d'environ 70% la fissuration visible du mortier. L'ajout de l'adjuvant Eclipse à un taux de 2% par rapport à la masse d'eau réduit encore l'aire de fissuration du mortier. L'utilisation de l'EVA permet d'éviter les fissures visibles et ce à travers la formation du film de polymère à la surface du mortier.

L'analyse des différents résultats expérimentaux couplés à la simulation numérique montre que la cinétique et le niveau de la contrainte interne de traction développée dans l'anneau de mortier au cours du retrait plastique sont fonction de :

- la cinétique du retrait,
- la cinétique de l'hydratation,
- l'évolution du module élastique,
- la résistance mécanique du matériau cimentaire.

Elle a permis également de faire une hypothèse sur l'influence des fibres sur le fluage du matériau cimentaire au cours du retrait empêché. Des essais supplémentaires restent à faire pour valider cette hypothèse et vérifier également l'importance des caractéristiques des fibres dans leurs influences sur le phénomène de fluage.

# **Conclusions et perspectives**

Ce travail vise à apporter une meilleure compréhension du comportement des produits minces en mortier au très jeune âge à travers l'étude du retrait plastique et de la fissuration induite. Pour ce faire, l'influence des ajouts des fibres et des adjuvants sur le retrait plastique d'une part et l'élaboration d'un modèle de comportement intégrant toutes des transformations subies par le matériau au très jeune âge d'autre part ont été investiguées.

Une synthèse bibliographique a été réalisée sur le comportement du matériau au jeune âge. Cela a permis de présenter l'état de l'art sur les différentes transformations parfois couplées pendant les premières heures et sur l'influence des fibres et des adjuvants sur la fissurabilité du matériau cimentaire durant cette période. Il ressort que les matériaux cimentaires présentant de large surface libre et/ou un encadrement sont très sensibles à la fissuration prématurée (avant ou pendant la prise). La fissurabilité est étudiée sous deux approches distinctes :

- approche découplée où la fissurabilité du matériau est étudiée à travers le niveau du retrait libre à l'échelle de l'éprouvette,
- approche couplée où la fissurabilité est abordée à travers des dispositifs d'empêchement du retrait. Dans ce cas, le matériau fissure par excès de traction.

L'ensemble des informations issues de la synthèse bibliographique nous a permis de nous positionner vis-à-vis du problème qui nous a été posé et de mettre en place des moyens expérimentaux et numériques afin d'atteindre les objectifs de la thèse.

Outre l'essai de la calorimétrie semi-adiabatique (essai normalisé) qui permet d'estimer le degré d'hydratation du mortier dans les premières heures de sa fabrication, divers dispositifs expérimentaux ont été mis en place pour l'étude du mortier au très jeune âge. Il s'agit :

pour le retrait libre, d'une technique de mesure sans contact basée sur une instrumentation optique. Outre la mesure du retrait libre à l'échelle de l'éprouvette, cette technique de mesure permet également d'estimer les gradients de retraits locaux à la surface de l'éprouvette au cours du séchage. Le suivi de l'évaporation a été réalisé sur la même éprouvette sur laquelle le retrait est mesuré. En parallèle, la mesure du temps de début de prise Vicat a été également effectuée ;

• pour le retrait empêché, d'un dispositif original relativement simple permettant d'accéder directement à l'état de contrainte de traction dans le matériau. Ce dispositif a été calibré.

En dehors de ces dispositifs expérimentaux mis en place, la technique d'essai vibratoire a été utilisée pour suivre l'évolution des propriétés élastiques du mortier pendant la prise. L'essai de flexion 4 points a été également réalisé sur les mortiers étudiés. L'ensemble des dispositifs expérimentaux a permis d'étudier le retrait plastique et les phénomènes corollaires.

Dans l'étude du retrait libre, nous avons montré que la partie due au retrait endogène est négligeable vis-à-vis du retrait total (retrait du séchage) pour les mortiers traités dans cette thèse. Ensuite nous avons mis en évidence des paramètres influençant la cinétique et l'amplitude du retrait libre. Ces paramètres sont essentiellement intrinsèques au matériau cimentaire et sont parfois couplés dans leurs influences sur le retrait. Il s'agit de la rhéologie du mortier, de son angle de frottement interne, de la tension superficielle de l'eau des pores, la taille des pores, de la dépression capillaire, de la cohésion ou la compressibilité du matériau ainsi que de la prise (qui joue un rôle de catalyseur).

En influençant ces paramètres, les additifs introduits dans le mortier modifient le retrait plastique. Ainsi pour les différents ajouts utilisés dans cette thèse, nous avons remarqué que :

- l'adjuvant Eclipse contribue à la diminution la pression capillaire développée dans le mortier au cours du séchage. Ce qui entraine une diminution de la cinétique et de l'amplitude du retrait libre,
- le latex EVA modifie la rhéologie du mortier frais en le rendant fluide, augmente la taille des pores du mortier frais et son angle de frottement inter-granulaire, diminue sa compressibilité. La conjugaison de tous ces phénomènes entraine une augmentation de la cinétique et de l'amplitude du retrait libre,
- les fibres de verre et de polypropylène influent sur le frottement inter-granulaire, améliorent la cohésion du mortier frais. Elles réduisent ainsi la cinétique et l'amplitude du retrait plastique. Aux même taux d'incorporation (kg/m³ de mortier), les fibres de verre semblent être plus efficaces dans la réduction du retrait plastique que les fibres de polypropylène du fait de leurs meilleures caractéristiques mécaniques (le module élastique notamment).

Il est à noter toutefois que l'effet des ajouts sur les paramètres influents du retrait plastique est dépendant, entre autre, du taux d'évaporation qui gouverne le retrait plastique. Ainsi, nous avons remarqué que la réduction du retrait par les ajouts (les fibres notamment) diminue lorsque la vitesse de séchage augmente. Ce qui est sans doute inhérent à la minimisation de l'effet positif de la prise à travers l'amélioration de l'interface fibre/matrice.

Le séchage plus sévère (séchage avec vent) engendre la fissuration du mortier au très jeune âge. Les résultats obtenus dans ce cas ont montré qu'il est difficile d'établir un lien direct entre la valeur du retrait plastique (retrait libre à l'échelle de l'éprouvette) et la fissuration même si c'est l'approche la plus couramment rencontrée dans la littérature. Ainsi, nous avons mis en évidence l'existence de forts gradients de retraits locaux à la surface du mortier pendant le séchage avec vent. La fissuration du mortier dans ces conditions de séchage peut être liée à ces forts gradients de retraits locaux à la surface du matériau. Nous avons regardé aussi l'effet des ajouts sur cette fissuration précoce des mortiers étudiés. Il en ressort que l'ajout de l'adjuvant anti-retrait Eclipse (2% par rapport au poids de l'eau de gâchage), ou du latex EVA (2% par rapport au poids du ciment), ou des fibres de verre et de polypropylène (1 kg/m³ de mortier) a permis de réduire de moitié l'ouverture des fissures. Cependant, contrairement aux fibres, le latex EVA et l'Eclipse ne réduisent pas seulement l'ouverture des fissures, ils affectent négativement l'évolution de la microstructure du mortier et réduisent également ses propriétés mécaniques au jeune âge. Nous avons également observé que ces ajouts (fibres de verre et l'adjuvant EVA notamment) réduisent l'hétérogénéité du retrait plastique à la surface du mortier. Cependant, des études micromécaniques doivent être menées pour mieux comprendre le mécanisme de réduction de ces gradients de retraits locaux à la surface du mortier par les ajouts utilisés dans cette thèse.

Outre ces études expérimentales, nous avons proposé un modèle numérique du comportement du mortier pendant la période de prise. Ce modèle qualifié de "déterministe", est implanté dans un code de calcul aux éléments finis "ZeBuLoN". Il tient compte du couplage chimiohydro-mécanique et structurel intégrant ainsi la transformation du squelette granulaire par hydratation (apparition d'une cohésion et d'une rigidité). Dans ce modèle déterministe, la fissurabilité du matériau est traité avec la théorie de plasticité à seuil évolutif. La confrontation des résultats de la simulation numérique du retrait empêché et les mesures expérimentales a montré que le développement de la contrainte interne responsable de la fissuration du matériau au cours de l'empêchement du retrait dépend :

- de la cinétique du retrait,
- de la cinétique d'évolution de la rigidité (module élastique) du matériau intégrant l'avancement de l'hydratation,
- de la résistance en traction "actuelle" du matériau.

Cette confrontation a fourni également des résultats cohérents tant d'un point de vue événementiel qu'au niveau de l'ordre de grandeur des contraintes de traction induites dans le matériau. La surestimation des contraintes simulées par rapport aux contraintes mesurées est sans doute inhérente à un phénomène de relâchement de contraintes par fluage ignoré par le modèle. Il ressort de l'ensemble de cette étude que la maîtrise du comportement au très jeune âge du mortier nécessite la connaissance des diverses transformations du matériau pendant cette période et l'établissement d'un couplage entre ces différentes transformations. Ainsi
l'étude du comportement du mortier au très jeune âge doit se poursuivre sur le plan expérimental et sur la modélisation.

Sur le plan expérimental,

- la mise en place d'un dispositif expérimental instrumenté 3D est nécessaire pour rendre compte du gradient de retrait entre le cœur et la surface du mortier soumis au séchage et ce même pour les faibles épaisseurs étudiées pour ce travail. Dans ce cas l'association ou la combinaison du dispositif expérimental de mesure du retrait linéique mis en place par Turcry [142] durant sa thèse et le nôtre, pourrait être très intéressante. D'autres mesures secondaires (pression capillaire, compressibilité granulaire, angle de frottement inter-granulaire) devront être également effectuées sur le mortier lors du séchage,
- l'amélioration du dispositif expérimental du retrait empêché est envisageable. Dans ce sens, il est nécessaire d'intégrer un système de mesure d'activité acoustique qui fournira en continu des informations sur l'état d'endommagement (microfissuration) dans le matériau durant l'empêchement du retrait plastique,
- outre la nécessité de la mise en place d'un dispositif de mesure de la résistance en traction du mortier pendant la prise (à l'aide de l'essai sur anneau par exemple), il est envisageable de déterminer le seuil de cisaillement du mortier avant le début de prise. Ce dernier permettra de repousser ou de supprimer l'une des limites du modèle proposé.

Sur le plan de la modélisation, le travail doit se poursuivre pour aller vers une prédiction quantitative des contraintes générées dans la structure cimentaire et de la fissuration induite par ces contraintes. Des efforts doivent également être faits pour ne plus limiter le modèle de comportement à la période de prise. Pour y parvenir,

- le phénomène de fluage doit être pris en compte dans le modèle,
- la modélisation du retrait plastique en fonction de la pression capillaire, de la compressibilité, de l'évolution de l'angle de frottement par hydratation du matériau et également de l'évaporation doit être envisagée. Cette modélisation du retrait plastique devra éviter d'introduire dans la loi de comportement un modèle phénoménologique du retrait plastique,
- la fissurabilité du mortier devrait être prise en compte dans le modèle non pas seulement par la résistance en traction du matériau mais aussi par le seuil de cisaillement. Le seuil de cisaillement permettra donc d'étudier la fissuration au cours de la période dormante.

Ce dernier point nécessite la mise en place d'un dispositif expérimental (rhéologique) permettant de déterminer le seuil de cisaillement et le module visqueux du mortier qui peut être considéré comme « pâteux » durant cette période.

### **Bibliographie**

[1] **ABU-HEJLEH A. N., ZNIDARCIC D.** (1995) « Desiccation theory for soft cohesive soils » *Journal of Geotechnical Engineering*, ASCE, 121(6), pp. 493-502.

[2] ACCION F., GORBANTES J., BLANCO M.T. (1990) « Cement reinforced by acrylic fibres, Interfared studies, I/Hydratation and hydrolysis process in fibres » *Cement and Concrete Research*, 20(5), pp. 702-710.

[3] **ACKER P.** (1988) « Comportement mécanique du béton : apport de l'approche physicochimique » *Rapport de recherche LPC N*° *152*. Laboratoire Centrale des ponts et Chaussées.

[4] **ACKER P.** (1992) « Retrait et fissuration du béton » *Association française pour la construction*, pp. 10-40.

[5] ACKER P., MICHAUD - POUPARDIN V. (2002) « Limiter la fissuration : Conditions indispensables à la durabilité des structures en béton » *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, France*.

[6] ACKER P., TORRENTI J-M., ULM F-J. (2004) « Comportement du béton au jeune âge » *Hermès Science*.

[7] **AFRIDI M. U. K., OHAMA Y., DEMURA K., IQBAL M. Z.** (2003) « Development of polymer films by the coalescence of polymer particles in powdered and aqueous polymermodified mortars » *Cement and Concrete Research*, 33, pp. 1715-1721.

[8] **AGGOUN S.** (1992) « Etude du comportement du béton non armé vis à vis de la fissuration » *Thèse de doctorat*, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, France.

[9] AITCIN P. C., NEVILLE A., ACKER P. (1998) « Les différents types de retrait du béton » *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 215, pp. 41-51.

[10] **Al-AMOUDI O. S. B., MASLEHUDDIN M., ABIOLA T. O.** (2004) « Effect of type and dosage of silica fume on plastic shrinkage in concrete exposed to hot weather » *Construction and Building materials*, Article in press, *ELSEVIER*.

[11] **AI-FADHALA M., HOVER K. C.** (2001) « Rapid evaporation from freshly cast concrete and the Gulf environment » *Construction and Building Materials*, 15, pp. 1-7.

[12] ALMUSALLAM A.A., MASLEHUDDIN M., ABDUL-WARIS M. KHAN M.M. (1998) « Effect of mix proportions on plastic shrinkage cracking of concrete in hot environments » *Construction and Building Materials*, 12, pp. 353 – 358.

[13] AL-TAYYIB A. J., AL-ZAHRANE M. M., RASHEEDUZZAFAR, AL-SULAIMANI G. J. (1988) « Effect of polypropylene fiber reinforcement on the properties of fresh and hardened concrete in Arabian Gulf environment » *Cement and Concrete Research*, 18, pp. 561-570.

[14] **AMBROISE J., MURAT M., PERA J.** (1985) « Durabilité des fibres de verre dans les différents milieux cimentaires en cours de consolidation, Etude d'une fibre de verre E » *Verre et Réfractaire*, 39(6), pp. 905-910.

[15] **AMMOUCHE A.** (1999) « Caractérisation automatique de la microfissuration des bétons par traitement d'images. Application à l'étude des différents faciès de dégradation » *Thèse de doctorat*, Université de Bordeaux 1 – Université de Laval.

[16] **ANDREEVA E., SANZHAASUREN R.** (1977) « Investigation of the processes of chemical interaction on aqueous suspension of tetracalcium aluminoferrite in the presence of gypsum dihydrate » *Colloïd J. USSR*, 39, pp. 197-202.

[17] **AUBLIVE–CONIL N.** (2003) « Modélisation du comportement des argiles raides destinées au stockage des déchets radioactifs » *XXI* ^{IEME} *Rencontres Universitaires de Génie Civil* prix RENE HOUPERT.

[18] **AXIM** (2002) « Le dosage des fibres polypropylène pour le béton de dallage » *Calcia*, *fiche technique* N° 23.

[19] **BARCELOT L., BOIVIN S., ACKER P., RIGAUD S. J., CLAVAUD B.** (1999) « Linear vs. volumetric autogenous shrinkage measurement: material behaviour or experimental artefact? » *In proceedings of Self-dessiccation and its importance in concrete technology*, Lund.

[20] **BAROGHEL – BOUNY V., MAINGUY M., LASSABATERE T., COUSSY O.** (1999) « Characterization and identification of equilibrium and moisture properties for ordinary and high – performance cementitious materials » *Cement and Concrete Research*, 29, pp. 1225-1238.

[21] **BARON J.** (1982) « Les fissurations spontanées et accidentelles du béton non armé, béton hydraulique » *Paris*, *Presses de l'ENPC*, pp. 503-512.

[22] **BARRET P.** (1980) « Mécanismes d'hydratation des silicates de calcium constituants des ciments vus à travers les concepts de la réactivité des solides » *In Proceeding of VIIth symp. Chemistry of Cement*, pp. 86 – 92, Paris I.

[23] **BARY B**. (2002) « Coupled hydro – mechanical and damage model for concrete as an unsaturated porous medium » *ASCE Engineering Mechanics Conference*, Columbia University, New York.

[24] **BAYASI Z., MCLNTYRE M.** (2002) « Application of fibrillated polypropylene fibers for restraint of plastic shrinkage cracking in silica fume concrete » *ACI Materials Journal*, 99 (4), pp. 337 – 344.

[25] **BAZANT Z.P.** (2001) « Prediction of concrete creep and shrinkage: past, present and future » *Nuclear Engineering and Design*, 203, pp. 27-38.

[26] **BEAUDOIN J. J.** (1982) « Béton renforcé de fibres » *Digeste de la construction au Canada*, CBD-223-F, Juillet 1982.

[27] **BEAUDOIN J. J.** (1990) « Handbook of fiber reinforced concrete; principles, properties, developments and applications » *Noyes publication*, USA.

[28] **BENBOUDJEMA F.** (2002) « Modélisation des déformations différées du béton sous sollicitations biaxiales. Application aux enceintes de confinement de bâtiments des réacteurs nucléaires » *Thèse de doctorat*, Université de Marne La Vallée.

[29] **BENTUR A., MINDESS S.** (1990) « Fibre reinforced cementitious composites » *Elsevier science publisher ltd., England.* 

[30] **BESSON J., CAILLETAUD G., CHABOCHE J-L., FOREST S.** (2001) « Mécanique non linéaire des matériaux » *Paris Hermès*, Science Publications.

[31] **BISSONNETE B., PIGEON M.** (1995) « Tensile creep at early ages of ordinary, Silica Fume and Fiber reinforced concretes » *Cement and Concretes Research*, 25(5), pp. 1075-1085.

[32] **BLAGA A., BEAUDOIN J. J.** (1986) « Le béton modifié aux résines » *Digest de la construction au canada*, CBD-241-F.

[33] **BLOOM R., BENTUR A.** (1995) « Free and Restrained Shrinkage of Normal and High-Strength Concretes » *ACI Materials Journal*, 92, pp. 211-217.

[34] **BOGUE R. H**. (1952) « La chimie du ciment Portland » *Edition Eyrolles*, pp. 586.

[35] **BOIVIN S.** (1999) « Retrait au jeune âge du béton : développement d'une méthode expérimentale et contribution à l'analyse physique du retrait endogène » *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale des ponts et chaussées.

[36] **BOUMIZ A.** (1995) « Etude comparée des évolutions mécaniques et chimiques des pâtes de ciment et mortier à très jeune âge » *Thèse de doctorat*, Université Paris VII.

[37] **BOURNAZEL J.P.** (1992) « Contribution à l'étude du caractère thermomécanique de la maturation du béton » *Thèse de doctorat*, Université de Paris VI.

[38] **BRANCH J., RAWLINGS A., HANNANT D. J., MULHERON M.** (2002) « The effects of fibres on plastic shrinkage cracking of high strength concrete » *Materials and Structures*, 35, pp. 189-194.

[39] **BRETELLE A.S., IENNY P., MESSAN A., NECTOUX D.** (2004) « Testing and modeling of mortar early-age behaviour for durability prediction » *Proceedings of sixth International RILEM*, workshop Fiber-Reinforce Concrete, 1, pp. 731-742.

[40] **BYFORS J.** (1980) « Plain concrete at early ages » *CBI Research Report*, N°3:80, Swedish Cement and Concrete Research Institute, Stockholm.

[41] **CHANVILLARD G.** (1999) « Connaissances générale sur le matériau béton » Les cours *de l'ENTPE*, Aléas.

[42] **CHATTERJIS, JEFFRERY J. W.** (1963) « A new hypothesis of sulphate expansion », *Magazine of Concrete Research*, 15, (44), pp. 84-86.

[43] CHEETHAM C. J., MAGUIRE P. (1979) « Coating of Glass fibres » U.S. Patent 4, pp. 173-486.

[44] **CHEIKH LARBI A.** (1985) « Etude de l'interface fibre – matrice dans les composites à matrice cimenteuse, caractéristiques mécaniques et liaison à l'interface » *Thèse de doctorat*, Université de Technologie de Compeigne.

[45] **CimBéton** (2003) « Le ciment et ses applications » *fiches techniques*, G 10. Ampricipe Paris.

[46] **COPELAND L. E., KANTRO D. L., VERBECK G.** (1960) « Chemistry of hydration of Portland Cement » 4th International Symposium on the chemistry of Cement, Washington.

[47] **COUSSY O., LASSABATERE T.** (1994) « Comportement mécanique des milieux poreux partiellement saturés » *Ecole de mécanique des milieux poreux*. Aussois France

[48] **COUSSY O.** (1996) « Modélisation du béton au jeune âge » *CESAR-LCPC 3.2* Manuel d'exemple.

[49] COUSSY O., FLEURAU J. M. (2002) « Mécanique des sols non saturés » Hermès.

[50] **COUSSY O.** (2003) « Poromécanique des matériaux cimentaires » *Ecole thématique* "Matériaux cimentaires" France.

[51] **DAMIDOT D., NONAT A.** (1992) « Investigations of the C₃S hydration and setting of cements » *Rilem*, pp. 23-34.

[52] **DETRICHE C. C.** (1990) « La maîtrise de la fissuration précoce : Condition de la durabilité des ouvrages » *Chapitre IV de la durabilité des bétons*. Presse de l'ENPC.

[53] **DIAMOND S.** (1976) « Cement paste microstructure: An overview at several levels » Proc. of the Conference of Sheffield on Hydraulic Cement Pastes, *Cement and Concrete Association*, 8-9 April 1976.

[54] **DIAS W. P. S.** (2003) « Influence of mix and environment on plastic shrinkage cracking » *Magazine of Concrete Research*, 55(4), pp. 385-394.

[55] **EDGITON I., HANNANT D. J., WILLIAMS R. I. T.** (1974) « Stell fibre reinforced concrete » *Building Research Establish*, G. B, p.17, Current Paper, CP 69/74.

[56] **FERET R.** (1892) « Compacité des mortiers hydrauliques » Annales des Ponts et Chaussées, pp. 5-161.

[57] **FISHER L. R.** (1982) « Forces due to capillary – condensed liquid: limits of calculations from thermodynamics » *Advanced in colloid and interface science*, 16, pp. 17-125.

[58] **FUKUHARA M., GOTO S., ASAGE K., DAIMON M., KONDO R.** (1977) « Mechanism and kinetics of C₄AF hydration » *Cement and Concrete Research*, 11, pp. 407-414.

[59] **GARCIA B. S.** (1999) « Retrait au jeune âge du béton: Développement d'une méthode expérimentale et contribution d'une analyse physique du retrait endogène », *Thèse de doctorat*, ENCPC

[60] **GITON M.** (2004) « Contribution de l'analyse locale de déformation à l'étude de la déchirure d'un élastomère silicone » *Thèse de doctorat*, Université de Montpellier 2, France.

[61] **GRANJU J. L.** (1987) « Modélisation des pâtes de ciment durcies : caractérisation de l'état d'hydratation, loi d'évolution de la résistance en compression et du module de déformation longitudinale » *Thèse de doctorat*, Université Paul Sabatier de Toulouse, France.

[62] **GRIMER F.J.**, **ALI M.A.** (1969) « The strength of concrete reinforce with glass fibres » *Magazine of Concrete Research*, 21, pp. 23-30.

[63] **GRZYBOWSKI M., SHAH S.P.** (1989) « Model to predict cracking in fibre reinforced concrete due to restrained shrinkage » *Magazine of Concrete Research*, 41(148), pp. 125-135.

[64] **GRZYBOWSKI M., SHAH S.P.** (1990) « Shrinkage cracking of fiber reinforced concrete » *ACI Materials Journal*, 87(2), pp. 138-148.

[65] **HAMMER T. A.** (1998) «Cracking in high performance concrete setting» *In Proceedings of the International Symposium on high performance and reactive powder concrete*, 14-16 August 1998, Sherbrook, Canada.

[66] **HAMMER T. A.** (2001) « On strain capacity and cracking mechanisms of high strength concrete at very early age » In *Creep, Shrinkage and Durability Mechanics of Concrete and other Quasi-Brittle materials.* Elsevier Sciences Ltd.

[67] **HANNANT D. J.** (1978) « Fibre cement and fibre concrete » *UK: John Wiley & Sons*, pp. 238.

[68] **HANNANT D. J., BRANCH J., MULHERON M.** (1999) « Equipment for tensile testing of fresh concrete » *Magazine of Concrete Research*, 51(4), pp. 263-267.

[69] **HELMUTH R.** (1966) « Elastic moduli of hardened Portland Cement and Tricalcium Silicates: effect of porosity » *Symposium on Structure of Portland Cement Paste and Concrete*, Report 90, Washington.

[70] **HICHER P., SHAO J.F.** (2002) « Lois incrémentales viscoplasticité – endommagement. » *Modèles de comportement des sols et des roches2, Hermès Science.* 

[71] **HOLT E., LEIVO M.** (2004) « Cracking risks associated with early age shrinkage » *Cement and Concrete Composites*, 26, pp. 521-530.

[72] **HOSSAIN A. B., WEISS J.** (2004) « Assessing residual stress development and stress relaxation in restrained concrete ring specimens » *Cement and Concrete Composites*, 26, pp. 513-540.

[73] **HOSSAIN A. B., WEISS J.** (2006) « The role of specimen geometry and boundary conditions on stress development and cracking in restrained ring test » *Cement and Concrete Research*, 36, pp. 189-199.

[74] **HOUGET V., AMBROISE J., PERA J.** (1995) « Propriétés mécaniques des composites ciment fibres organiques », *Materials and Structures*, 28(178), pp. 220-229.

[75] HUA C., ACKER P., EHRLACHER A. (1996) « Retrait d'autodessiccation du ciment, analyse et modélisation macroscopique » *Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, N° 196, pp. 79-89.

[76] **HUA C., ACKER P., EHRLACHER A.** (1997) « Analyses and models of the autogenous shrinkage of hardening cement paste » *Cement and Concrete Research*, 25(2), pp. 245-258.

[77] **IENNY P., BRETELLE A.S., MESSAN A., NECTOUX D.** (2004) « Définition et calibration d'une procédure de mesure de champ de déformation sur essais de structures: application à la maturation des mortiers au jeune âge » *Colloque photomécanique*, Etude du comportement des matériaux et des structures, GAMAC – Ecole des Mines d'Albi, pp. 267-272.

[78] **IGARASHI S., BENTUR A., KOVLER K.** (2000) « Autogenous shrinkage and induced in restraining stresses in high-strength concretes » *Cement and Concrete Research*, 30, pp. 1701-1707.

[79] **JEJCIC D., ZANGELINI F.** (1977) « Mortier et ciments armés de fibres, une étude bibliographique » *Annales et l'Institut Technique du Bâtiment et des Travaux Publics*, 347, p.72.

[80] **JELEDI A.** (1991) « Conception d'un matériau composite à matrice cimentaire renforcée par des fibres de polyester » *Thèse de doctorat*, Institut National des Science Appliquées de Lyon, Université de Lyon 1.

[81] **JOSSERAND L.** (2002) « Ressuage des bétons hydrauliques » *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France.

[82] **KONRAD J.-M., AYAD R**. (1997) « An idealized framework fort he analysis of cohesive soils undergoing desiccation » *Canadian Geotechnical Journal*, 34, pp. 477-488.

[83] **KUHLMANN L. A**. (1990) « Styrene-butadiene latex-modified concrete: the ideal concrete repair material » *Concrete International*, 12(10), pp. 59-65.

[84] **LAMOUR V., HAOUAS A., MORANVILLE M., LEBOURGEOIS L.** (2003) « A new technique for characterization of early age cracking of mortars » *CEReM Journal*, janvier, pp. 35-38.

[85] **LARABA-ABBES F., IENNY P., PIQUES R.** (2003) «A new tailor-mode methodology for the mechanical behaviour analysis of rubber-like materials: I. Kinematics measurements using a digital speckle extensometry » *Polymer*, 44, pp. 807-820.

[86] **LAWRENCE F. V., YONG J. V., BERGER R. L.** (1977) « Hydration and properties of calcium silicates pastes » *Cement and Concrete Research*, 7, pp. 369-378.

[87] **Le CHATELIER H**. (1900) « Sur le changement de volume qui accompagne le durcissement des ciments » *Bulletin de la société de l'encouragement pour l'industrie nationale*, 5^{iéme} série, tome 5, pp. 54-57.

[88] **LEA F. M.** (1998) « Chemistry of Cement and Concrete » *Fourth edition*, Edited by Peter C. HEWLETT pp.241-289.

[89] **LEMAITRE J., CHABOCHE J. L** (1988) « Mécanique des matériaux solides » *Edition Dunod.* 

[90] **LIVESEY P., DONNELLY A., TOMLINSON C.** (1991) « Measurement of the heat of hydration on cement » *Cement and Concrete Composites*, 13(3), pp. 177-185.

[91] **LÖCHER F.** (1976) « Béton » H.7, pp. 247-249.

[92] **LÖCHER F., RICHARTZ W., SPRUNG S.** (1977) « Studies on the behavior of  $C_3A$  in the early stages of cement hydration » *Seminar on the reaction of aluminates during the setting of cement*, Eindhoven the Netherlands. Ed. Cembureau.

[93] **LOUKILI A., CHOPIN D., KHELIDJ A., LE TOUZO J.Y.** (2000) « A new approach to determine autogenous shrinkage of mortar at early age considering temperature history » *Cement and Concrete Research*, 30, pp. 915-922.

[94] MANGAT P. S., AZARI M. M. (1988) « Shrinkage of steel fibre reinforced cement composites » *Mater Struct*, 21, pp. 163-171.

[95] **MAZARS J.** (1984) « Application de la mécanique de l'endommagement au comportement non linéaire et à la rupture du béton de structure. » *Thèse de doctorat*, Université de Paris VI.

[96] **MIGUEL A. S., AMPARO M.** (1997) « Polypropylene – Fibre – Reinforced mortar mixes: Optimization to control plastic shrinkage. » *Composites Sciences and Technology*, 57, pp. 655-660.

[97] **MITANI H.** (2003) « Variation volumiques aux très jeunes âges : Approche expérimentale des aspects physiques et microstructuraux. » *Thèse de doctorat*. ENPC.

[98] **MOUNANGA P.** (2003) « Comportement des matrices cimentaires au jeune âge : Relation entre évolution chimique et déformation chimique endogène » *XXI*^{IEME} *rencontre Universitaires de Génie Civil.* 

[99] **NEMOZ G.** (1991) « Les fibres et les nouvelles générations de fibres pour le renforcement des liants hydrauliques » *Les composites fibres-ciments*, Journée de l'Association Française de Recherche et d'Essai sur les Matériaux et les Constructions, p. 10.

[100] **NEVILLE A. M.** (1981) « Properties of concrete » Pitman ed.

[101] **NISHIOKA K., YAMAKAWA S., SHRIRAKAWA K.** (1986) « Properties and applications of carbon fibre reinforced » *Cements Composites, Rilem symposium*, Sheffied p. 10.

[102] **NONAT A.** (2003) « Hydratation et prise des liants hydrauliques. Définition et Concept » *Ecole thématique CNSR - ATILH "Matériaux Cimentaires"* 19 – 24 Octobre 2003.

[103] **OHAMA Y.** (1987) « Principe of latex modification and some typical properties of latex-modified mortars and concretes » *ACI Materials Journal*, nov.-dec., pp. 511-518.

[104] **OHAMA Y., DEMURA K., HAMATSU M., KAKEGAWA M.** (1991) « Properties of polymer modified mortars using styrene-butyl acrylate latex with various monomers ratios » *ACI Materials Journal*, 88(1), pp. 56-61.

[105] **OHAMA Y.** (1998) « Polymer-based Admixtures » *Cement and Concrete Composites*, 20, pp. 189-212.

[106] **OMAR M.** (2003) « Déformations différées du béton : Modélisation numérique et interaction avec la fissuration » *XXI*^{IEME} *rencontre Universitaires de Génie Civil.* 

[107] **PERA J., DEJEAN J, AMBROISE J.** (1990) « Amélioration de la durabilité des composites ciment-verre E par ajout de métakaolin », *Texile Composite in Building Construction*, Part 1. Edited by P. Hamelin et G. Verchery, Lyon: Pluralis, pp. 107-114.

[108] **PIGEON M., TOMA G., DELAGRAVE A., BISSONNETTE B., MARCHAND J., PRINCE J. C.** (1999) « Equipment for the Analysis of Behavior of Concrete Under Restrained Shrinkage at Early Ages » *Magazine of Concrete Research*, 52 (4), pp. 297-302. [109] **POURCHEZ J** (2006) « Aspects physico-chimiques de l'interaction des éthers de cellulose avec la matrice cimentaire » *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Supérieur des Mines de Saint Etienne.

[110] **POWERS T. C., BROWNARD T., L.** (1948) « Studies of physical properties of hardened cement paste » Proceedings, *Journal of the American Concrete Institute*, 43.

[111] **RADOCEA A.** (1994) « A model of plastic shrinkage » *Magazine of Concrete Research*, 46(167), pp. 125-132.

[112] **REGOURD M., GAUTIER E.** (1980) « Comportement des ciments soumis au durcissement accéléré » *Annales Institut Technique du bâtiment et des Travaux Public*, Journée de l'étude durcissement accéléré des bétons, pp. 83-96.

[113] **REGOURD M.** (1995) « Hydratation du ciment portland, le béton hydraulique » Paris, *Press de l'ENCPC*, Chapitre 11, pp. 191-211.

[114] **ROMAN L., HERBERT A. M.** (2003) « Chemoplastic material model for simulation of early-age cracking: From the constituve law to numerical analyses of massive concrete structure » *Cement and Concrete Composites*, Article in press.

[115] **ROSSI P., ACKER P., MALIER Y.** (1987) « Effect of steel fibres at two different stages: the material and the structure » *Materials and Structures*, 20, pp. 436-439.

[116] **ROULSTONE B. J., WILKINSON M. G., HEARN J., WILSON A. J.** (1991) « Studies on polymer latex films: I. A Study of Latex Film Morphology » polymer International, 24, pp. 87-94.

[117] **RYSHKEWITCH E.** (1953) *Journal of American Ceramic Society*, (36).

[118] **SALAH A. A., DAVID A. L.** (2001) « Early age stresses and creep. Shrinkage interaction of restrained concrete » *Technical report of research*, University of Illinois at Urbana–Champaign.

[119] **SALOMON M., MAJCHERCZYK C.** (1991) « Les mortiers à base de polymères sous forme d'émulsion » *Annale de l'Institut Technique du BTP, 492*, série: Matériaux 80, pp. 26-35.

[120] **SANJUAN M. A., MORAGUES A.** (1994) « Testing method for measuring plastic shrinkage in polypropylene fibre reinforced mortars » *Mater Lett*, 21, pp. 555-565.

[121] **SANJUAN A.M, MORAGUES A.** (1997) « Polypropylene – fiber – reinforced mortar mixes: Optimization to control plastic shrinkage » *Composites Sciences and Technology*, 57, pp. 655-660.

[122] **De SCHUTTER G., TAERWE L.** (2000) « Fictitious degree of hydration method for the basic creep of early age concrete » *Materials and Structures*, 33, pp. 370-380.

[123] **SCHWARTZENTRUBER A., PHILIPPE M., MARCHESE G.** (2004) « Effect of PVA, glass and metallic fibers, and of an expansive admixture on the cracking tendency of ultrahigh strength mortar » *Cement and Concrete Composites*, 26, pp. 573-580.

[124] **SHINK M.** (2003) « Compatibilité élastique, comportement mécanique et optimisation des bétons de granulats légers » *Thèse de doctorat*, Université Laval Québec.

[125] **SIERRA R.** (1974) « Contribution à l'étude de l'hydratation des silicates calciques hydrauliques » *Rapport de recherche* N°39.

[126] **SLOWIK V, SCHLATTNER E., KLINK T.** (2004) « Experimental investigation into early age shrinkage of cement paste by using fibre Bragg gratings » *Cement and Concrete Composite*, 26, pp. 473-479.

[127] **SPINNER A., TEFF W. E.** (1961) « A method for determining mechanical resonance frequencies and for calculating elastic moduli » *Proceedings ASTM*, pp. 1221-1239.

[128] **SPRINGENSCHMID R., BREITENBUCHER R., MANGOLD M.** (1994) « Thermal cracking in concrete at early ages » RILEM Proceedings 25, *Thermal Cracking in Concrete at Early Ages*, R. Springenschmid, E& FN Spon, pp. 137-144.

[129] **SULE M., VAN BREUGEL K.** (2004) « The effect of reinforcement on early-age cracking duet o autogenous shrinkage and thermal effects » *Cement and Concrete Composite*, 26, pp. 581-587.

[130] **SWAMY R. N., STAVRIDES H.** (1979) « Influence of fiber reinforcement on restrained shrinkage and cracking » *ACI Journal*, 76, pp. 443-459.

[131] **TAPLIN J. M.** (1959) « A method of following the hydration reaction in Portland Cement paste » *Australian Journal of Applied Science*, 10(3), pp. 329-345.

[132] TAYLOR H. F. W. (1990) « Cement Chemistry » Academic Press, pp. 475.

[133] **TAYLOR H. F. W.** (1997) « Cement chemistry » *New York*, Telford.

[134] **TAZAWA E., MIYAZAWA S.** (1996) « Influence of autogenous shrinkage in cracking in high strength concrete »  $IV^{th}$  international symposium on utilization high – strength / high performance concrete, Paris, pp. 321.

[135] **TOLEDO R. D. F., GHAVAMI K., SANJUAN M. A., ENGLAND G. L.** (2005) « Free, restrained and drying shrinkage of cement mortar composites reinforced with vegetable fibres » *Cement and Concrete Composites*, 27, pp. 537-546.

[136] **TONG Y., TU H., FEI L.** (1991) « Comparaison between the hydration processes of tricalcium silicate and beta-dicalcium silicate » *Cement and Concrete Research*, 21, pp. 509-514.

[137] **TORRENTI J. M.** (1996) « Comportement mécanique du béton » *Bilan de six années de recherche*, Série ouvrage d'art – OA23, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.

[138] **TURATSINZE A., BONNET S., GRANJU J. L.** (2005) « Potential of rubber aggregates to modify properties of cement based-mortars: Improvement in cracking shrinkage resistance » *Construction and Building Materials*, Article in press, *Elsevier*.

[139] **TURCKER III C. L., LIANG E.** (1999) « Stiffness predictions for unidirectionnal shot – fiber- composites: Review and Evaluation » *Composites Sciences and Technology*, 59 pp. 655-671.

[140] **TURCRY P., LOUKILI A.** (2002) « Autogenous and thermal deformations of low water/cement ratio in cement paste early age » *In Proceeding of the ASCE Engineering Mechanics Conference,* New-York, Etats-Unis. ASCE.

[141] **TURCRY P.** (2003) « Le retrait plastique des bétons autoplaçants : Etude paramétrique de l'influence de la formulation » *XXI*^{IEME} *rencontre Universitaires de Génie Civil.* 

[142] **TURCRY P** (2004) « Retrait et fissuration des bétons autoplaçants : Influence de la formulation » *Thèse de doctorat*, Ecole Centrale de Nantes et Université de Nantes.

[143] **UNO P.** (1998) « Plastic shrinkage cracking and evaporation formulas » *ACI Material Journal*, 95(4), pp. 365-367.

[144] **VALLEE F.** (1999) « Durabilité des composites polymères/ciment : Application au cas des enduits minces sur isolants » *Thèse de doctorat*, Institut National Polytechnique de Grenoble.

[145] **VAN BREUGEL K**. (1991) « Simulation of hydration and formation of structure in hardening cement based materials » *Delft*, the Netherlands.

[146] **WAINWRIGHT P. J., COOLE M. J., GRUBE H.** (1992) « Methods for determination of heat of hydration of concrete » *RILEM TC 119*, Draft.

[147] **WALLER V., d'ALOÏA L., CUSSIGH F., LECRUX S.** (2004) « Using the maturity method in concrete cracking control at early ages » *Cement and Concrete Composites*, 26, pp. 589-599.

[148] **WALTERS D. G.** (1988) « Latex hydraulic cement additives » *Transportation Research Record*, 1204, Washington, pp. 71-76.

[149] **WALTERS D. G**. (1990) « Comparison of latex-modified Portland cement mortars » *ACI Materials Journal*, 87(4), pp. 371-377.

[150] **WANG K., SURENDRA P. S., PHASKSUK P.** (2001) « Plastic shrinkage cracking in concrete materials – Influence of fly ask and fibers » *ACI Materials Journal*, 98, pp 458 – 464.

[151] **YUAN Y., WAN Z. L**. (2002) « Prediction of cracking within early age concrete due to thermal, drying and creep behavior » *Cement and Concrete Research*, 32, pp. 1053-1059.

[152] **ZHANG J, Li VC** (2001) « Influences of fibres on drying shrinkage of reinforced cementitious composites » *J Eng Mech*, 127(1), pp. 37-44.

# Table des figures

FIG. I.1: Schéma d'un modèle de l'hydratation initiale du $C_3S$ , $E/C = 0,50$ [112] 19
FIG. I.2: Influence de la cristallisation des sulfoaluminates sur la rhéologie de la pâte de
ciment [92], (f = faible, F = fort, M = bonne maniabilité, P = prise)21
FIG. I.3: Evolution au jeune âge des caractéristiques viscoélastique d'une pâte de ciment
[102]
FIG. I.4: Résistances en compression en fonction du degré d'hydratation (Wn/c $\approx 0.25\alpha$ )
[131]
FIG. I.5: Résistance en compression en fonction du degré d'hydratation [91]28
FIG. I.6: Evolution du module d'Young en fonction du degré d'hydratation des pâtes de C ₃ S
$(T = 20^{\circ}C)$ [36]
FIG. I.7: Evolution au jeune âge du module d'Young d'un béton ordinaire (BO : E/C=0,5) et
d'un béton à haute performance (BHP : E/C=0,3) [48]
FIG. I.8 : Comparaison du retrait plastique mesuré avec et sans séchage d'un mortier à faible
rapport E/C (0,34) [142]
FIG. I.9: Représentation schématique d'un ménisque au cours du séchage
FIG. I.10 : Banc de mesure du retrait endogène [97]
FIG. I.11 : Dispositif du retrait endogène [93]
FIG. I.12 : Schématisation de la mesure linéique du retrait plastique [142]
FIG I.13 : Schématisation de la fissuration à l'état frais, en termes de retrait et capacité de
déformation [24]
FIG I.14 : Détermination de la capacité de déformation du béton [102]
FIG. I.15 : Dispositif de mesure de la capacité de déformation d'une pâte de ciment [102] 39
FIG. I.16 : Dispositif de mesure de la capacité de déformation du béton frais [66] 40
FIG. I.17: Fissuration précoce d'une dalle de béton soumis au séchage au très jeune âge 40
FIG. I.18 : Schématisation du dispositif expérimental de la fissuration d'une plaque de mortier
[10]
FIG. I.19 : Dalle de retrait empêché [142]
FIG. I.20 : Anneau de fissuration aux jeunes âges
FIG. I.21 : Banc d'essai en déformation empêchée pour le béton [128]43
FIG. I.22: Effet des fibres incorporées dans un béton sur son affaissement [55]
FIG. I.23: Représentation schématique du processus de fissuration d'un bloc de béton soumis
à une traction directe [115]49

FIG. I.24 : Modèle simplifié du procédé de la formation du film polymère [103]	51
FIG. I.25 : Modèle simplifié de la formation de la comatrice [105]	52
FIG. I.26 : Schéma du mécanisme réactionnel entre un latex carboxyle et un ciment Port	land
[105]	53
FIG. I.27 : Effet de l'ajout de polymère sur la résistance en flexion du mortier [105]	55
FIG. II.1 : Schéma du dispositif de mesure du retrait plastique sur la dalle	66
(configuration de retrait libre)	66
FIG. II.2 : Sensibilité de la technique de mesure	68
FIG.II.3 : Répétabilité du calcul numérique	70
FIG.II.4 : Reproductibilité de la mesure du retrait plastique	70
FIG.II.5 : Anisotropie du retrait plastique	71
FIG.II.6 : Evolution de l'écart type du coefficient de variation de la déformation	72
FIG.II.7 : Variation spatiale de la déformation du mortier (après 10h de séchage)	72
FIG.II.8 : Dispositif de mesure du retrait libre : a) cas exogène, b) cas endogène	73
FIG.II.9 : Dispositif du retrait avec vent.	74
FIG.II.10 : Mesure de la perte de masse.	74
Figure II.11 : Photo de la machine de la Prise Vicat	74
Figure II.12 : Evolution de la température de la dalle de mortier durant le retrait plastique.	74
Figure II.13 : Schéma du dispositif du retrait empêché "de type passif" [142]	75
Figure II.14 : Schéma du dispositif du retrait empêché "de type actif"	76
FIG II.15 : Présentation du moule de l'essai du retrait empêché.	78
FIG. II.16 : Photo du dispositif de l'essai du retrait empêché	78
FIG. II.17 : Calibration de l'essai sur anneau, a) profil de déplacement, b) courbe contra	ainte
orthoradiale/déformation lors d'un essai statique.	80
FIG. II.18 : Reproductibilité de la contrainte interne de l'anneau de mortier	82
FIG. II.19 : Reproductibilité de l'évolution de la contrainte interne sur la géométrie geo2	84
FIG. II.20 : Influence de la géométrie sur l'évolution de la contrainte interne	85
FIG. II.21 : Photo du dispositif de l'essai de la calorimétrie semi-adiabatique	86
FIG. II.22 : Exemple de résultat d'un essai semi-adiabatique	87
FIG. II.23 : Reproductibilité de l'évolution du degré d'hydratation	88
FIG. II.24 : Schéma du dispositif de l'essai vibratoire (suivi du module élastique)	89
FIG. II.25 : Evolution des FRF mesurées au cours de la maturation du mortier	89
FIG. II.26 : Principe d'identification des paramètres élastiques	90
FIG. II.27 : Reproductibilité de l'essai vibratoire	91
FIG. III.1 : Observation d'une facette de rupture du mortier au MEB	97
FIG. III.2 : Comparaison du retrait plastique mesuré en conditions endogènes et exogène.	98
FIG. III.3 : Perte de masse du mortier par unité de surface sans vent	99
FIG. III.4 : Evolution du retrait plastique sans vent	. 100
FIG. III.5 : Perte de masse du mortier par unité de surface avec vent	. 102
FIG. III.6 : Evolution du retrait plastique avec vent	. 103
FIG. III.7 : Influence du vent sur l'évolution du retrait plastique et sur l'évaporation	. 104
FIG. III.8 : Influence des fibres sur l'évolution du retrait plastique	. 107

FIG. III.9 : Influence des fibres sur la perte de masse par unité de surface	108
FIG. III.10 : Influence de l'adjuvant Eclipse sur l'évolution du retrait plastique	111
FIG. III.11 : Influence de l'adjuvant Eclipse sur la perte de masse par unité de surface	112
FIG. III.12 : La structure de l'Ethylène-vinyl acétate	114
FIG. III.13 : Influence de la poudre de polymère (EVA) sur l'évolution du retrait plastiqu	ie115
FIG. III.14 : Influence de l'ajout de l'EVA sur la perte de masse par unité de surface	116
FIG. III.15 : La structure de la cellulose et de la méthylhydroxypropylcellulose	118
FIG. III.16 : Reproductibilité de l'évolution du retrait plastique du mortier F2	119
FIG. III.17 : Evolution du retrait plastique sans vent du mortier F2	120
FIG. III.18 : Perte de masse par unité de surface du mortier F2 (sans vent)	120
FIG. III.19 : Evolution de la pression capillaire au cours du retrait plastique [142]	122
FIG. III.20 : Influence de l'EC sur l'évolution du retrait plastique (a) et sur l'évaporation	on (b)
FIG. III.21 : Influence des fibres sur le retrait libre associé au mortier F2	125
FIG. III.22 : Influence de l'Eclipse et de l'EVA sur le retrait libre associé au mortier F2	126
FIG. III.23 : Reproductibilité de l'évolution du retrait plastique du mortier F2 (avec vent)	. 128
FIG. III.24 : Evolution du retrait plastique avec vent du mortier F2	129
FIG. III.25 : Influence des fibres sur l'évaporation (avec vent) du mortier F2	130
FIG. III.26 : Influence des fibres de polypropylène sur le retrait (avec vent) du mortier F2	2.131
FIG. III.27 : Influence des fibres de verre sur le retrait (avec vent) du mortier F2	132
FIG. III.28 : Influence de l'EVA et de l'Eclipse sur l'évaporation (avec vent) du morti	er F2
FIG III 29 · Influence de l'EVA et de l'Eclinse sur le retrait (avec vent) du mortier E?	. 133
FIG III 30 : Influence de l'éther de cellulose sur l'évaporation (avec vent)	135
FIG III 31 : Influence de l'éther de cellulose sur l'évaporation (avec vent)	. 136
FIG. III.32 : Influence des ajouts sur le temps d'initiation des fissures visibles.	137
FIG. III.33 : Influence des ajouts sur l'ouverture des fissures précoces.	139
FIG. III.34 : Influence des ajouts sur l'aire fissurée	139
FIG. III.35 : Influence du vent sur l'hétérogénéité du retrait à la surface du matériau	140
FIG. III.36 : Influence des fibres de verre sur l'hétérogénéité du retrait à la surface du mo	ortier.
	141
FIG. III.37 : Influence de l'adjuvant EVA sur l'hétérogénéité du retrait à la surfac	ce du
FIG IV 1 : Identification du degré d'hydratation du mortier F2 : comparaison entre va	aleurs
expérimentales et valeurs numériques calées ( $\alpha < \alpha_0$ )	151
FIG. IV 2 : Identification du module élastique du mortier $F2$ : comparaison entre va	aleurs
expérimentales et valeurs numériques calées ( $\alpha < \alpha_0$ )	152
FIG. IV 3 : Identification du retrait plastique du mortier E1 : comparaison entre va	aleurs
expérimentales et valeurs numériques calées	153
FIG IV 4 · Identification du retrait plastique du mortier F2 · comparaison entre va	aleure
expérimentales et valeurs numériques calées	. 153
FIG IV 5 · Algorithme numérique	158
· · · · · · · · · · · · · · ·	150

FIG. IV.6 : Géométrie du modèle éléments finis : illustration du maillage 159
FIG. IV.7 : Déformée de l'anneau de mortier au cours de la simulation
FIG. IV.8 : Evolution de la contrainte interne : modèle et expérience
FIG. IV.9 : Influence de l'Eclipse et de l'EVA sur le degré d'hydratation du mortier F2 au très
jeune âge163
FIG. IV.10 : Influence de l'Eclipse et de l'EVA sur l'évolution du module élastique du
mortier F2 au très jeune âge164
FIG. IV.11 : Influence des fibres de verre et de polypropylène sur l'évolution du module
élastique du mortier F2 au très jeune âge165
FIG. IV.12 : Essai de flexion à quatre points sur les éprouvettes de mortiers
FIG. IV.13 : Influence des ajouts sur la résistance en flexion du mortier F2 au très jeune âge
FIG. IV.14 : Influence des fibres de verre sur le comportement en flexion du mortier F2 167
FIG. IV.15 : Influence de l'EVA sur la résistance en flexion du mortier au jeune âge 168
FIG. IV.16 : Influence des adjuvants sur l'évolution de la contrainte interne 170
FIG. IV.17 : Influence des fibres sur l'évolution de la contrainte interne
FIG. IV.18 : Photo de l'interface entre fibre et matrice cimentaire
FIG. IV.19 : Influence des ajouts sur la fissuration due au retrait empêché

# Liste des tableaux

Tableau IV.1 : Implantation du modèle.	. 157
Tableau IV.2 : Les coefficients du modèle et les méthodes d'identification	. 160
Tableau IV.3 : Identification des coefficients du modèle pour le "matériau modèle"	. 160

# Annexe A : Caractéristiques des constituants

### Sable

Sable SIFRACO de qualité : DU 0,1/0,35 mm

SiO ₂	98,40 %
Fe ₂ O ₃	0,048 %
Al ₂ O ₃	0,860 %
TiO ₂	0,020 %
CaO	0,017 %
K ₂ O	0,400 %
MgO	0,006 %
Na ₂ O	0,027 %

Composition chimique type

densité réelle(Pycnomètre)	2,65
dureté (Mohs)	7
рН	7
densité apparente sable sec	1,5
surface spécifique	$115 \text{ cm}^2/\text{g}$
Coefficient d'angulosité	1,1 à 1,3
perte au feu (à 1000°C)	0,20%
résistance pyroscopique	1750°C

Caractéristiques physiques types

Ouverture des mailles	Refus cumulés
(µm)	(%)
>850	0,0
>600	0,0
>425	0,1
>300	14,1
>212	76,1
>150	97,9
>106	100
>75	100
passe	0,0

Granulométrie moyenne statistique

### <u>Ciment</u>

Appellation du fournisseur : CEM I 52,5 N CE CP2 NF "SB" Calcia Cruas.

C ₃ A	11,7 %
C ₃ S	71,3 %
C ₂ S	14,1 %
SO ₃	2,7 %
S	0,01 %
Na ₂ O	0,10 %

Composition minéralogique (clinker  $\geq 95\%$ )

surface spécifique (cm ² /g)	4380
Refus à 40 µm (%)	3,8

Caractéristiques physiques

#### Filler calcaire

Usine : OMYA SA , ORGON Works Werk JOINT FRANCAIS M.A.R. 10510 MAIZIERES LA GRANDE PAROISSE A/To/Z.H.: MME_KOWALCZYK Fax: 0325244992 CC:

Relevé de Contrôle / Certificate of analysis / Werkszaugnis EN 10204 '2.2'

Produit : OMYA BL200 Product Produkt

Commande 773638/001 Order no Auftrag Nr

Référence 407494

Remarks

Bemerkungen

Date de départ : 04/02/2000 Dispatch date Versenddetum

N° d'identification 00050 Id. Number Kennummer

Váhlcule 6918P876 Lany Nr Fehrzeug Nr

Paramètres Property QualitataParameter	Norme de rélérence Norm al reference Referenz Norm	Valeura Velves Ist-Werre	Unité Unit Unit	Spécification Specification Soll-Werte
BLANCHEUR FILTRE VERT	DIN 53163	88,0		95.0 <u>&lt; X &lt;</u> 90.0
Waissored Ry				
BLANCHFUR I		95.33		94.00 < X < 96.00
Brightness L				
Weissorad L				
BLANCHEUR a		0,54		0,40 < X < 0,80
Brightness a		5.		
Weissgrad a				
BLANCHEUR b		4,32		3,80 < X < 5.20
Brightness b				
Weissgrad b				
GRANULOMETRIE < 2 µm (Lasor)	CILAS 920	19,8	*	13,0 < X_< 27,0
Granulometry < 2 µm (Laser)				
Korngrössenverteilung < 2 $\mu$ m (Leadr)				
TAUX D'HUM(DITE	150 787/2	0.01	%	X < 0.20
Humidity				(30-302)
Fauchtigkait				
REFUS en humide à 45 µm	ISO 787/7	5327	mg/100g	X < 7000
Sleve residue was at 45 µm				
Siebrückstend nass auf 45 µm				

Les indications données résultant de nos enalyses et ne dispansant pas l'achateur d'un contrôle à la livraison. This values are the results of our tests and don't release the buyer fram his obligation to carry out his own quality the Vorstehende Angaben aind Ergebniese unserer Qualitateprutung und entbinden den Keufer nicht von einer Kontrolle.

#### Ether de cellulose et le latex EVA

Nous ne disposons d'aucune donnée sur ces produits de la part du fournisseur. Pour avoir une idée sur la granulométrie des produits, nous avons effectué des essais de granulométrie à l'aide d'un granulomètre laser LS 230 commercialisé par la société Beckman – Coulter. Les résultats obtenus par voie sèche sont présentés ci-dessous :

• Ether de cellulose

Ouverture des	Refus cumulés
mailles (µm)	(%)
>186,8	10
>152,7	25
>102,8	50
>55,74	75
>29,74	90

moyenne	105,1 μm
médiane	102,8 µm
mode	168,9 µm
écart type	58,18 µm
masse volumique	$1 \text{ g/cm}^3$
surface spécifique	$1739 \text{ cm}^2/\text{g}$

• Latex (EVA)

Ouverture des	Refus cumulés
mailles (µm)	(%)
>189,5	10
>147,1	25
>97,91	50
>58,63	75
>33,24	90

moyenne	105,3 µm
médiane	97,91 µm
mode	140,1 µm
écart type	58,71 μm
masse volumique	$1,05 \text{ g/cm}^3$
surface spécifique	$1226 \text{ cm}^2/\text{g}$

### Annexe B : La granulométrie laser

La granulométrie par diffusion laser est une technique de mesure indirecte couramment utilisée pour déterminer la distribution de taille des matériaux granulaires pulvérulents. Le principe de la méthode est le suivant :

- l'unité optique du granulomètre enregistre l'image de la diffusion (diffraction, réflexion, réfraction) d'un rayonnement monochromatique par une suspension de particules,
- des images de diffusion sont calculées à partir d'un modèle de diffusion, en fonction de distributions granulométriques théoriques,
- les images calculées et l'image mesurée sont ajustées par la méthode des moindres carrés.



Schéma simplifié de l'unité optique d'un granulomètre laser

Les logiciels commerciaux pour granulomètre intègrent généralement deux modèles mathématiques. Le modèle le plus complet est basé sur la théorie de la diffusion de Mie. Il prend en considération l'ensemble des phénomènes optiques liés à la diffusion des particules (diffraction, réfraction, réflexion). Le calcul de l'image de diffusion dépendra dans ce cas, non seulement de la distribution granulométrique théorique considérée, mais également de la nature du matériau diffusant, par l'intermédiaire de ses propriétés optiques :

m = n - ik

- avec m l'indice de réfraction complexe
  - n la partie réelle de l'indice de réfraction
  - k la partie complexe de l'indice de réfraction, appelée indice d'absorption

L'approximation de Fraunhofer implique par contre des simplifications importantes de la théorie de Mie. Les particules sont considérées par l'algorithme comme des disques plats et opaques : seule la diffraction est prise en compte et la connaissance de la nature du matériau et de ses propriétés optiques n'est pas nécessaire.

## Annexe C : Contrainte interne dans l'anneau

#### • Calcul de la contrainte interne

La détermination de l'état de contrainte dans un anneau est un problème classique en mécanique des milieux continus. Il s'agit de déterminer l'état de contrainte dans un cylindre creux de rayon intérieur R_i et le rayon extérieur R_e, soumis à une pression interne P.



Schématisation de l'anneau soumis à une pression interne

Les symétries de géométrie et de chargement conduisent à un déplacement purement radial  $\mathbf{u} = (\mathbf{u}_r, \mathbf{0}, \mathbf{0})$ . En faisant l'hypothèse de contrainte plane, le tenseur de déformation se met sous la forme :

$$\begin{split} \boldsymbol{\varepsilon} &= \begin{pmatrix} \boldsymbol{\epsilon}_{rr} & \boldsymbol{\epsilon}_{r\theta} & \boldsymbol{0} \\ \boldsymbol{\epsilon}_{r\theta} & \boldsymbol{\epsilon}_{\theta\theta} & \boldsymbol{0} \\ \boldsymbol{0} & \boldsymbol{0} & \boldsymbol{\epsilon}_{33} \end{pmatrix} \\ \text{vec} & \boldsymbol{\epsilon}_{rr} &= d\boldsymbol{u}_r/dr, \quad \boldsymbol{\epsilon}_{\theta\theta} &= \boldsymbol{u}_r/r, \qquad \boldsymbol{\epsilon}_{33} &= -\frac{\lambda}{\lambda + 2\mu} (\boldsymbol{\epsilon}_{rr} + \boldsymbol{\epsilon}_{\theta\theta}), \qquad \boldsymbol{\epsilon}_{r\theta} &= \boldsymbol{0} \end{split}$$

av

En négligeant les forces de volume, l'équation de Lamé-Navier se réduit à rot  $\mathbf{u} = \mathbf{0}$ .

Soit grad div 
$$\mathbf{u} = \mathbf{0}$$

Par intégration, on a div  $\mathbf{u} = \text{constante} = \mathbf{A}$ 

Soit 
$$\operatorname{div} u = \frac{1}{r} \frac{\operatorname{d}(ru_r)}{\operatorname{dr}} = A$$

Par intégration, nous avons :

$$u_r = \frac{Ar}{2} + \frac{B}{r}$$

Cette dernière équation décrit le déplacement d'un point quelconque de l'anneau. Nous pouvons maintenant définir l'état de contrainte d'un point quelconque de l'anneau. En utilisant les relations de Hooke, les éléments non nuls du tenseur de contrainte peuvent s'écrire :

$$\sigma_{rr} = 2\mu \varepsilon_{rr} + \lambda (\varepsilon_{rr} + \varepsilon_{\theta\theta}) = (2\mu + \lambda) \frac{du_{r}}{dr} + \lambda \frac{u_{r}}{r}$$
  
$$\sigma_{\theta\theta} = 2\mu \varepsilon_{\theta\theta} + \lambda (\varepsilon_{\theta\theta} + \varepsilon_{rr}) = (2\mu + \lambda) \frac{u_{r}}{r} + \lambda \frac{du_{r}}{dr}$$

En appliquant les conditions aux limites au rayon intérieur ( $\sigma_{rr}(R_i) = -P$ ) et au rayon extérieur ( $\sigma_{rr}(R_e) = 0$ ), nous avons :

$$(2\mu + \lambda)\frac{du_r}{dr}(R_i) + \lambda \frac{u_r}{r}(R_i) = -P$$
$$(2\mu + \lambda)\frac{u_r}{r}(R_e) + \lambda \frac{du_r}{dr}(R_e) = 0$$

soit:

$$(2\mu + \lambda) \left[ \frac{A}{2} - \frac{B}{R_i^2} \right] + \lambda \left[ \frac{A}{2} + \frac{B}{R_i^2} \right] = -P$$
$$(2\mu + \lambda) \left[ \frac{A}{2} - \frac{B}{R_e^2} \right] + \lambda \left[ \frac{A}{2} + \frac{B}{R_e^2} \right] = 0$$

ou encore :

avec,

$$(\mu + \lambda)A - 2\mu \frac{B}{R_i^2} = -P$$
$$(\mu + \lambda)A - 2\mu \frac{B}{R_e^2} = 0$$

La résolution conduit à :

$$B = \frac{P}{2\mu} \frac{R_e^2 R_i^2}{R_e^2 - R_i^2} \qquad A = \frac{P}{\mu} \frac{R_i^2}{R_e^2 - R_i^2}$$

L'état de contrainte dans l'anneau peut s'écrire :

$$\sigma_{rr} = A' - \frac{B'}{r^2} \qquad \qquad \sigma_{\theta\theta} = A' + \frac{B'}{r^2}$$
$$A' = A(\mu + \lambda) \qquad \qquad B' = B(2\mu)$$

Soit F la force mesurée par la cellule force. L'état de contrainte est défini donc par :

$$\sigma_{\rm rr} = \frac{FR_{\rm i}}{2\pi h \left(R_{\rm e}^2 - R_{\rm i}^2\right)} \left[1 - \frac{R_{\rm e}^2}{r^2}\right] \qquad \qquad \sigma_{\rm \theta\theta} = \frac{FR_{\rm i}}{2\pi h \left(R_{\rm e}^2 - R_{\rm i}^2\right)} \left[1 + \frac{R_{\rm e}^2}{r^2}\right]$$

#### • Choix de la géométrie de l'anneau

Comme tenu des équations d'équilibre, les contraintes  $\sigma_{\theta\theta}$  (une contrainte de traction) et  $\sigma_{rr}$  (une contrainte de compression) sont liées. De part son expression, on pourra remarquer que la contrainte de traction  $\sigma_{\theta\theta}$  n'est pas uniforme dans l'anneau, elle est maximale au rayon intérieur. En plus de la non uniformité de la contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$ , la contrainte  $\sigma_{rr}$  constitue une contrainte parasite qui réduirait la contraction de traction au cours du retrait empêché. La meilleure manière de minimiser cette contrainte parasite et d'assurer une quasi-uniformité de la contrainte de traction dans l'anneau est de jouer sur la géométrie de ce dernier. Afin d'assurer un compromis entre l'uniformité de la contrainte de traction  $\sigma_{\theta\theta}$  et le rapport surface sur volume (S/V) du mortier, nous avons effectué des calculs numériques dont les principaux résultats sont présentés dans le tableau ci-dessous. Les paramètres optimisés dans la simulation sont au nombre de trois :

•  $A_1 = (|\sigma_{rr}/\sigma_{\theta\theta}|)$  au rayon intérieur. Plus ce paramètre est faible, plus la contrainte parasite est réduite.

$$A_1 = \frac{R_e^2 - R_i^2}{R_e^2 + R_i^2}$$

•  $A_2 = [\sigma_{\theta\theta}(R_i) / \sigma_{\theta\theta}(R_e) - 1]$ . Ce paramètre permet d'assurer l'uniformité de la contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  dans l'anneau. Plus il est faible, plus  $\sigma_{\theta\theta}$  est uniforme dans l'anneau.

$$A_2 = \frac{1}{2} \left[ \left( \frac{R_e}{R_i} \right)^2 - 1 \right]$$

• S/V = 1/h. ce paramètre est choisi de manière à être proche du rapport surface sur volume de la dalle de mortier.

R _e (mm)	R _i (mm)	h(mm)	A ₁	A ₂	S/V(1/cm)
150	100	30	38%	62%	0,35
200	160	15	22%	25%	0,7

Les principaux résultats de la calibration de la géométrie de l'anneau

### Annexe D : Programmes numériques

```
Class PLASTIC2_BEHAVIOR : BASIC_NL_BEHAVIOR {
                mortier;
    @Name
    @SubClass ELASTICITY elasticity;
    @Coefs a0,a1,a2,b,a,e_inf,e_a,k0,k1,k2,ta,fmax;
    @tVarInt esh,ep;
    @sVarInt alfa, lambda;
    @sVarAux inf,f,J,seuil,aux1,aux2,aux3;
    @tVarAux one,n,s,d_sig,eel;
};
@StrainPart {
one=TENSOR2::unity(tsz());
                                                     \varepsilon^{el} = \varepsilon - \varepsilon^{ret} - \varepsilon^{p}
eel=eto-esh-ep;
                                                     \sigma = \sigma + d\sigma
sig = sig+d sig;
                                                     J = \sqrt{\frac{3}{2}S:S} (S le deviateur de \sigma)
                                                     f = J - \xi_0 \alpha
s=deviator(sig);
seuil=fmax*alfa;
J=sqrt(1.5*s|s);
f= J - seuil;
                             Evaluation du critère : signe de f
if (f>0.)
                              Si f \succ 0
                                          Ecoulement plastique et Projection sur la
                                             surface de charge
if (J>0.) {
  sig=(s*seuil/(sqrt(1.5*(s|s))))+ (trace(sig)/3)*one;}
}
@Derivative {
                                                              C = C_{\infty} \left( \frac{\alpha}{a} \right)^b tenseur de
SMATRIX C=*elasticity*pow(((alfa)/a),(b));
                                                                           rigidité
SMATRIX
                                                               \frac{\partial C}{\partial \alpha} = C_{\infty} \frac{b}{a} \left(\frac{\alpha}{a}\right)^{b-1}
dC=*elasticity*pow(((alfa)/a),(b-1))*(b/a);
s=deviator(sig);
```

dalfa=a0*a1*a2*exp(-a1*Time)*pow((1+exp(-a1*Time)),-a2-1);  $\dot{\alpha} = a_0 a_1 a_2 \exp(-a_1 t) [1 + \exp(-a_1 t)]^{-a_2 - 1}$ if (Time<ta) {desh=k0(e_a*k0*one-esh;}</pre> if (Time>=ta) desh=k2((1.+k1)(e_inf-e_a)*one-esh;}  $\varepsilon^{ret} = \begin{cases} k_0 \left(\varepsilon_a \mathbf{1} - \varepsilon^{ret}\right) & t < t_a \\ k_2 \left[ (1 + k_1) (\varepsilon_{max} - \varepsilon_a) \mathbf{1} - \varepsilon^{ret} \right] & t \ge t_a \end{cases}$  $n = \frac{3}{2} \frac{s}{I}$ if (J>0.0) {n=(1.5*s)/(J);} inf=(n|(Cn)); inf=n :En if (f>=0.0) { if (J>0.0) { aux1=n | ((dC*(eto-esh-ep)*dalfa)+(C*(deto-desh))); aux2=-fmax*dalfa; aux3=(1.5/J)*s) | (dC(eto-esh-ep))*dalfa; } } if (inf>0.0){ {dlambda=(aux1+aux2+aux3)/(inf);}}  $\mathrm{d}\lambda = \frac{n : \left\{ \mathbf{C}(n\mathrm{d}\varepsilon - \mathrm{d}\varepsilon^{ret}) + \frac{\partial \mathbf{C}}{\partial\varepsilon}(\varepsilon - \varepsilon^{ret} - \varepsilon^{p})\mathrm{d}\alpha \right\} + \frac{\partial f}{\partial\alpha}\mathrm{d}\alpha}{\mathbf{inf}}$ 

dep=dlambda*n;

$$\mathrm{d}\varepsilon^p = \mathrm{d}\lambda n$$

d_sig=dC*eel*c0*c1*c2*exp(-c1*Time)*pow((1+exp(-c1*Time)),-c2-1)+C*(detodesh-dlambda*n);}

$$d\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{C} : d\boldsymbol{\varepsilon}^{e} + \left(\frac{\partial \boldsymbol{C}}{\partial \boldsymbol{\alpha}} d\boldsymbol{\alpha}\right) : \boldsymbol{\varepsilon}^{e}$$

## Annexe E : Paramètres du modèle

degré module d'hydratation élastique					le ue	retrait plastique						déformation plastique	
a ₀	a ₁	a ₂	a	b	E∞	k ₀	<i>E</i> a	ta	<b>k</b> ₁	k ₂	$\mathcal{E}_{\max}$	$\alpha_0$	$R_{c}(\infty)$
0,64	0,29	9,74	0,77	4	8,2GPa	0,28	$-0,47 \times 10^{-3}$	7,2h	0,3	1	-1,98x10 ⁻³	0,58	12,2MPa

Tableau E.1 : Identification des coefficients du modèle pour F2 ( $t_{fp} = 16,5h$ ).

degré modul d'hydratation élastiqu				le ue	retrait plastique					déformation plastique			
a ₀	a ₁	<b>a</b> ₂	а	b	$E_{\infty}$	k ₀	$\mathcal{E}_{a}$	ta	$\mathbf{k}_1$	k ₂	$\mathcal{E}_{\max}$	$\alpha_0$	$R_{c}(\infty)$
0,56	0,25	9	0,65	4	7,3GPa	0	0	0	0	0,25	-0,65x10 ⁻³	0,51	10,5MPa

Tableau E.2 : Identification des coefficients du modèle pour F2-2% ECL ( $t_{fp} = 18h$ ).

degré module d'hydratation élastique						retrait plastique						déformation plastique	
a ₀	a ₁	a ₂	а	b	E∞	k ₀	$\mathcal{E}_{a}$	t _a	$\mathbf{k}_1$	<b>k</b> ₂	$\mathcal{E}_{\max}$	$\alpha_0$	$R_{c}(\infty)$
0,64	0,25	9	0,77	4,4	5,5GPa	0	0	0	0	0,25	$-0,7x10^{-3}$	0,57	7,5MPa

Tableau E.3 : Identification des coefficients du modèle pour F2-10% EVA_sub ( $t_{fp} = 17h$ ).

degré module d'hydratation élastique					retrait plastique						déformation plastique		
a ₀	a ₁	a ₂	а	b	E∞	k ₀	$\mathcal{E}_{a}$	ta	<b>k</b> ₁	<b>k</b> ₂	$\mathcal{E}_{\max}$	$\alpha_0$	$R_{c}(\infty)$
0,64	0,29	9,74	0,77	4	8,2GPa	0	0	0	0	0,5	$-0,5x10^{-3}$	0,58	12,2MPa

Tableau E.4 : Identification des coefficients du modèle pour F2-0,035% FV_12 ( $t_{fp} = 16,5h$ ).

degré module d'hydratation élastique					le ue	retrait plastique						déformation plastique	
a ₀	<b>a</b> ₁	a ₂	a	b	$E_{\infty}$	k ₀	$\mathcal{E}_{a}$	t _a	<b>k</b> ₁	<b>k</b> ₂	$\mathcal{E}_{\max}$	$\alpha_0$	$R_{c}(\infty)$
0,64	0,29	9,74	0,77	4	8,2GPa	0,4	-0,41x10 ⁻³	7,2h	1	1	$-0,8 \times 10^{-3}$	0,58	12,2MPa

Tableau E.5 : Identification des coefficients du modèle pour F2-0,1% PP ( $t_{fp} = 16,5h$ ).
### RESUME

Ce travail de recherche porte sur le retrait plastique et la fissuration induite pour les matériaux cimentaires présentant une grande surface libre par rapport au volume. Le retrait plastique est une déformation du matériau cimentaire qui se produit avant durcissement. Le mortier de référence considéré pour cette étude est une formulation par ailleurs exploitée dans le cadre des travaux initiés par le projet CEReM (Consortium pour l'Etude et la Recherche sur les Mortiers). Dans le cadre de cette thèse, un ensemble de moyens expérimentaux a été mis en place de façon à étudier le comportement du mortier au très jeune âge dans des conditions de retrait libre et de retrait empêché. La mesure sans contact du retrait surfacique est réalisée au moyen d'une instrumentation optique. Une nouvelle technique de retrait empêché a été également mise en place : elle se distingue des autres couramment rencontrées dans la littérature par sa simplicité et elle permet d'avoir directement l'évolution de la contrainte interne de traction dans le matériau au cours du retrait. L'ensemble de ces protocoles expérimentaux ont permis d'étudier l'influence des fibres (fibres de verre, fibres de polypropylène), de l'adjuvant anti-retrait (type Glycol), des poudres de polymère (éther de cellulose, le latex "EVA") sur le comportement au très jeune âge du matériau cimentaire. Une partie de la thèse est consacrée à la modélisation numérique du comportement du matériau cimentaire pendant la prise. Dans cette partie, un modèle élastoplastique est proposé. La plasticité est décrite par le critère isotrope de Von Mises dans lequel nous avons introduit une évolution de la surface de charge en fonction de la maturation du matériau. L'implantation de ce modèle de comportement dans un code de calcul a conduit à la simulation numérique de l'essai de retrait empêché : une comparaison entre modèle et expérience est ensuite discutée.

## MOTS-CLES : Mortier, Retrait plastique, Fibres, Adjuvant anti-retrait, Ether de cellulose, latex EVA, Modélisation, Simulation.

# CONTRIBUTION TO THE STUDY OF THIN STRUCTURE OUT OF MORTAR BEHEVIOR AT VERY EARLY AGE

### ABSTRACT

The works of this thesis consign plastic shrinkage and cracking induced for cement based material having great exposed areas. The plastic shrinkage is a deformation of cement based materials which occurs before hardening. The reference mortar considered for this study is a formulation in other exploited by CEReM (consortium for Study and Research on the Mortar). In thesis, a whole experimental means was set up in order to study the very early age behavior of mortar under free and restrained shrinkage condition. Measurement without contact of free shrinkage (surface shrinkage) is carried out by means of an optical instrumentation. A new technique of restrained shrinkage was also setting up: it is distinguished from the others usually met in literature by its simplicity and it makes it possible to have directly the internal stress evolution in material during the shrinkage. The whole of these experimental protocols made it possible to study the influence of fibers (AR glass fibers, polypropylene fibers) admixtures (cellulose ether, latex EVA) and additive anti-shrinkage (Glycol type) in plastic shrinkage. Part of the thesis, is devoted to numerical modeling of mortar behavior during the plastic shrinkage. In this part, an elastoplastic model is proposed. Plasticity is described by Von Mises isotropic criterion in which we introduced an evolution of the load surface according to material's maturation. The establishment of this model in a computer code led to the digital simulation of the restrained shrinkage test: a comparison between model and experiment is then discussed.

### DISCIPLINE : Mécanique, Génie Civil

Key words : Mortar, Plastic shrinkage, Fibers, Anti-shrinkage, Cellulose Ether, latex EVA, Modeling, Simulation.

UNIVERSITE MONTPELLIER II * U.F.R des sciences et techniques du Languedoc Centre des Matériaux de Grande Diffusion de l'Ecole des Mines d'Alès 6, avenu de Clavière, 30319 Alès Cedex