

# Rôles de la température et de la composition sur le couplage thermo-hydro-mécanique des bétons

Flore Brue

# ► To cite this version:

Flore Brue. Rôles de la température et de la composition sur le couplage thermo-hydro-mécanique des bétons. Autre. Ecole Centrale de Lille, 2009. Français. NNT: 2009ECLI0015. tel-00578753

# HAL Id: tel-00578753 https://theses.hal.science/tel-00578753

Submitted on 22 Mar 2011

**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.

#### ECOLE CENTRALE DE LILLE

## THESE

présentée en vue d'obtenir le grade de

# DOCTEUR

Spécialité : Génie Civil

par

#### **Flore BRUE**

#### DOCTORAT DELIVRE PAR L'ECOLE CENTRALE DE LILLE

Titre de la thèse :

ROLES DE LA TEMPERATURE ET DE LA COMPOSITION SUR LE COUPLAGE THERMO-HYDRO-MECANIQUE DES BETONS

Soutenue le 09 octobre 2009 devant le jury d'examen :

Président	Mr Abdelkarim Ait-Mokhtar	Université de la Rochelle
Rapporteur	Mme Myriam Carcasses	Université Paul Sabatier Toulouse
Rapporteur	M. Abdelhafid Khelidj	Université de Nantes
Membre	M. Xavier Bourbon	Andra
Directeur de	thèse M. Nicolas Burlion	Université Lille 1
Co-directeur	de thèse M. Frédéric Skoczylas	Ecole Centrale de Lille

Thèse préparée au Laboratoire de Mécanique de Lille EDSPI 072

# RESUME

Le projet français de stockage des déchets nucléaires, géré par l'Andra, nécessite l'acquisition de données expérimentales sur la durabilité des bétons de référence. Dans cette étude, les sollicitations prises en compte sont les processus de désaturation/resaturation, la charge thermique et l'évolution mécanique. Ainsi l'analyse porte ainsi sur le couplage thermo-hydro-mécanique des bétons de référence de l'Andra, fabriqués à base de ciment CEM I et CEM V/A. L'état de saturation en eau et les retraits des matériaux, soumis à la dessiccation ou à la resaturation, sont conditionnés par les différentes conditions thermiques et hydriques imposées, ainsi que par leurs caractéristiques microstructurales. Par ailleurs, l'étude de l'évolution mécanique est approfondie à 20°C en fonction de l'état de saturation en eau. A court terme, différents essais ponctuels mettent en évidence un endommagement hydrique qui conditionne le comportement mécanique. A long terme, l'étude du fluage sous dessiccation révèle le couplage existant entre la durabilité, l'évolution mécanique des matériaux et la dessiccation.

# ABSTRACT

The French project of the storage of nuclear wastes, which is managed by the Andra, needs some experimental data on the durability of the concrete. Loadings which are taken into account are the desaturation/resaturation processes, the heat load and the mechanical evolution. Hence this study focuses on the coupling thermo-hydro-mechanical on concretes of the research program of Andra, made with CEM I and CEM V/A cement type. The water saturation degree and shrinkages of materials, which are subjected to desiccation or resaturation, are dependent on the imposed thermal and hydrous conditions and on their microstructural characteristics. Moreover the study of the mechanical evolution is gone further at 20°C in function of the water saturation degree. Different short-term tests highlight a hydrous damage, which determine the mechanical behaviour. The long-term study of desiccation.

# SOMMAIRE

Introduction générale	p. 4
PARTIE 1 : ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE	
Introduction	p. 11
I. Les bétons	p. 11
I.1. Le ciment	p. 11
I.2. L'hydratation du ciment Portland	p. 12
I.3. Structure des hydrates formés	p. 13
I.4. Porosité et distribution de porosité	p. 14
I.5. Développement mécanique du matériau	p. 16
I.6. Propriétés de transfert	p. 18
I.6.1. La perméabilité	p. 18
I.6.2. La diffusion	p. 24
I.7. Le retrait endogène	p. 26
I.8. Acquis et discussion	p. 28
II. La dessiccation des matériaux cimentaires	p. 29
II.1. Principe des isothermes de sorption d'eau	p. 29
II.2. Le retrait de dessiccation	p. 31
II.3. Effets mécaniques de la dessiccation	p. 35
II.4. Acquis et discussion	p. 38
III. Couplage hydro-mécanique : influence de la dessiccation sur le	
comportement mécanique du matériau	p. 38
III.1. Influence de la dessiccation sur le comportement mécanique à court terme	p. 39
III.1.1. Sous sollicitation de compression	p. 39
III.1.1.1. Evolution de la résistance uniaxiale	
III.1.1.2. Evolution de la résistance triaxiale	
III.1.1.3. Comparaison des propriétés élastiques	
III.1.2. Sous sollicitation de traction	p. 46
III.1.2.1. La traction par fendage	p. 47
III.1.2.2. La traction par flexion	p. 48
III.2. Comportement mécanique à long terme : le fluage de dessiccation	p. 50
III.2.1. Les mécanismes du fluage propre	
III.2.1.1 Le fluage propre à court terme	
III.2.1.2. Le fluage propre à long terme	p. 54
III.2.2. Les mécanismes du fluage de dessiccation	p. 54
III.3. Influence du chargement mécanique sur la durabilité	p. 56
III.4. Acquis et discussion	p. 59
•	

# **PARTIE 2 : DEMARCHE EXPERIMENTALE**

Introduction	
--------------	--

I. Matériaux étudiés	p. 62
I.1. Propriétés des bétons de référence de l'Andra	
I.2. Fabrication des échantillons	

# II. L'étude des processus de désaturation/resaturation en fonction de la

température	p. 67
II.1. Conditions d'étude	p.67
II.2. Obtention des isothermes de désorption d'eau : principe de mesure	p. 68
II.2.1. Conditionnement et démarche	p. 68
II.2.2. Mise en place des échantillons dans les conditionnements	p. 68
II.2.3. Mesures effectuées pendant la phase de conditionnement	p. 69
II.2.4. Relation entre humidité relative et saturation en eau : détermination de	s isothermes
de désorption	p. 70
II.2.5. Le processus de resaturation : « la resaturation directe »	p. 71

# III. Mesures des propriétés microstructurales et macroscopiques de

référence	p.	72
III.1. Mesure de la porosité accessible à l'eau	p.	73
III.2. Distribution de porosité par porosimétrie au mercure	p.	73
III.3. Perméabilité au gaz à l'état sec	p.	74
III.4. Module d'incompressibilité en conditions drainées	p.	75

IV. Etude expérimentale du couplage hydro-mécanique : protocoles	p. 79
IV.1. Préparation des éprouvettes avant essais	p. 80
IV.2. Comportement à court terme	p. 81
IV.2.1. Essai de compression simple	p. 82
II.2.1.1. Essai de compression simple sur cylindre	p. 82
II.2.1.2. Essai de compression simple sur prisme	p. 85
IV.2.2. Essai de compression triaxiale à 5 MPa	p. 85
IV.2.3. Essai de traction par fendage	p. 88
IV.2.4. Essai de traction par flexion	p. 88
IV.3. Comportement à long terme : essai de fluage de dessiccation	p. 89
	-

V. Conclusions		92	2
----------------	--	----	---

# PARTIE 3 : COUPLAGES THERMO-HYDRO-MECANIQUE : CAS DES BETONS ANDRA

Introduction	p. 97
I. Propriétés de référence	p. 98
I.1. Porosité et distribution de porosité	p. 98
I.2. Perméabilité au gaz	p. 105
I.3. Module d'incompressibilité en conditions drainées	p. 108
II. Couplage thermo-hydro-mécanique	p. 110
II.1. Maturation sous eau	
II.2. Analyse du séchage et du retrait à 60°C	

II.3. Analyse du processus de désaturation en fonction de la température	р. р.	115 118
II.3.1.1. Influence de la température	г. р.	119
II.3.1.2. Influence de la composition	n.	124
II 3 1 3 Discussion	p.	135
II.3.2. Evolution des retraits en fonction de la température	p.	141
II 3 ? 1 Retraits en conditions endogènes après maturation	p.	141
II 3.2.2. Retraits de dessiccation	p.	144
II.3.2.2.1. Influence de la température	г. р.	145
II.3.2.2.2. Influence de la composition	p.	151
II.3.3. Evolution du retrait de dessiccation en fonction de la perte de masse	p.	158
II.3.3.1. Influence de la température	p.	160
II.3.3.2. Influence de la composition	p.	161
II.4. conclusions de l'analyse du couplage thermo-hydro-mécanique	p.	163
III Counlage hydro-mécanique	n	165
III 1 Comportement à court terme	р. n	165
III 1.1. Sous sollicitation de compression	р. n	165
III 1 1 Evolution de la résistance uniquiale en fonction de la forme de l'échantillon	p.	100
m.n.n. Evolution de la resistance unaxidie en jonction de la jorme de l'échantition.	 n	
III 1 1 ? Evolution des résistances uniaviale et déviatorique	p. n	170
III 1 2 1 Influence du type de chargement	p. n	179
III 1 1 2 2 Influence des paramètres de composition	p. n	181
III.1.1.2.2. Influence des parametres de composition	p. n	184
III 1.2 Sous sollicitation de traction	p. n	189
III 1 2 1 Résultats obtenus sous traction par fendage	p. n	107
III 1 2 2 Résultats obtenus sous traction par flevion	p. n	192
III 1 2 3 Analyse/interprétation des résultats obtenus en traction	р. n	10/
III.2. Comportement à long terme : le fluage de dessiccation	p.	107
III.3. Conclusions du couplage hydro-mécanique	р. p.	198
~		
Conclusion générale	p.	201
Références hibliographiques	n	204
references sishegrupmques	P۰	201
Annexe 1 : Détails des modes opératoires du tableau 2.2	p.	217
Annexe 2 : Caractéristiques techniques des appareils de conditionnement	p.	218
Annexe 3 : Isothermes de désorption du CEM I et du CEM V* en fonction de la température	p.	221
<u>Annexe 4 :</u> Variation de masse des matériaux en fonction du temps de séchage à 60°C ou 105°C	С. р.	224
<u>Annexe 5 :</u> Résultats en resaturation directe du CEM V et du CEM V* en fonction de la tempér	atu p.	re 226
Annexe 6 : Isothermes de désorption en eau des matériaux obtenues avec la porosité à 105°C	. p	229
Annexe 7 : Evolution du retrait de dessiccation en fonction du temps	p.	233
Annexe 8 : Evolution du retrait de dessiccation en fonction de la perte de masse des matériaux.	p.	235
Annexe 9 : Courbes de comportement de compression uniaxiale sur cylindres	p.	237
Annexe 10 : Courbes de comportement de compression uniaxiale sur prismes	р.	244
Annexe 11 : Courbes de comportement de compression triaxiale sur cylindres	. p.	.265
Annexe 12 : Courbes de comportement de traction par fendage sur cylindres	p.	273
Annexe 13 : Courbes de comportement de traction par flexion sur prismes	p.	281

# **INTRODUCTION GENERALE**

En France, la gestion des déchets nucléaires est confiée à l'Agence Nationale de gestion des Déchets RadioActifs (Andra). L'une des missions de cette agence est de proposer et mettre au point des filières de prise en charge pour les déchets radioactifs français. Pour les déchets radioactifs à vie longue, l'une des options est leur enfouissement dans un stockage constitué de structures souterraines permettant de les isoler et de confiner la radioactivité sur des durées nécessaires pour sa décroissance. Un des projets actuellement à l'étude est la faisabilité d'un tel stockage dans l'argilite du Callovo-Oxfordien. Un laboratoire est dédié à ces travaux à 500 m sous terre à la limite des départements de la Meuse et de la Haute Marne.

Les matériaux cimentaires seront très largement utilisés dans ces structures, tout particulièrement en ce qui concerne celles dédiées aux déchets de moyenne activité à vie longue (MAVL – ouvrage et colis figures I.2 et I.3), antérieurement appelés déchets B. Cette zone de stockage de déchets MAVL sera conçue comme un réseau de galeries souterraines en béton, comprenant des galeries de transfert menant jusqu'aux alvéoles de stockage proprement dites (figure I.1).



Fig I. 1 : Représentation du site de stockage souterrain et zoom sur la zone de déchets MAVL [Andra 05]



Fig I. 2 : Représentation de la zone de stockage de déchets MAVL (à 500 m de profondeur dans l'argilite) [Andra 05]



Fig I. 3 : Représentation des colis de stockage des déchets MAVL [Andra 05]

La conception prend en compte toutes les phases de vie du stockage, de sa réalisation (creusement et installation des structures), à l'exploitation, la fermeture, la surveillance, la période de réversibilité et l'évolution à très long terme. Chacune de ces phases de vie du stockage doit être décrite du point de vue de l'évolution des ouvrages et donc des matériaux qui les constituent, de manière à en évaluer la durabilité vis-à-vis du confinement de la radioactivité. Les périodes ont été scindées et étudiées pour identifier les processus majeurs et les évolutions à attendre (figure I.4) [Andra 05]. Afin de quantifier les modifications de propriétés des matériaux des différents composants du stockage, tous les processus doivent être identifiés, et étudiés soit seuls soit couplés.

Le choix des matériaux de la zone de stockage de déchets MAVL est un point fondamental. L'Andra a mené différentes études et a retenu les matériaux cimentaires comme l'optimum technico-économique pour la réalisation de ces ouvrages. Le béton a ainsi été retenu en raison d'un important retour d'expériences, issu du génie civil et des techniques de mise en œuvre éprouvées [Andra 05]. Par ailleurs ces matériaux peuvent être formulés en fonction des besoins et la palette de solutions offertes par l'industrie cimentière à ce jour, permet de répondre à des questions de durabilité de plus en plus importantes.

Concernant les propriétés spécifiées qui vont guider vers telle ou telle formulation, les performances atteintes à ce jour couvrent largement les besoins pour le stockage en formation géologique. Les propriétés mécaniques des bétons nécessaires se situent dans la gamme des bétons de « hautes performances » (résistances en compression supérieures à 60 MPa), accessibles avec une gamme très large de matériaux. Ces propriétés physiques et chimiques ont été spécifiées pour aboutir à des formulations types, « de référence », répondant aux critères principaux de durabilité physique et chimique dans les conditions imposées par l'argilite du Callovo-Oxfordien

Ces deux bétons de référence qui servent soit directement, soit de base pour les études sur le comportement à long terme des composants du stockage des déchets MAVL ont été définis, l'un sur la base d'un ciment CEM I et l'autre sur la base d'un ciment CEM V/A. Les formulations des bétons sont présentées dans les tableaux I.1 et I.2. Nous précisons que les quantités du superplastifiant, prises dans les documents de formulations [Andra 01a; 01b], ont été considérées comme un dosage en extrait sec de produit. Ainsi, nous avons corrigées ces valeurs (extrait sec : 20%) pour prendre en compte l'eau présente dans le produit. Le dosage en eau a également été corrigé pour respecter les rapports E/C. Toutes les quantités des tableaux suivants sont les dosages utilisés pour la fabrication de 1m<sup>3</sup> de matériau.

COMPOSANTS	NATURE	PROVENANCE	QUANTITE
Ciment	CEM I 52,5 R	Lafarge	400 kg/m3
Sable	Calcaire lavé 0/4 mm	Carrière du Boulonnais	858 kg/m3
Gravillons	Calcaire lavé 5/12 mm	Carrière duBoulonnais	945 kg/m3
Superplastifiant	Glénium 27	BASF	10 kg/m3
Eau	-	-	171 kg/m3
Rapport E/C	-	-	0,43

Tab. I. 1 : Formulation du béton de référence Andra à base de ciment	CEM I
--	-------

COMPOSANTS	NATURE	PROVENANCE	QUANTITE		
Ciment	CEM V/A 42,5 N	Calcia	$450 \text{ kg/m}^3$		
Sable	Calcaire lavé 0/4 mm	Carrière du Boulonnais	$800 \text{ kg/m}^3$		
Gravillons	Calcaire lavé 5/12 mm	Carrière du Boulonnais	984 kg/m <sup>3</sup>		
Superplastifiant	Glénium 27	BASF	11,5 kg/m <sup>3</sup>		
Eau	-	-	176,3 kg/m <sup>3</sup>		
Rapport E/C	_	_	0,39		

Tab. I. 2 : Formulation du béton de référence Andra à base de ciment CEM V/A

Nous dénommerons dans la suite ces bétons simplement « CEM I » ou « CEM V ».

Ces deux bétons ont été formulés pour résister chimiquement et physiquement aux conditions de stockage. La différence de ciment employé modifie les propriétés initiales des matériaux tout en répondant aux spécifications de performance et de stabilité dans le temps. Outre les

différences chimiques, cette différence de liant a aussi des conséquences sur les aspects microstructuraux de chacun de ces deux bétons. Le ciment CEM V/A est composé de laitier de hauts fourneaux et de cendres volantes, en substitution du clinker par rapport au CEM I; ce dernier est principalement constitué de clinker. Les additions du CEM V/A favorisent la réaction pouzzolanique et influenceront les différentes propriétés mécaniques et de transfert de ce béton. En effet, les composés pouzzolaniques peuvent réagir avec la chaux, ce qui donne notamment une répartition de porosité différente, une microstructure plus dense et des propriétés de transport plus faibles que celles d'un CEM I [Andra 05].

En situation de stockage, les bétons seront soumis à différentes sollicitations dans le temps (figure I.4). Ces processus THMC (Thermiques, Hydriques, Mécaniques, Chimiques) ont été positionnés dans le temps permettant d'en faire apparaître le caractère couplé ou non **[Andra 05]**.



Fig I. 4 : Représentation des sollicitations auxquelles sera soumis le site de stockage souterrain [Andra 05]

Au cours des premières phases (creusement, réalisation des structures et des ouvrages, installation des colis et fermeture), les processus associés à la désaturation/resaturation des matériaux, autant que de l'argilite du Callovo-Oxfordien, auront un impact sur le comportement mécanique des ouvrages. Le fait de construire en souterrain va entraîner une décharge hydraulique dans la couche géologique du Callovo-Oxfordien. Un nouvel état d'équilibre se manifestera alors sous la forme d'une resaturation. Ces processus vont influencer le comportement des bétons du site de stockage souterrain et se fera sur une période s'étalant de quelques milliers à quelques dizaines de milliers d'années. La charge thermique due à certains MAVL, ne devrait pas dépasser, par conception, un domaine de fonctionnement permettant l'emploi de matériaux cimentaires (T<80°C aux points les plus

chauds). L'évolution mécanique reprend l'aspect souterrain du site de stockage. Celui-ci sera notamment soumis au fluage, conséquence de la couche géologique l'accueillant.

Dans les étapes antérieures de la description de l'évolution des ouvrages de stockage, les évolutions couplées chimie/transfert étaient le centre des préoccupations. L'objectif était une description à très long terme de l'évolution du stockage. Dans la présente phase d'étude, ce sont les premiers siècles qui sont au centre des travaux conduits. Cette phase non saturée constitue en effet une période dont l'évolution physique va influer sur toute la période de réversibilité. Il est donc indispensable de modéliser cette phase désaturée en eau afin de proposer un état physique qui corresponde à ce que sera l'état initial, avant une évolution à long terme. La question qui se pose est alors de quantifier l'influence des processus de désaturation/resaturation sur les propriétés physiques des bétons. Par conséquent, la présente étude ne portera que sur l'impact de ces processus et leur couplage avec la charge thermique sur l'évolution mécanique des matériaux.

Aujourd'hui, l'état des connaissances sur le comportement thermo-hydro-mécanique est encore parcellaire. Chacune des sollicitations a été étudiée distinctement des autres en termes d'évolution de propriétés ou de dégradations sur le béton. En revanche, très peu d'études ont porté sur le couplage de ces sollicitations. Si, dans la littérature, il est possible de trouver des études sur les effets de la température ou de l'hygrométrie sur le comportement mécanique des bétons, il n'existe à ce jour que très peu d'études sur l'effet de la température sur l'hygrométrie des bétons, et encore moins sur le couplage entre ces trois sollicitations.

Afin de rendre compte de l'évolution des ouvrages à l'échelle de quelques siècles et de comprendre les processus physico-chimiques qu'entrainent les sollicitations couplées thermohydro-mécaniques sur les bétons, l'acquisition de données élémentaires sur ces processus est indispensable. C'est le premier objectif de ce travail de thèse. Après cette phase de compréhension des processus et de leur niveau de couplage, des modèles de comportement pourront être établis. Les données d'entrée nécessaires aux simulations numériques d'évolution du site de stockage doivent donc être obtenues. C'est le second objectif de ce travail, qui doit donc être source, pour le modélisateur, de paramètres pertinents et dont l'obtention expérimentale doit être validée et fournie avec toutes les incertitudes associées.

Le travail proposé ici est purement expérimental : il se base, dans une première partie, sur une analyse bibliographique, afin d'identifier clairement les aspects essentiels à prendre en compte. Fondée sur cette analyse bibliographique et sur l'identification des besoins expérimentaux, le second chapitre de cette thèse présente les principes qui ont guidés cette démarche expérimentale. Le lecteur pourra ainsi avoir une vue exhaustive et précise des protocoles d'essais mis au point ou utilisés pour ce travail, dans le but d'obtenir des résultats pertinents sur les effets des couplages thermo-hydro-mécaniques sur les bétons de l'Andra. Enfin, un troisième chapitre présente les différents résultats obtenus. Il montre, en particulier, le rôle crucial de la température sur le comportement hydro-mécanique des bétons. Les températures cibles utilisées dans ce travail varient de 20°C à 80°C. Malgré le fait que la différence de température soit relativement limitée, sa conséquence, en termes de comportement en désaturation ou en retrait, est très importante et fondamentalement nécessaire à prendre en compte, quel que soit le type de béton. L'impact de la désaturation sur le comportement mécanique des bétons Andra est ensuite examiné. L'aspect concurrentiel de l'effet bénéfique de la pression capillaire et l'effet endommagement de la fissuration est alors clairement mis en évidence aux moyens de sollicitations mécaniques variées, sur des matériaux ayant différents degrés de saturation.

Les conclusions et les perspectives de ce travail sont présentées en fin du mémoire. Les principaux enseignements des investigations expérimentales menées y sont synthétisés, et du fait de l'étendue du travail à réaliser, des directions de recherche concernant les couplages thermo-hydro-mécaniques dans les bétons de l'Andra sont proposées.

# PARTIE 1 : ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE

# Introduction

Afin d'apporter une description la plus précise possible sur des durées importantes, la connaissance du comportement thermo-hydro-mécanique des matériaux cimentaires est nécessaire. En conditions de fonctionnement en formation géologique profonde, les bétons, qui seront mis en place, vont subir des contraintes provenant du milieu géologique d'une part et des déchets d'autre part. Les contraintes mécaniques et hydriques imposées sur les deux faces des ouvrages doivent être décrites. L'objectif du présent travail est donc d'apporter les éléments permettant de quantifier ces processus thermo-hydro-mécaniques.

Cette analyse bibliographique présente un état des connaissances sur les processus associés au phénomène de dessiccation (retrait, fluage en fonction de l'état de saturation) et aux conséquences sur les propriétés physiques des matériaux.

# I Les bétons

# I.1 Le ciment

Le ciment est issu de la cuisson et du broyage d'un mélange d'argiles et de calcaires. Le clinker, issu de ce procédé, est employé pour la préparation d'une majorité des ciments employés en France. Les clinkers peuvent avoir des compositions variables mais les oxydes principaux sont toujours les mêmes : la chaux (CaO), la silice (SiO<sub>2</sub>), l'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) et la ferrite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

Le clinker est un matériau de base auquel on peut trouver nombre d'ajouts pour la préparation des ciments, qui sont disponibles sur le marché. On peut ainsi ajouter, des cendres volantes, des laitiers de hauts fourneaux, ou encore des fumées de silice. On modifie ainsi la composition du ciment et par voie de conséquence ses propriétés (figure 1.1). Les compositions sont normalisées en fonction des compositions et des mélanges (tableau 1.1)



Fig. 1. 1 : Nature chimique des différents types de ciments [Andra 05]

	Ciment Portland	Ciment Portland composé		Ciment de haut fourneau		Ciment pouzzolanique		Ciment au laitier et aux cendres		
	CEM I	CEM II/A	CEM II/B	CEM III/A	CEM III/B	CEM III/C	CEM IV/A	CEM IV/B	CEM V/A	CEM V/B
Clinker (K)	95%	80% ≤94%	65% ≤79%	35% ≤64%	20% ≤34%	5% ≤19%	65% ≤90%	45% ≤64%	40% ≤64%	20% ≤39%
Laitier (S)	*	$6\% \le$ total $\le 20\%$ (fumée de silice $\le 10\%$ )	$21\% \le$ total $\le 35\%$ (fumée de silice $\le 10\%$ )	36% ≤65%	66% ≤80%	81% V95%	*	*	18% ≤30%	31% ≤50%
Pouzzolanes (Z)	*			*	*	*	$\begin{array}{c cccc} 10\% \leq & 36\% \leq \\ total & total \\ \leq 35\% & \leq 55\% \\ (fumée & (fumée \\ de silice & de silice \\ \leq 10\%) & \leq 10\%) \end{array}$	36%≤	$ \begin{array}{c} 18\% \leq \\ \text{total} \\ \leq 30\% \end{array} $	31%≤ total ≤50%
Cendres siliceuses (V)	*			*	*	*		total ≤55% (fumée de silice		
Fumée de silice (D)	*			*	*	*		≤10%)	*	*
Cendres calciques (W)	*			*	*	*	*	*	*	*
Schistes (T)	*			*	*	*	*	*	*	*
Calcaires (L)	*			*	*	*	*	*	*	*
Fillers (F)	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*

 Tab. 1. 1 : Classification des ciments selon la norme EN 206

- Les laitiers proviennent de la trempe des scories des hauts fourneaux de fonderies ;
- Les cendres volantes ont pour origine le dépoussiérage des centrales thermiques fonctionnant au charbon. On distingue deux types de cendres volantes en fonction de leur nature chimique : siliceuses (V) ou calciques (W) [Dupain 95 ; Aitcin 01] ;
- Les fumées de silice sont issues de l'industrie du silicium et sont constituées à plus de 95% de silice.

Ces différents composés, excepté les laitiers de hauts fourneaux, possèdent un caractère pouzzolanique : en présence de clinker et d'eau, ces composés réagissent et modifient la composition du ciment hydraté. Chacun de ces composés présente des propriétés que l'on va utiliser soit à court terme, en améliorant la rhéologie par exemple ou en modifiant la chaleur d'hydratation, soit à plus long terme en modifiant l'hydratation du ciment et les composés formés, donc en modifiant les propriétés chimiques et physiques des matériaux préparés. [Kourounis 07; Vejmelkova 08; Bouikni 09; Aitcin 01; Toutenji 03; Lam 97; Dehghanian 97; Leng 00]

## I.2 L'hydratation du ciment Portland

Un ciment est constitué de phases anhydres qui vont s'hydrater en présence d'eau. C'est l'ensemble de ces réactions que l'on définit comme l'hydratation du ciment. Le clinker, constitutif de l'essentiel de ce que l'on nomme un ciment Portland, peut être pris en exemple pour décrire le processus d'hydratation. Dans le cas de ciments dits « mélangés », les réactions sont identiques, seules vont changer les proportions ou certaines stœchiométries des hydrates formés.

Au contact de l'eau, les phases anhydres du clinker, notamment les silicates tricalciques  $(C_3S)$  et bicalciques  $(C_2S)$ , se dispersent en solution aqueuse pour donner différents ions tels que

 $Ca^{2+}$ , OH<sup>-</sup>, SiO<sub>4</sub>H<sub>2</sub><sup>2+</sup>, SiO<sub>4</sub>H<sub>3</sub><sup>-</sup>, SiO<sub>7</sub>H<sub>4</sub><sup>2</sup>. Une fois que leur seuil de solubilité est atteint, ces anhydres se combinent en molécules hydratées par précipitation puis nucléation. Ce sont des réactions exothermiques car elles mettent en jeu beaucoup d'énergie. La pâte fraiche obtenue se présente comme un système dispersé de grains de silicates [Andra 05 ; Baroghel Bouny 94]. Les équations (1) et (2) représentent les réactions chimiques produites durant l'hydratation et donnant les composés hydratés du matériau, selon [Tazawa 95b] :

$$2C_3S + 6H_2O \to C_3S_2H_3 + 3Ca(OH)_2 \tag{1}$$

 $2C_2S + 4H_2O \rightarrow C_3S_2H_3 + Ca(OH)_2 \tag{2}$ 

Les deux hydrates principalement formés sont les Silicates de Calcium Hydratés de la forme  $C_3S_2H_3$ , notés « CSH » et la Portlantide (Ca(OH)<sub>2</sub> symbolisée « CH »). D'autres composés mineurs sont également formés durant l'hydratation, tels que des hydroxydes d'aluminium, des aluminates de calcium hydratés ou de l'ettringite **[Baroghel Bouny 94]**.

De plus, la quantité d'eau apportée durant la fabrication du matériau est généralement supérieure à la quantité utile à l'hydratation complète du ciment, pour favoriser la maniabilité à l'état frais. Cependant, avec l'avancée de l'hydratation, le cheminement de l'eau jusqu'aux phases anhydres est gêné par les hydrates déjà formés. Ainsi, même si elle ralentit considérablement, l'hydratation se poursuit dans la microstructure du matériau par diffusion de l'eau. La quantité d'eau est généralement rapportée à la quantité de ciment et cela est noté rapport Eau sur Ciment (E/C). Plus le matériau présente un E/C faible, plus sa matrice cimentaire est dense. De ce fait, le rapport E/C est un paramètre qui influence la microstructure se formant durant l'hydratation [Andra 05 ; Aitcin 01].

### I.3 Structure des hydrates formés

Actuellement, la structure des CSH est encore mal décrite et détaillée. Généralement, on qualifie les CSH de « gel CSH », faisant référence à son faible degré de cristallinité et à la présence d'eau dans les molécules **[Baroghel Bouny 94]**.

Le modèle développé par Jennings *et al.* représente la molécule de CSH par trois feuillets lamellaires formant un globule retenant l'eau, comme le montre la figure 1.2 [Jennings 08 ; Chen 04 ; Jennings 00a ; Jennings 00b ; Tennis 00 ; Vlahinic 08].



Fig. 1. 2 : Représentation schématique d'un CSH [Jennings 08]

Il existe d'autres modèles qui détaillent la structure des CSH [**Richardson 08**]. On peut citer celui de Feldman et Sereda (repris par [**Baroghel Bouny 94 ; Yurtdas 03**]). Dans ce modèle, la molécule de CSH se compose d'un assemblage structural de plusieurs feuillets lamellaires dans lesquels l'eau y est retenue par des liaisons hydrogène.



Fig. 1. 3 : Molécule de CSH d'après le modèle de Feldman et Sereda (cité par [Baroghel Bouny 94 ; Yurtdas 03])

Malgré différents modèles, il est encore difficile de conclure sur la structure des CSH. Cependant, il est certain que des transports d'eau ont lieu à cette échelle, pouvant, à terme, conduire à des déformations irréversibles.

Dans la pâte de ciment, les CSH assurent l'essentiel des propriétés mécaniques. En effet, l'arrangement en structures plus ou moins organisées de ces hydrates donne à l'échelle macroscopique une matrice cimentaire mécaniquement résistante.

## I.4 Porosité et distribution de porosité

Un mélange ciment/eau donne une pâte de ciment hydraté (ou pâte). Une pâte et des sables donnent un mortier. Un mortier et des graviers donnent un béton. Les granulats ajoutés modifient la texture et la structure des mortiers et bétons.

L'hydratation des composants que ce soit dans une pâte, un mortier ou un béton, donne un matériau poreux à l'état durci. La porosité est issue d'une part de la microstructure même des hydrates, en particulier des CSH, et d'autre part, des vides laissés par l'eau lors de l'hydratation alors que le système avait déjà commencé à se figer physiquement, ainsi que des bulles d'air piégées durant le malaxage. La porosité peut ainsi être connectée ou occluse et d'une distribution de taille de pores très variable. Certains paramètres physiques sont utilisés pour décrire la porosité : le volume total poreux, le diamètre des pores mais aussi la tortuosité et la constrictivité, décrivant le caractère aléatoire des formes du réseau poreux.

#### Influence de la composition

La porosité, tout comme la distribution de porosité, est influencée par la nature du ciment utilisé. En effet, les différents composants chimiques du ciment anhydre réagissent pour donner différents hydrates dont les compositions et les proportions dans le ciment hydraté conditionnent les propriétés physiques.

Considérons par exemple des résultats de la porosimétrie au mercure effectuée sur deux mortiers fabriqués à base de ciment CEM I ou CEM V/A (figure 1.4) [Perlot 06]. Le volume total poreux du mortier à base de CEM V/A est plus important que celui du CEM I. Toutefois, la porosité est plus fine et distribuée sur une taille de pores plus grande. On voit apparaître en dessous de 20nm, toute la porosité associée aux hydrates.



**Fig. 1. 4 : Influence de la nature du ciment sur la porosité [Perlot 06]** (mortier 1 ⇔ à base de ciment CEM I ; mortier 2 ⇔ à base de ciment CEM V/A)

Ainsi, C. Perlot conclue à l'identification de deux modes poreux, qui sont dépendants de la nature du ciment utilisé : un premier mode dans la porosité capillaire, pour lequel le CEM I présente plus de pores et un second mode dans la porosité des hydrates dominé par le raffinement de porosité du mortier à base de CEM V/A. Cette distribution de porosité différente entre les deux mortiers est imputée aux additions présentes dans le ciment CEM V/A, qui par réaction pouzolanique, conduisent à la formation de produits hydratés supplémentaires. Ces CSH de composition (rapport calcium/silicium – C/S) modifiée réduisent alors la proportion de pores capillaires et raffinent la porosité des hydrates du mortier à base de CEM V/A.

Le rapport E/C du matériau est également un paramètre qui intervient sur la valeur de porosité. En effet, l'essentiel de la porosité capillaire est issue de l'eau restée dans les espaces intergranulaires lors de l'hydratation et qui constitue un réseau d'autant plus important et connecté que le dosage en eau est élevé, comme le montre la figure 1.5 pour des mortiers à base de CEM I 52.5 fabriqués à différents E/C [Aïtcin 01 ; Neville 00 ; Baron 92 ; Lafhaj 06].



Fig. 1. 5 : Influence du rapport E/C sur la porosité ouverte d'un mortier [Lafhaj 06]

Un matériau cimentaire présente donc une porosité bimodale, caractérisée par le réseau de pores capillaires et celui des hydrates. Par ailleurs, les paramètres de composition influencent les propriétés du réseau poreux.

#### L'auréole de transition

Les bétons sont fabriqués avec un mélange granulaire (sable et gravier). Les granulats se comportent comme des inclusions rigides. Leur présence conduit à la formation d'une zone appelée « auréole de transition » sur leur pourtour. De nombreux auteurs ont montré que la porosité totale du béton est influencée par la présence de granulats. Par ailleurs, la porosité mesurée localement présente une forte hétérogénéité en fonction de la distance par rapport au granulat **[Neville 00 ; Lobet 03 ; Basheer 05]**.



Fig. 1. 6 : Mesure de la porosité en un point en fonction de la distance qui le sépare d'un granulat [Neville 00]

La valeur de porosité augmente en réduisant la distance du point de mesure avec le granulat. Ceci est attribué à un effet de paroi (accumulation d'eau au contact des granulats), durant le malaxage, entre les granulats et les particules de ciment **[Neville 00]**. Le résultat est une porosité très importante au contact des granulats qui tend vers celle de la pâte au-delà de quelques dizaines de microns. La porosité totale du béton intègre ces disparités.

## I.5 Développement mécanique du matériau

La résistance mécanique du matériau se développe durant l'hydratation : on parle alors de prise du béton. La formation progressive des hydrates permet l'obtention d'une matrice cimentaire résistante mécaniquement. Ces propriétés mécaniques sont mesurées par des essais de résistance en compression simple normalisés à 28 jours. On trouve parfois des mesures à différentes échéances permettant de suivre cinétiquement l'hydratation des matériaux.

La figure 1.7 montre l'évolution dans le temps de la résistance mécanique d'un béton (E/C=0,49) confectionné avec différents ciments **[Neville 00]**.



Fig. 1.7 : Développement de la résistance mécanique d'un béton (E/C=0,49) [Neville 00]

Le développement des propriétés mécaniques d'un béton est fonction de sa formulation et en particulier de la nature du ciment. Certains ciments comme les CEM I font l'essentiel de leur hydratation très tôt et développent donc l'essentiel de leurs propriétés mécaniques entre un et quelques mois. En revanche, pour des ciments à hydratation plus lente (comme les ciments mélangés, contenant de fortes proportions de laitiers de hauts fourneaux ou de cendres volantes), ce processus peut se dérouler sur plusieurs années.

Un autre paramètre influant sur la résistance mécanique est le rapport E/C. Comme mentionné précédemment, l'augmentation du dosage en eau augmente la porosité capillaire et donc abaisse la compacité. Une conséquence macroscopique de ce processus est une chute des résistances mécaniques, comme le montre la figure 1.8 concernant l'étude d'un béton auto compactant [Neville 00 ; Felekoglu 07 ; Yigiter 07]



L'augmentation du rapport E/C fait donc diminuer la résistance du matériau et ceci quelque soit son âge. Ceci est à relier à la quantité d'eau libre présente au sein du matériau, qui conditionne la porosité et par conséquent la résistance du béton.

## I.6 Propriétés de transfert

Le béton est un matériau poreux. Deux propriétés sont utilisées pour caractériser les transferts, à savoir :

- La perméabilité *K* qui caractérise la faculté du matériau à laisser un fluide s'écouler sous un gradient de pression ;
- Le coefficient de diffusion *D*, qui caractérise la propriété du matériau à se laisser traverser par un fluide sous un gradient de concentration.

L'eau est présente sous différentes formes dans un béton : eau de constitution, eau adsorbée, eau « libre » dans la porosité. Outre sa structure, la saturation du réseau poreux, sa connexion et donc les transferts hydriques associés, conditionnent l'évolution des propriétés de transfert d'un matériau pour les phases gazeuses et les phases aqueuses.

La perméabilité sera plus sensible aux modifications de porosité capillaire et à la microfissuration, alors que la diffusion sera plus sensible aux modifications de porosité des hydrates, de microstructure. Dans les deux cas, la saturation en eau joue un rôle majeur.

# I.6.1 La perméabilité

#### Détermination expérimentale

Le principe de la mesure de perméabilité repose sur la loi de Darcy, qui définit le débit d'écoulement Q dans un milieu poreux de section S et de longueur L avec l'équation (3) :

$$Q = K * S * \frac{\Delta P}{\rho * g * L} \tag{3}$$

où Q est le débit volumique  $[m^3/s]$ ; K la perméabilité [m/s];  $\Delta P$  la variation de pression;  $\rho$  la masse volumique  $[kg/m^3]$ ; g: la gravité  $[m/s^2]$ ; S la section  $[m^2]$  et L la longueur [m]. Cette

loi pose pour hypothèses que le fluide n'interagit pas avec le milieu environnant et que le régime d'écoulement est laminaire.

Il n'existe pas à l'heure actuelle d'essai normé sur la mesure de perméabilité. La difficulté repose sur le respect des hypothèses de la loi de Darcy, en particulier les interactions existantes entre le matériau et le fluide d'injection servant à la mesure. Ainsi, en fonction du fluide utilisé, les interprétations doivent prendre en compte différents phénomènes. On distingue la mesure de perméabilité au gaz et à l'eau.

- La mesure de perméabilité à l'eau pose des problèmes d'interactions chimiques. La matrice cimentaire du matériau peut réagir avec l'eau par réhydratation ou encore lixiviation. Ainsi la microstructure du matériau évolue au cours de l'essai, rendant les interprétations délicates.
- Lors des essais de perméabilité au gaz, si la taille du pore, dans lequel le gaz circule, est inférieure au libre parcours moyen des molécules de gaz, l'écoulement n'est plus laminaire, ne respectant plus la loi de Darcy. Une méthode utilisée consiste à mesurer plusieurs perméabilités apparentes et d'estimer la perméabilité intrinsèque du matériau avec le coefficient de Klinkenberg, qui prend en compte l'effet de glissement des molécules [Klinkenberg 41]. Enfin, la mesure au gaz est également influencée par la saturation en eau des matériaux. La quantité d'eau présente dans le réseau poreux quand le gaz s'écoule peut causer des effets « bouchons », qui gêne le passage des molécules de gaz [Chen 09]. Le protocole de la mesure de perméabilité au gaz impose un séchage du matériau avec prise en compte de la microfissuration induite.

Du fait de ces différentes difficultés, il est difficile de rendre compte du lien entre la microstructure du matériau et sa perméabilité. Il faut donc garder à l'esprit que les résultats de perméabilité ne peuvent être facilement généralisés et reposent beaucoup sur les conditions d'essais.

#### Influence de la composition

La perméabilité d'un béton est conditionnée par différents paramètres de composition. La présence de granulats modifie la microstructure du matériau avec les auréoles de transition, où la porosité est localement plus élevée. De plus, le rapport E/C conditionne la porosité du matériau, et par voie de conséquence la perméabilité. Les travaux de Nayme and Illston mettent en évidence l'effet du rapport E/C sur la perméabilité à l'eau d'un matériau à base de ciment Portland **[Feldman 86]**.



Fig. 1.9 : Influence du rapport E/C sur la perméabilité mesurée à l'eau [Feldman 86]

La diminution du rapport E/C donne un matériau à porosité réduite, ayant des propriétés plus ou moins accentuées, notamment un rayon de pores plus faible, expliquant ainsi la baisse de perméabilité.

Les travaux de Gallé *et al.* montrent que la perméabilité au gaz d'un béton est également dépendante du rapport E/C, ainsi que de la saturation du matériau **[Galle 00]**.



Fig. 1. 10 : Influence du degré de saturation sur la perméabilité au gaz pour différents rapports E/C [Galle 00]

En plus de l'influence du E/C conditionnant la taille des pores, une quantité d'eau importante dans la microstructure du matériau gêne le passage du gaz, réduisant ainsi sa perméabilité.

La perméabilité est également influencée par la nature du ciment utilisé. La réaction pouzzolanique, engendrée par les additions, affine la distribution de porosité du matériau. Cependant cet effet n'améliore pas forcément la perméabilité, comme le montre les travaux de Lawrence, qui a testé trois bétons à base de CEM I avec ou sans additions. La perméabilité au gaz est représentée en fonction de la résistance en compression et des additions incluses **[Lawrence 86]**.



Fig. 1. 11 : Influence des additions sur la perméabilité au gaz d'un béton à base de CEM I avec ou sans additions [Lawrence 86]

Les cendres volantes diminuent la perméabilité, cependant les laitiers l'augmentent. La cinétique de la réaction pouzzolanique de chacun des composés pourrait expliquer ces différences de perméabilité.

#### Influence de la température

L'élévation de température change les caractéristiques des différentes phases du matériau, ainsi la perméabilité est elle aussi dépendante de la température. La dilatation des fluides est caractérisée par des changements de viscosité et masse volumique. Les travaux de Ishida *et al.* présentent les variations de la masse volumique de l'eau liquide en fonction de la température (figure 1.12) **[Ishida 07]**. L'évolution de la viscosité de l'eau en fonction de la température est illustrée figure 1.13 : les valeurs proviennent de la **[base Thermexcel]**.



Fig. 1. 12 : Influence de la température sur la masse volumique de l'eau liquide [Ishida 07]



Fig. 1. 13 : Viscosité de l'eau liquide en fonction de la température [base Thermexcel]

L'évaporation de l'eau, engendrée par la hausse de température, fait décroitre la masse volumique et la viscosité de l'eau liquide. Ainsi, une proportion plus importante de vapeur d'eau prend place dans le réseau poreux, ce qui modifie la perméabilité.

En outre, la phase solide du matériau est également affectée par la hausse de température, à cause de la microfisssuration thermique induite. Sa connexion avec la porosité du matériau donne accès à de nouveaux chemins de perméation. Les travaux de Noumowé mettent en évidence la modification de la microstructure du matériau avec la hausse de température **[Noumowe 96]**.



Fig. 1. 14 : Influence de la température sur la porosité totale du matériau [Noumowe 96]

La hausse de température augmente la porosité totale des matériaux, ouvrant ainsi de nouveaux chemins de perméation.

Par ailleurs, Choinska a mesuré la perméabilité à l'azote d'un béton à base de CEM II sous différentes températures, en cours de chauffage [Choinska 06] ; la figure 1.15 présente ses résultats :



Fig. 1. 15 : Influence de la température sur la perméabilité à l'azote d'un béton [Choinska 06]

L'élévation de température fait augmenter la perméabilité. Puisque ses mesures sont effectuées sous chauffage, Choinska met de côté la fissuration thermique, qui se produit au refroidissement du matériau. De ce fait, elle avance l'hypothèse d'une succion capillaire mise en place par la température et faisant accroître la perméabilité du matériau. Il est certain que la plus ou moins importante quantité d'eau présente dans le réseau poreux gêne l'écoulement d'azote, cependant le lien entre la hausse de perméabilité et la succion capillaire est à considérer avec précaution, puisque la mesure de perméabilité à l'azote a nécessité un séchage, qui a pu induire de la microfissuration expliquant l'augmentation de perméabilité.

## I.6.2 La diffusion

#### Détermination expérimentale

La loi la plus simple pour décrire la diffusion est la première loi de Fick :

$$J_i = -D_i \overline{gradC_i} \tag{4}$$

où  $J_i$  est le flux massique de l'espèce i  $[kg.m^{-2}.s^{-1}]$ ;  $D_i$ : le coefficient de diffusion de l'espèce i  $[kg^{-1}.m^3.s]$  et  $C_i$ : la concentration de l'espèce i.

Notons que cette loi pose l'hypothèse qu'il n'existe pas d'interaction entre les ions de l'espèce i et ceux des autres espèces environnantes. D'autres relations existent pour rendre compte précisément des transports par diffusion dans la matrice cimentaire. Malgré tout, la première loi de Fick est encore généralement utilisée.

La mesure du coefficient de diffusion dépend du traceur utilisé, dont le plus connu pour les matériaux cimentaires est l'ion chlorure. Il existe différentes méthodologies d'essais : en accélérant ou non la diffusion, sur matériau saturé ou « sous eau ». Cependant, les mesures donnent un coefficient effectif et non intrinsèque.

#### Influence de la composition

Le coefficient de diffusion est influencé par la microstructure du matériau, conditionnée par les paramètres de composition. La figure 1.16 montre le coefficient de diffusion effectif obtenu sur des pâtes de ciment de CEM I et CEM V à différents E/C [Richet 04].



Fig. 1. 16 : Influence du rapport E/C et de la nature du ciment sur le coefficient de diffusion effectif [Richet 04]

L'augmentation du rapport E/C est concomitante avec l'augmentation de la porosité, offrant donc plus de chemins de diffusion. Ces résultats montrent également l'influence de la nature du ciment, imputée aux additions présentes dans le CEM V/A qui raffinent le réseau poreux par réaction pouzzolanique. Cependant, le coefficient de diffusion n'étant par définition pas

sensible aux modifications de porosité capillaire, d'autres paramètres influencent certainement ces résultats (tortuosité, constrictivité...).

#### Influence de la température

La dépendance du coefficient de diffusion sur la température a pour origine l'agitation des molécules est fonction de la température. Les travaux de Nguyen *et al.* mettent en évidence l'évolution du coefficient de diffusion de béton à base de CEM I et CEM V/A, sur une gamme de température allant de 5°C à 35°C [Nguyen 09].



Fig. 1. 17 : Influence du rapport E/C sur la perméabilité mesurée à l'eau [Nguyen 09]

La hausse de température montre une augmentation du coefficient de diffusion, cependant les variations sont infimes sur cette gamme de température. Ces résultats sont complétés par ceux de Caré, qui a mesuré le coefficient de diffusion apparent de plusieurs pâtes de ciment en fonction de la température du traitement thermique imposé avant l'essai de diffusion en régime non permanent [Caré 07].



Fig. 1. 18 : Evolution du coefficient de diffusion apparent relatif à l'état sec de trois pâtes de ciment en fonction de la température [Caré 07]



Plus la température du traitement thermique est élevée, plus le coefficient de diffusion relatif à l'état sec est important. Ceci traduit l'apparition de microfissures induites par le traitement

thermique, qui conduisent à l'augmentation des chemins de diffusion. Plus la température est importante, plus la microfissuration est développée, et ce quel que soit le E/C considéré.

Il est donc certain que la hausse de température affecte le coefficient de diffusion, cependant les variations sont dépendantes de la gamme de température imposée, ainsi que des modifications microstructurales induites par la chaleur.

## I.7 Le retrait endogène

La déformation endogène comprend la contraction Le Chatelier et le retrait d'autodessiccation du matériau [Andra 05; Yurtdas 03]. Ces deux phénomènes sont une conséquence de la phase d'hydratation.

La contraction Le Chatelier trouve son origine dans la nature chimique du système réactifs/produits du matériau. Ce mécanisme exprime le fait que le volume des produits hydratés, obtenus après la prise du matériau, est inférieur au volume des anhydres qui ont servi à leur composition [Tazawa 95b]. En outre, la contraction Le Chatelier, bien que tendant vers zéro, se poursuit dans le matériau durci puisque l'hydratation continue après la prise [Tazawa 95c].

Une fois la prise achevée, les différentes phases du matériau cherchent à atteindre un état d'équilibre. L'eau liquide non consommée par l'hydratation va s'équilibrer avec la vapeur d'eau présente dans l'air. Ceci a pour conséquence l'apparition d'une tension superficielle aux interfaces solide/liquide/gaz dans la porosité de la matrice solide et la formation de ménisques d'eau dans les pores. La pression capillaire qui se développe crée des tensions dans la porosité, mettant localement en traction le matériau, ce qui compense cet effet. A l'échelle macroscopique, cela correspond à un retrait, appelé retrait d'autodessiccation ou retrait endogène [Hua 95 ; Baroghel Bouny 94 ; Yurtdas 03 ; Andra 05]. La variation de pression capillaire est le mécanisme prépondérant causant le retrait autodessiccation [Hua 92 : cité par Yurtdas 03]. D'autres mécanismes sont proposés pour expliquer ce retrait : ceci est détaillé au paragraphe II.2.

On définit alors la pression capillaire comme étant la différence de la pression de liquide  $P_{liq}$  et de la pression de gaz  $P_{gaz}$  et influençant les transports d'eau en agissant par dépression.

$$P_{cap} = P_{liq} - P_{gaz} \tag{5}$$

La relation de Kelvin, appliquée à l'eau, permet alors de relier la valeur de dépression capillaire, appelée succion s, à des paramètres mesurables, tels que la température et l'humidité relative :

$$s = \rho_{eau} \frac{RT}{M_{eau}} \ln(HR) \tag{6}$$

où *R* est la constante des gaz parfaits ; *T* : la température [K] ; *HR* : l'humidité relative ;  $M_{_{eau}}$  : masse molaire de l'eau et  $\rho_{_{eau}}$  : la masse volumique de l'eau. La masse volumique de l'eau est fonction de la température ; ses valeurs sont respectivement 998,29 kg/m<sup>3</sup> à 20°C, 988,02 kg/m<sup>3</sup> à 50°C et 971,6 kg/m<sup>3</sup> à 80°C [base Thermexcel]. La succion représente la dépression capillaire, c'est-à-dire l'opposé de la pression capillaire ( $s = -P_{cap} = |P_{cap}|$ ).

L'humidité relative est définie comme le rapport de la pression de vapeur sur la pression de vapeur saturante. En considérant la relation de Kelvin, on constate qu'une augmentation de succion (c'est-à-dire augmentation de la valeur absolue de pression capillaire) est causée soit par une diminution de l'humidité relative, soit par une augmentation de la température. Cette équation permet donc d'estimer la valeur de pression capillaire appliquée dans le matériau grâce aux conditions de température et d'humidité relative de l'environnement extérieur au matériau. Le retrait d'autodessiccation est donc directement influencé par des variations d'humidité relative.

#### Influence de la composition

Le retrait endogène varie en fonction de la formulation du matériau (composants, dosages, ...). La figure 1.19 montre l'influence du rapport E/C sur le retrait endogène d'une pâte de ciment, selon les travaux de Baroghel Bouny [Baroghel Bouny 06 ; Tazawa 95a].



Fig. 1. 19 : Influence du rapport E/C sur le retrait endogène [Baroghel Bouny 06]

La diminution du rapport E/C augmente les amplitudes du retrait endogène. Lorsque ce rapport est faible, les matériaux produits possèdent un réseau poreux très fin et un défaut d'eau très important. Les tensions capillaires sont donc d'autant plus importantes. La contraction de la matrice cimentaire est ainsi plus élevée.

La figure 1.20 met en évidence l'influence de la nature du ciment sur le retrait endogène. Ces résultats proviennent des travaux de G. Camps, qui a mesuré le retrait endogène de bétons à base de ciment CEM I et de CEM V/A sur une durée d'environ 450 jours. Les échantillons sont recouverts d'aluminium autocollant afin de les protéger de la dessiccation **[Camps 08]**.



Fig. 1. 20 : Influence du type de ciment sur le retrait endogène [Camps 08]

Les additions pouzzolaniques du CEM V conduisent à une porosité des hydrates plus fine que celle du CEM I, malgrè le volume poreux total plus important. L'autodessiccation du CEM V conduit à des tensions capillaires plus élevées, qui induisent donc un retrait endogène plus important que celui du CEM I.

## I.8 Acquis et discussion

Le béton est un matériau hétérogène constitué d'une matrice cimentaire, fabriquée à partir d'eau et de ciment, et d'inclusions rigides. En outre, le béton présente un réseau poreux dans lequel les mouvements d'eau sont possibles en faisant intervenir des mécanismes physiques à plusieurs échelles (porosité capillaire, porosité des hydrates) et donnant lieu à un retrait macroscopique. L'autodessiccation du matériau conduit à des pertes d'eau, ce qui a pour conséquence de créer des tensions capillaires dans sa microstructure, induisant du retrait endogène. Ainsi, les capacités de transfert du matériau sont fonction des propriétés microstructurales (porosité, distribution, tortuosité...), mais également de la saturation du matériau.

La microstructure du matériau est conditionnée par de nombreux paramètres de composition, tel que le rapport E/C, la nature du ciment, les granulats, l'ajout d'adjuvants... Dans notre étude, les principaux paramètres de composition sont le rapport E/C et la nature du ciment, qui sont les principales différences des bétons de référence de l'Andra. La réduction du E/C conduit à un volume poreux plus faible et une quantité d'eau libre moins importante dans la microstructure. Un ciment, dont une partie du clinker est substitué par des additions de type laitiers, cendres volantes ou fumée de silice, conduit à un raffinement de porosité, à cause de la réaction pouzzolanique des additions qui s'est développée. Puisque l'amplitude des tensions capillaires est dépendante des propriétés microstructurales, l'effet de chacun de ces paramètres peut être quantifié en fonction des conditions imposées.

Par ailleurs, les conditions thermiques et hydriques influencent également le comportement du matériau. L'augmentation de pression capillaire est causée par une hausse de la température et/ou une diminution de l'humidité relative (équation (6)), accentuant par voie de conséquence le retrait endogène. La température et l'humidité relative sont donc également des paramètres de notre étude.

# II La dessiccation des matériaux cimentaires

Au cours de sa vie, le stockage souterrain sera soumis aux processus de désaturation/resaturation. Le mécanisme de dessiccation va conduire à diverses conséquences détaillées ci-après.

Un matériau cimentaire à l'état d'équilibre présente une phase solide, une phase d'eau liquide et une phase gazeuse, composée d'air sec et de vapeur d'eau. Les interfaces entres ces différentes phases à l'équilibre sont caractérisées par une pression capillaire et une pression de disjonction au sein des zones d'adsorption empêchée (paragraphe II.2) [Benboudjema 02]. Cependant, tout ouvrage est soumis aux variations de son environnement. Les différences de température et hygrométrie entre l'environnement extérieur et le matériau vont entrainer des gradients thermiques et hydriques, qui vont contraindre les phases du matériau à rechercher un nouvel état d'équilibre. Par ailleurs, l'eau est essentielle en ce qui concerne les transports au sein du matériau, car elle permet la circulation de différentes « particules » à travers le réseau poreux. L'étude des transports de l'eau au sein du matériau s'effectue grâce aux isothermes de sorption d'eau.

# **II.1** Principe des isothermes de sorption d'eau

Les isothermes de sorption d'eau sont utilisées pour caractériser le comportement hydrique des matériaux cimentaires. En conditions isothermes, seule la variation d'humidité relative provoque la dessiccation du matériau. En fonction de la valeur imposée, les transports d'eau s'effectuent par divers mécanismes détaillés ci-après.

L'étude des isothermes de sorption d'eau permet de caractériser la microstructure du matériau, notamment la distribution de porosité grâce à l'équation de Kelvin-Laplace appliquée à l'eau. Cette équation relie la valeur d'humidité relative imposée au plus petit rayon r de pore qui fut vidangé. Les pores sont supposés cylindriques et d'accessibilité égale. La loi de Kelvin-Laplace s'écrit :

$$r = -\frac{2\gamma M_{eau}}{RT\rho_{eau}\ln(HR)}$$
(7)

où  $\gamma$  est la tension superficielle de l'eau; R est la constante des gaz parfaits; T: la température (constante car condition isotherme) [K]; HR: l'humidité relative;  $M_{eau}$ : masse molaire de l'eau et  $\rho_{eau}$ : la masse volumique de l'eau.

La diminution d'humidité relative, pour des conditions de température fixées, entraine une dessiccation du matériau. Pour une température proche de 20°C, on distingue trois gammes d'humidité relative pour lesquelles différents mécanismes contrôlent la dessiccation du matériau [**Baroghel Bouny 94**].

Dessiccation aux fortes humidités relatives :

A partir d'un matériau à l'état saturé, une très faible diminution de l'humidité relative amène un écoulement d'eau liquide dans les pores capillaires. La loi de Darcy, appliquée à l'eau liquide, décrit ce transport avec l'équation (8) :

$$J_{liq} = -\rho_{liq} * K_{liq} \overline{gradP_{liq}}$$
(8)

où  $J_{liq}$  est le flux massique d'eau liquide [kg.m<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>];  $\rho_{liq}$  la masse volumique de l'eau liquide [kg/ m<sup>3</sup>];  $K_{liq}$  la perméabilité à l'eau liquide du matériau [kg<sup>-1</sup>.m<sup>3</sup>.s] et  $P_{liq}$  la pression d'eau liquide.

La loi de Darcy peut également être appliquée à la vapeur d'eau. Cependant, ce transport est considéré comme négligeable devant celui de l'eau liquide **[Baroghel Bouny 94]**.

#### Dessiccation aux humidités relatives intermédiaires :

Si l'humidité relative est dans une gamme de valeurs intermédiaires, c'est le mécanisme de transport diffusif, par évaporation/condensation et diffusion surfacique, qui intervient. En effet, la diminution de l'humidité relative fait régresser la phase liquide en faveur de la phase gazeuse et c'est un gradient de concentration qui est moteur de ce transport. La première loi de Fick, appliquée à la vapeur d'eau, permet de décrire ce phénomène :

$$J_{vap} = -D_{vap} \overline{gradC_{vap}}$$
(9)

où  $J_{vap}$  est le flux massique de vapeur d'eau [kg.m<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>];  $D_{vap}$ : le coefficient de diffusion de la vapeur d'eau [kg<sup>-1</sup>.m<sup>3</sup>.s] et  $C_{vap}$ : la concentration en vapeur d'eau.

#### Dessiccation aux faibles humidités relatives :

Aux très faibles valeurs d'humidité relative, la phase liquide du matériau a totalement disparue. C'est majoritairement la phase gazeuse qui est présente dans les pores du matériau, le transport diffusif décrit par Fick continue. En outre, pour cette gamme d'humidité relative, des mouvements de l'eau adsorbée apparaissent aux parois solides du matériau. Ces apports de l'eau adsorbée viennent du mécanisme de diffusion surfacique, qui rompt les interactions entre les molécules d'eau adsorbée et la phase solide.

La figure 1.21 représente schématiquement les différents transports d'eau possibles au sein d'un pore du matériau, lorsque l'humidité relative diminue.



Fig. 1. 21 : Transferts d'humidité possibles au sein d'un pore [Baroghel Bouny 94]

En conditions isothermes, les mécanismes physiques de la dessiccation d'un matériau cimentaire sont donc dépendants du réseau poreux et de l'humidité relative. Cependant, le partage effectué pour une température proche de 20°C peut être remis en question si on suppose que plusieurs mécanismes de séchage s'effectuent en même temps. Dans le cadre de notre étude, la décomposition des mécanismes en fonction de l'humidité relative est posée comme hypothèse pour permettre les comparaisons en fonction des températures imposées.

La conséquence directe de la dessiccation d'un matériau cimentaire est le retrait de dessiccation, détaillé dans le paragraphe suivant.

## **II.2** Le retrait de dessiccation

Le retrait de dessiccation est la déformation macroscopique causée par la dessiccation du matériau cimentaire. Trois mécanismes sont avancés pour expliquer physiquement le retrait de dessiccation (et celui d'autodessiccation) en conditions isothermes **[Kovler 06]**.

Le premier mécanisme du retrait de dessiccation est la variation de pression capillaire au sein du matériau qui augmente avec la diminution de l'humidité relative environnante. Cela a pour conséquence la contraction locale de la matrice cimentaire qui à l'échelle macroscopique donne un retrait (figure 1.22).



La variation de la pression de disjonction est le second mécanisme donnant lieu à un retrait. Il existe une zone au sein d'un matériau cimentaire où l'adsorption libre de l'eau est gênée par la taille du pore dans lequel le phénomène a lieu. En effet, comme le montre la figure 1.23, un pore n'ayant plus d'espace à offrir pour l'adsorption d'une nouvelle couche d'eau correspond à une zone d'adsorption empêchée. Ainsi, cette zone est soumise à une pression qui s'oppose aux forces d'attraction des molécules de CSH, appelée pression de disjonction [Bazant 72 cité par Benboudjema 02].



Fig. 1. 23 : Représentation schématique de la pression de disjonction dans une zone d'adsorption empêchée [Benboudjema 02]

De ce fait, la pression de disjonction est reliée aux couches d'eau adsorbée, c'est-à-dire à la saturation en eau du matériau. Le nombre de couches d'eau adsorbée varie au sein des zones d'adsorption empêchée en fonction de l'humidité relative environnante, ce qui influence la pression de disjonction. Elle est alors maximale à l'état saturé et décroit sous dessiccation. La
variation de pression de disjonction est définie par l'équation de Kelvin (équation (6)), comme pour la pression capillaire **[Mounanga 03]** et elle est schématisée figure 1.24 :

$$P_{disj} = \rho_{eau} \frac{RT}{M_{eau}} \ln(HR)$$
(10)

où *R* est la constante des gaz parfaits ; *T* : la température [K] ; *HR* : l'humidité relative ;  $M_{eau}$  : masse molaire de l'eau et  $\rho_{eau}$  : la masse volumique de l'eau. La masse volumique de l'eau est fonction de la température ; ses valeurs sont respectivement 998,29 kg/m<sup>3</sup> à 20°C, 988,02 kg/m<sup>3</sup> à 50°C et 971,6 kg/m<sup>3</sup> à 80°C [base Thermexcel].



Fig. 1. 24 : Schématisation du retrait par variation de pression de disjonction

Le troisième mécanisme mis en avant est la variation des tensions superficielles des molécules d'eau adsorbées sur les hydrates du matériau. Lorsque l'humidité relative est inférieure à 40%, les couches d'eau adsorbées aux hydrates diminuent, ce qui augmente les tensions superficielles qui existent entre les CSH et les molécules d'eau encore adsorbées. Ainsi, la matrice cimentaire se contracte localement pour compenser la variation des tensions superficielles des couches d'eau adsorbées, induisant un retrait à l'échelle macroscopique. Il est possible de définir le gonflement linéaire  $\frac{\Delta l}{l}$  produit par l'adsorption d'eau sur la paroi solide par l'équation (11) [Mounanga 03] :

$$\frac{\Delta l}{l} = A(\gamma_0 - \gamma) \tag{11}$$

où  $\gamma_0$  est l'énergie superficielle de l'interface sans eau adsorbée ;  $\gamma$  est l'énergie superficielle de l'interface avec eau adsorbée et *A* constante dépendant du matériau et de sa structure.

Actuellement, bien que nous connaissions les mécanismes du retrait de dessiccation, la prépondérance d'un des mécanismes en fonction de l'humidité relative diffère selon les auteurs **[Xi 92]**. Cependant, afin de décrire le plus précisément le comportement hydrique du matériau, il est utile de définir quel mécanisme est mis en jeu en fonction des conditions de dessiccation imposées.

#### Influence de la composition

Le retrait de dessiccation dépend des paramètres de composition du matériau. Le rapport E/C (et donc la porosité) influence l'amplitude du retrait de dessiccation, comme le montrent les résultats expérimentaux de Ma *et al.*, qui mesurent le retrait de dessiccation d'un mortier avec différents rapports E/C [Ma 07 ; Rougelot 08].



Fig. 1. 25 : Influence du rapport E/C sur le retrait de dessiccation [Ma 07]

La hausse du rapport E/C accroît les déformations de retrait de dessiccation. L'augmentation de la proportion d'eau libre au sein du réseau poreux, lui-même de volume plus important, conduit à une matrice cimentaire moins dense et plus sensible aux mouvements de l'eau. Ainsi, sous l'effet de la pression capillaire, la matrice cimentaire présente une contraction locale plus importante et cela donne, à l'échelle macroscopique un retrait de dessiccation plus important.

La nature du ciment est aussi un paramètre qui influence le retrait de dessiccation [Kanna 98; Collins 00; Mokarem 05]. Jianyong *et al.* ont mesuré le retrait de dessiccation de trois bétons fabriqués de ciment Portland, avec ou sans additions, et constatent la similitude du retrait des bétons additionnés par rapport à celui à base de ciment Portland [Jianyong 01].



Fig. 1. 26 : Influence de la nature du ciment sur le retrait de dessiccation [Jianyong 01] (Concrete  $A \Leftrightarrow à$  base de ciment Portland ; Concrete  $B \Leftrightarrow 30\%$  du poids du ciment remplacé par laitiers de hauts fourneaux ; Concrete  $C \Leftrightarrow 30\%$  du poids du ciment remplacé par laitiers de haut fourneaux et 10% de fumée de silice)

Le raffinement de porosité et l'augmentation de densité du matériau, causés par les additions de laitiers et de fumées de silice, sont les causes de la diminution du retrait de dessiccation.

#### Influence de la température

L'augmentation de la température fait accroitre la dépression capillaire, mise en évidence par la relation de Kelvin (équation (6)). Ceci aura pour conséquence d'intensifier la contraction locale de la phase solide du matériau, ce qui donne à l'échelle macroscopique un retrait plus important et donc un risque de fissurations plus élevé. De la même manière, la pression de disjonction va évoluer avec la température. En effet, l'élévation de température diminue le nombre de couches d'eau adsorbée, ce qui fait diminuer la pression de disjonction, causant un retrait de dessiccation plus important.

#### **II.3** Effets mécaniques de la dessiccation

Les retraits que présente le béton au cours de sa vie peuvent induire de la microfissuration. L'apparition de fissures affecte sa durabilité, en accentuant les transports d'eau. Deux effets structuraux, détaillés ci-après, sont engendrés par le couplage de la température, de la dessiccation et des retraits induits : l'effet des granulats et les contraintes induites par les gradients hydriques. Ceci explique pourquoi nous considérons que cette étude concerne un couplage thermo-hydro-mécanique.

Comme énoncé précédemment, la présence de granulats fait apparaître à l'interface pâte de ciment/granulat, une auréole de transition. Cette zone plus poreuse représente la zone la plus faible du matériau à l'échelle microscopique. Ainsi, puisque les granulats ne sont pas affectés par la dessiccation du matériau et que le retrait de dessiccation est induit par la matrice cimentaire, les comportements rhéologiques différents des composants du béton sont, d'un point de vue microstructural, la cause d'une microfissuration qui se développe au sein du matériau [**Bisschop 02 ; Rougelot 08**] Rougelot a mesuré le retrait de dessiccation de pâtes de ciment à différents E/C, ainsi que leur mortier correspondant (figure 1.27).





Les résultats mettent en évidence l'influence des granulats sur le retrait de dessiccation. En effet, l'inclusion de granulats diminue le retrait de dessiccation car ils ne se déforment pas sous dessiccation et de ce fait, ils retiennent une partie des déformations.

En outre, Bisshop et Van Mier ont analysé la microfissuration induite par la dessiccation des matériaux cimentaires [Bisschop 01 ; Bisschop 02a ; Bisschop 02b ; Shiotani 03 ; Bisschop 08a ; Bisschop 08b]. En considérant tout d'abord une pâte de ciment, ils ont montré, au moyen de l'émission accoustique, que la microfissuration apparaît perpendiculairement à la surface de séchage et se propage parallèlement à cette surface.



Fig. 1. 28 : Microfissuration induite après 16h de dessiccation d'une pâte de ciment [Shiotani 03]

En plaçant des capteurs d'émission acoustique aux positions repérées par des cercles (figure 1.28a), ils ont pu mesurer les fissures induites par la dessiccation selon trois coupes transversales (figure 1.28b).

En reproduisant ce test avec un matériau composite, fabriqué à partir de pâte de ciment et de billes de verre, la propagation de fissures induites par la dessiccation est accentuée autour des billes de verre (figure 1.29).



Fig. 1. 29 : Microfissuration induite après 16h de dessiccation d'un matériau composite [Shiotani 03]

Le second effet structurel de la dessiccation provient de la non-uniformité des gradients hydriques dans le matériau. En effet, la dessiccation est un phénomène extrêmement lent qui débute du bord du matériau jusqu'à son cœur faisant apparaître des gradients hydriques non uniformes. Si ces gradients sont trop importants, ils peuvent causer de la microfissuration en surface du matériau, afin de compenser les différences de contraintes entre le bord et le cœur du matériau [Bazant 71 ; Baroghel Bouny 94, 99] (figure 1.30).



Fig. 1. 30 : Représentation schématique des gradients hydriques non uniformes [Baroghel Bouny 94 ; 99]

#### Influence de la température

La température influence également l'apparition de la microfissuration. Puisque la quantité d'eau liquide diminue en faveur de la vapeur d'eau avec la hausse de température, la pression de gaz au sein du matériau augmente. En étudiant l'effet d'un traitement thermique sur des

pâtes de ciment durcies, Caré observe de la fissuration à partir de 45°C [Caré 08] (figure 1.31).



 Sample A-III
 Sample A-IV

 Fig. 1. 31 : Fissuration observée sur des pâtes de ciment après traitement thermique [Caré 08]

 (A ⇔ E/C=0,35 ; III ⇔ traitement thermique à 80°C ; IV ⇔ traitement thermique à 105°C ; Lw ⇔ ouverture moyenne de la fissure ; Lm ⇔ espacement moyen des fissures)

L'apparition de contraintes due à l'augmentation de la pression de vapeur d'eau dans un pore isolé cause de la fissuration qui augmente la connectivité du réseau poreux. Les résultats de Caré nous poussent à nous demander si cette fissuration thermique apparaitrait aussi dans le cas d'un béton. En effet, la présence des granulats dans nos bétons devrait empêcher la propagation de cette fissuration thermique. Cependant, la dilatation thermique des granulats et celle de la matrice cimentaire sont différentes, ce qui pourrait amener cette fissuration.

#### II.4 Acquis et discussion

Les mécanismes de dessiccation induisent un retrait, qui peut conduire à l'apparition de microfissuration dans la microstructure du matériau, ce qui affecte sa durabilité. Les mécanismes de la dessiccation, ainsi que ceux du retrait de dessiccation sont fonction de la température et de l'humidité relative. L'étude en parallèle de plusieurs matériaux sous de nombreuses conditions thermiques et hydriques permet de rendre compte de la prépondérance de chacun des mécanismes, ainsi que des effets induits dans la microstructure du matériau. Généralement, les études concernent l'influence de la température ou celle de l'humidité relative, cependant l'influence couplée de ces paramètres est très peu analysée, à cause de la difficulté à « délimiter » chacun de ces mécanismes. C'est le premier objectif de cette présente étude.

# III Couplage hydro-mécanique : influence de la dessiccation sur le comportement mécanique du matériau

Le cadre de notre étude nous amène à caractériser le comportement mécanique des bétons sous un couplage thermo-hydro-mécanique. Il existe peu de données expérimentales, ce qui nécessite de travailler par étapes. Ainsi l'étude fut décomposée et la première étape concerne le couplage thermo-hydro-mécanique à température ambiante, c'est-à-dire à 20°C.

Le comportement mécanique des matériaux cimentaires dépend de l'état hydrique. En effet, tout comme la matrice cimentaire, la phase liquide du matériau reprend une partie des charges appliquées à la structure. Par conséquent, la dessiccation influence les propriétés mécaniques.

- A court terme, la résistance est dépendante de l'état hydrique et ainsi la sollicitation appliquée engendre une compétition entre les mécanismes de transferts hydriques et ceux liés au comportement mécanique du matériau.
- A long terme, le comportement différé du matériau est également influencé par la dessiccation. Les déformations de fluage sous dessiccation s'additionnent à celle du fluage propre. La conséquence de cette amplification des déformations de fluage se retrouve dans les transports d'eau, accélérés par la contrainte imposée.

Ces deux « étapes » sont décrites dans ce qui suit, en décrivant distinctement les processus « courts termes » et les processus « longs termes ». Ainsi, le premier paragraphe est consacré au comportement mécanique à court terme en fonction de l'état de saturation du matériau. Le fluage de dessiccation, détaillé dans le paragraphe suivant, englobe l'étude du comportement à long terme du matériau.

# **III.1** Comportement mécanique en dessiccation à court terme

La description du comportement mécanique à court terme fait référence à la résistance du matériau et à l'évolution des coefficients élastiques. Ce comportement est quantifié par différents essais. Il est fonction de la sollicitation appliquée et de la forme des échantillons **[Di Maio 96]**. Dans le cadre de notre étude, les sollicitations de compression et de traction sont étudiées et comparées.

L'analyse du comportement en traction regroupe les essais par fendage et par flexion trois points. En compression, le comportement du matériau est étudié en fonction de la forme des échantillons et du type de chargement (uniaxial ou triaxial).

#### III.1.1 Sous sollicitation de compression

Le comportement en compression dépend du caractère uniaxial ou triaxial de la sollicitation appliquée. La propagation de la microfissuration pour donner des macrofissures cause la rupture des échantillons. Lors de l'essai triaxial, le matériau est confiné, puis on lui applique une contrainte axiale. La fermeture des microfissures par le confinement explique l'augmentation de la résistance dans ce type d'essai.

La caractérisation d'un essai de compression se fait également en suivant l'évolution du module de Young E et du coefficient de Poisson v. L'analyse de l'influence de l'état de saturation sur leur évolution est détaillée au paragraphe III.1.1.3.

Lors d'un essai de compression simple, le matériau est sollicité axialement jusqu'à rupture. Avant d'atteindre la contrainte maximale, des cycles de chargements/déchargements peuvent être appliqués afin de suivre l'évolution des caractéristiques du matériau. Quatre phases sont distinguées durant un essai de compression :

- la première phase correspond à la réponse élastique du matériau jusqu'à environ la moitié de la contrainte de rupture. Les déformations engendrées par l'application de la charge sont réversibles ;
- ensuite, la phase plastique induit des déformations irréversibles pour une contrainte aux alentours de 80% de la valeur de rupture. La microfissuration se développe principalement dans les auréoles de transition ;
- à l'approche de la contrainte maximale, l'échantillon présente un comportement dilatant, traduit par l'augmentation du coefficient de Poisson. La macrofissuration apparaît grâce à la connexion des microfissures ;

• après la rupture du matériau, une phase d'adoucissement se manifeste, caractérisant son effondrement.

Lors d'un essai en compression triaxiale, une phase de serrage peut apparaître, correspondant à la fermeture des microfissures présentes au sein du matériau avant l'essai. La figure 1.32 présente l'évolution classique des déformations en fonction de la contrainte appliquée, pour un essai de compression triaxiale sous un faible confinement, ainsi que les différentes phases de l'essai [**Burlion 02**].



Fig. 1. 32 : Evolution des déformations en fonction de la contrainte lors d'un essai de compression triaxial sous faible confinement [Burlion 02]

L'état hydrique du matériau influence son comportement mécanique. La tendance actuelle pour étudier ce couplage consiste à mesurer la résistance d'un même matériau à différents états de saturation [Pihlajavaara 74; Okajima 80; Popovics 86; Bartlett 94; Torrenti 87: cités par Burlion 02; Yurtdas 03; Rougelot 08].

#### **III.1.1.1** Evolution de la résistance uniaxiale

L'étude du comportement en compression simple en fonction de l'état de saturation donne des tendances différentes. Ainsi certains auteurs trouvent une amélioration de résistance avec la dessiccation [Yurtdas 03 ; Yurtdas 04 ; Burlion 03 ; Burlion 05 ; Bartlett 94; Popovics 86], tandis que d'autres trouvent une évolution plus « aléatoire » [Okajima 80 ; Pihlajavaara 74]. Ces tendances différentes s'expliquent par les méthodes de fabrication et de cure des échantillons.

Pour analyser le comportement mécanique du matériau en fonction de la dessiccation, nous allons nous appuyer sur les résultats de Burlion *et al.*, qui présentent les mêmes conditions de fabrication et de cure que nos matériaux **[Burlion 03]**.



Fig. 1. 33 : Influence de la perte en poids d'un mortier normalisé sur sa résistance en compression uniaxiale [Burlion 03]

Burlion *et al.* ont testé en compression simple des éprouvettes de mortier en fonction de leur état de saturation (saturé, sec et à dessiccation contrôlée). La résistance obtenue pour chacun des échantillons est reliée à sa perte en poids, renseignant sur son état de saturation.

Les résultats montrent que la dessiccation peut être bénéfique à la résistance en compression. La succion capillaire est avancée pour expliquer cette augmentation de la résistance avec la diminution de la saturation du matériau. En effet, la dépression capillaire est l'une des causes du retrait de dessiccation. Le matériau ainsi contracté localement sera plus résistant qu'à l'état saturé. La seconde hypothèse fait référence aux gradients hydriques, causant l'un des effets structurels de la dessiccation. La non-uniformité des gradients hydriques entre le cœur et la surface du matériau amène également une contraction de la matrice cimentaire, ce qui a pour conséquence l'amélioration de la résistance.

#### Influence de la composition

En outre, le comportement mécanique d'un matériau cimentaire soumis à la dessiccation est dépendant de son rapport E/C. La figure 1.34 rapporte les résistances en compression obtenues par Yurtdas *et al.* sur deux mortiers, différenciés par leur E/C [**Yurtdas 06**].



Le comportement du mortier à E/C=0.8 se différentie de celui à E/C=0.5 par la diminution de résistance observée à l'état sec. Yurtdas *et al.* estiment que l'influence de la variation capillaire dans le mortier E/C=0.8 ne permet plus de compenser la microfissuration qui se développe durant l'essai, pour un état de saturation inférieur à celui présentant une augmentation de résistance de 32% par rapport à l'état saturé.

#### **III.1.1.2** Evolution de la résistance déviatorique

L'essai de compression considéré dans ce paragraphe est un essai de révolution conduit par l'application d'un confinement et d'une contrainte déviatorique.

Le comportement d'un matériau cimentaire lors d'un essai de compression triaxiale est avant tout dépendant de la pression de confinement appliquée. La figure 1.35 montre les résultats de Jamet **[Jamet 86 ; Rutland 97 ; Van Mier 84]**.



Fig. 1. 35 : Influence de la pression de confinement sur la résistance [Jamet 86]

La contrainte de rupture augmente avec le confinement. L'augmentation de la pression de confinement amène la fermeture des microfissures qui peinent à se propager dans le matériau, le rendant ainsi plus résistant.

Par ailleurs, le comportement du matériau est fonction de la pression de confinement appliquée, comme le montre la figure 1.36 [Burlion 03]. Plus le confinement est fort, plus la propagation des fissures est retenue et ainsi, plus la résistance est importante, induisant au béton est un comportement de plus en plus durcissant.



Fig. 1. 36 : influence du confinement sur le comportement du matériau [Burlion 03]

Dans le cas de notre étude, notre objectif est de comparer le comportement du matériau sous compression uniaxiale ou triaxiale en fonction de la saturation du matériau. Le confinement retenu est de 5 MPa et par conséquent, le comportement attendu du matériau est adoucissant.

Nous considérons maintenant le travail de Yurtdas **[Yurtdas 03]**, qui a étudié le couplage hydro-mécanique sur des mortiers. Ces résultats sont intéressants pour notre étude car les

conditions de fabrication et de cure du matériau sont identiques aux notres. Yurtdas a effectué cette analyse en fonction de la sollicitation appliquée (uniaxiale ou triaxiale). Ses résultats sont donnés par la figure 1.37 :



Fig. 1. 37 : Résultats de la résistance en compression simple et triaxiale d'un mortier en fonction de la perte en poids [Yurtdas 03]

Les résultats de Yurtdas montrent une amélioration de la résistance avec la dessiccation du matériau dans les deux cas de chargement. L'augmentation de pression capillaire avec le séchage du matériau, ainsi que l'effet structurel des gradients hydriques induisent un état précontraint, ce qui rend le matériau plus résistant.

Les résultats indiquent également que l'augmentation de la résistance dans le cas triaxial est supérieure à celle de la résistance uniaxiale. La pression de confinement appliquée (15 MPa) amènerait un retard de la propagation des fissures, permettant une résistance accrue.

#### III.1.1.3 Comparaison des propriétés élastiques

En ce qui concerne les propriétés élastiques, des différences sont également présentes dans les évolutions données dans la littérature **[Okajima 80 ; Torrenti 87]**.

Notre objectif se focalisant sur la compréhension des évolutions des coefficients élastiques en fonction du type de compression, nous nous appuyons sur l'analyse menée par Yurtdas sur la dessiccation d'un mortier avec un rapport E/C=0,5. La figure 1.38 présente l'évolution du module de Young et celle de l'évolution du coefficient de Poisson est illustrée par la figure 1.39. Ces courbes sont données en fonction de la perte en poids des éprouvettes **[Yurtdas 03]**.



Fig. 1. 38 : Evolution du module de Young en fonction de la perte en poids d'un mortier à E/C=0,5 [Yurtdas 03]



Fig. 1. 39 : Evolution du coefficient de Poisson en fonction de la perte en poids d'un mortier à E/C=0,5 [Yurtdas 03]

Nous constatons tout d'abord que les coefficients élastiques initiaux suivent la même tendance dans les deux cas de chargement. Le confinement appliqué en compression triaxiale n'influence pas les coefficients élastiques initiaux, certainement à cause de sa faible valeur (15 MPa).

Les tendances des coefficients élastiques montrent deux parties : une première pour une variation de masse inférieure à 3% où les coefficients restent constants et une seconde partie, pour des pertes de masse supérieures à 3%, qui présente une diminution jusqu'à l'état sec. Cette valeur « limite » de 3% se retrouve également sur la courbe qui relie le retrait et la perte de masse correspondant à l'apparition de la microfissuration. L'effet de compétition entre les effets structurels des gradients hydriques et la succion capillaire est alors mis en exergue : tant que les effets de la pression capillaire sont prépondérants, les propriétés élastiques n'évoluent pas. Une fois que la microfissuration, induite par les gradients hydriques, ne peut plus être compensée par l'état précontraint du matériau, les propriétés élastiques diminuent avec la microfissuration. Yurtdas conclue à l'existence d'un endommagement hydrique qui conditionne l'endommagement mécanique.

Par ailleurs, Burlion *et al.* font une comparaison entre le mortier normalisé et un béton. La comparaison de l'évolution du module de Young en fonction de la perte en masse est présentée dans la figure 1.40 [**Burlion 02**]. Dans cette étude, le mortier correspond au mortier à E/C=0,5 analysé par Yurtdas, présenté précédemment.



Fig. 1. 40 : Evolution du module de Young d'un mortier normalisé et d'un béton sous dessiccation [Burlion 03]

L'évolution du module de Young du béton est plus importante que celle du mortier. Ces résultats mettent en évidence l'influence de l'effet de structure imposé par la présence des granulats. Ils ne sont pas sensibles à la dessiccation, induisant de la microfissuration aux auréoles de transition. Ainsi, la charge mécanique imposée au béton aide à la propagation de la microfissuration de dessiccation, significative de la diminution du module de Young. L'effet de structure des granulats, induit par la dessiccation, est plus prononcé pour un béton à cause des interfaces pâte de ciment/granulat plus importantes que dans le mortier. Burlion *et al.* concluent alors que l'endommagement hydrique affecte plus le comportement mécanique du béton que celui du mortier, à cause de la présence de gros granulats.

#### **III.1.2** Sous sollicitation de traction

La traction est étudiée avec les essais de traction par fendage et ceux de flexion trois points. Le principe de ces essais repose sur l'application d'une charge de compression, engendrant des contraintes de traction au sein du matériau. La résistance déterminée dans ces essais correspond à une résistance en traction.

Le comportement en traction en fonction de l'état hydrique du matériau est peu étudié **[Butcher 57 ; Hanson 68 : cité par Rougelot 08]**. Les paragraphes suivants résument les résultats du couplage hydro-mécanique sous traction, en fonction de l'essai effectué.

#### **III.1.2.1** La traction par fendage

L'évolution de la traction par fendage montre une augmentation de résistance avec la dessiccation. Cependant, l'amplitude de cette augmentation diffère énormément selon les auteurs **[Butcher 57 ; Hanson 68 : cité par Rougelot 08]**.

L'évolution de la résistance en fonction de l'humidité relative a été étudiée par Rougelot sur un mortier à base de ciment CEM II et à E/C=0,5 (figure 1.41) **[Rougelot 08]**.



Fig. 1. 41 : Evolution de la résistance en traction en fonction de l'humidité relative imposée [Rougelot 08]

Rougelot a mesuré la résistance en traction par des essais brésiliens sur des échantillons soumis à différentes humidités relatives. Ainsi, l'évolution des résistances en traction est fonction de l'humidité relative imposée au matériau. Les différents degrés de saturation du matériau, obtenus par l'analyse des isothermes de désorption en eau sont également reportés sur le graphique.

Ces résultats mettent en évidence que la dessiccation du matériau accroît la résistance en traction du mortier. Le séchage accentue la dépression capillaire, causant ainsi un état précontraint du matériau, ce qui lui permet d'être plus résistant. L'augmentation de résistance est également attribuée à l'effet structurel causé par la non-uniformité des gradients hydriques entre les bords et le cœur de l'éprouvette, engendrant également une précontrainte au sein du matériau séché.

Par ailleurs, Rougelot présente également ces résultats pour un mortier à E/C=0,8 et constate une diminution de résistance avec l'augmentation du E/C et ce quelque soit l'humidité relative considérée. Un rapport E/C plus élevé donne un matériau à plus grande porosité, induisant ainsi des résistances plus faibles et des pertes d'eau plus importantes, à même humidité relative par rapport à un matériau à E/C plus faible.

#### **III.1.2.2** La traction par flexion

Il existe peu d'études discutant de l'effet de la dessiccation sur le comportement mécanique en flexion trois points **[Hotta 95 ; Kanna 98 ; Walker 57 : cité par Yurtdas 03 et Rougelot 08]**. De plus, les résultats présentent parfois des tendances contradictoires.

Les résultats de Kanna montrent une augmentation de la résistance en traction par flexion avec la diminution de l'humidité relative, sur des mortiers à base de ciment Portland contenant ou non des laitiers et/ou des cendres volantes.



Fig. 1. 42 : Evolution de la résistance en traction par flexion sur un mortier additionné ou non [Kanna 98]

Ces premiers résultats mettent en évidence que la nature du ciment influence les propriétés du matériau soumis à la dessiccation. Les additions engendrent des microstructures plus fines que celle à base de ciment Portland. Ainsi sous dessiccation, les contraintes développées sont différentes, ce qui accentue ou non la rupture du matériau.

L'étude menée par Hotta *et al.* compare les résistances en flexion trois points en fonction du traitement imposé au matériau (figure 1.43) **[Hotta 95]**. Hotta étudie deux mortiers à différents E/C (E/C=0,3 et E/C=0,5) et il a considéré deux formes de séchage : un séchage monotone *(monotonous drying test)* et une combinaison de séchages *(reiterative drying test)*. Pour chacune de ces formes de séchage, trois procédures sont suivies :

- la procédure « *water curing* » consiste à laisser l'échantillon sous eau jusqu'au jour d'essai, les résistances mesurées sont les références de l'étude ;
- la procédure « *after drying* » indique que le matériau est soumis à un séchage à 18°C et HR=43% un jour avant l'essai (précédemment il est soit resté sous eau *(monotonous drying test)* ou a subi une combinaison de séchages et maturations d'une journée *(reiterative drying test)*);
- la procédure « *water curing after drying* » indique que le jour précédent l'essai, le matériau est de nouveau sous eau.

Enfin, ces procédures sont suivies pour effectuer des essais à 5, 9 ou 28 jours. La figure 1.43 en partie haute illustre ces différentes procédures de séchages et la partie basse regroupe tous les résultats obtenus.



Fig. 1. 43 : Influence du traitement imposé (séchage ou approvisionnement en eau) sur la résistance en flexion trois points d'une pâte de ciment [Hotta 95]

Nous constatons tout d'abord que les deux formes de séchage (monotonous drying test et reiterative drying test) donnent les mêmes tendances. En considérant la résistance obtenue avec la procédure « water curing » comme référence, nous remarquons que la résistance du matériau obtenue par la procédure « after drying » montre une diminution d'environ 1/3, quel que soit le E/C considéré. La microfissuration induite par le retrait de dessiccation serait la

cause de la baisse de la résistance en flexion trois points avec le séchage du matériau. Enfin, la résistance de la procédure *« water curing after drying »* est généralement équivalente à celle obtenue en *« water curing »*. Cela montre le rôle de l'eau liquide sur la redistribution de la contrainte mécanique durant l'essai.

Les résultats de Hotta *et al.* montrent une évolution de résistance avec la dessiccation (diminution de la résistance sous procédure « *after drying* » par rapport à celle « *water curing* ») inverse à celle de Kana *et al.* La propagation de la fissuration de séchage est l'effet de dessiccation prépondérant, par rapport à l'effet de la pression capillaire. L'évolution de la résistance en flexion trois points présente des tendances dissemblables en fonction des études considérées. Les conditions de fabrication et de cure des échantillons sont certainement les causes de cette différence de tendance. Par ailleurs, ces résultats nous permettent de poser l'hypothèse qu'un effet de compétition entre les mécanismes de la dessiccation apparaît lors de la flexion trois points. La prépondérance d'un mécanisme sur l'autre dépendrait du traitement (fabrication, cure, conditionnement, stockage) imposé au matériau avant l'essai, mais également de la stabilité hydrique des échantillons.

# **III.2** Comportement mécanique à long terme : le fluage de dessiccation

Lorsqu'on applique une contrainte continue dans le temps sur un matériau cimentaire, sa tendance est de fluer. Cette déformation, souvent différée, est issue d'un processus très lent et ne concerne donc qu'une évolution à très long terme. Le fluage se produit sous différents types de chargement. Dans le cas présent, nous n'étudions que le cas de compression uniaxiale.

En fonction des conditions environnementales imposées à la structure concernée, le fluage sera de nature différente. Sans échange hydrique et thermique avec l'extérieur, du fluage propre apparaît. Cependant, si un déséquilibre existe entre l'état hydrique du matériau et celui de l'environnement, la structure présente alors du fluage propre et du fluage de dessiccation.

En outre, la nature du fluage agissant sur le matériau induit un comportement différent. Ce phénomène est appelé « effet Pickett », du nom du premier chercheur ayant constaté cette différence. Dans le cas du fluage propre, la tendance observée relie la quantité d'eau libre à l'amplitude du fluage : moins il y a d'eau libre, moins le matériau flue. Cependant, si le matériau subit un séchage, l'amplitude du fluage augmente avec la diminution de l'hygrométrie. La figure 1.44 montre un exemple des différents fluages possibles [Acker 01].



Fig. 1. 44 : Fluage propre (état sec ou non) et fluage de dessiccation [Acker 01]

Les courbes noires mettent en évidence le rôle de l'eau évaporable sur le fluage propre : le matériau, ayant préalablement subi un séchage pour lui ôter toute eau évaporable, ne flue pratiquement pas ; tandis que le matériau gardé dans son état hydrique initial sans déséquilibre hygrométrique atteint pratiquement 300  $\mu$ m/m de fluage propre. Ceci confirme que l'amplitude des déformations de fluage propre est dépendante de la quantité d'eau évaporable présente au sein du matériau. L'application de la contrainte met donc en mouvement cette eau dans le réseau poreux. Par ailleurs, ce même matériau en condition de déséquilibre hygrométrique (courbe blanche) flue jusqu'à des amplitudes supérieures, atteignant plus de 500  $\mu$ m/m. Ce résultat semble contradictoire avec la tendance donné en fluage propre. Cela indique que la présence d'un gradient hydrique modifie la nature du comportement du matériau sous fluage.

Afin d'expliquer physiquement cette différence de comportement de fluage en fonction des conditions hydriques, il faut s'intéresser à l'aspect microstructural du matériau. De nombreux chercheurs se sont penchés sur le sujet et ainsi de nombreuses théories, présentées ci-après, tentent d'expliquer le fluage en se basant sur une description microstructurale des matériaux **[Tamtsia 00 ; Beboudjema 02 ; Berthollet 03]**.

Expérimentalement, les mesures effectuées représentent du fluage total avec ou sans dessiccation. En conditions endogènes, la mesure correspond à la somme des déformations de fluage propre et de celles du retrait endogène. En conditions de dessiccation, la mesure donne la somme de fluage propre, du fluage de dessiccation et du retrait de dessiccation.

#### III.2.1 Les mécanismes du fluage propre

La déformation de fluage propre apparaît sans échange hydrique entre le matériau et l'extérieur. Pourtant ce fluage est relié aux mouvements de l'eau évaporable (figure1.45). De plus, puisqu'aucun gradient hydrique n'est présent, il est possible de relier l'amplitude du fluage propre à son humidité interne [Huet 82 cité par Yurtdas 03; Benboudjema 02].



Fig. 1. 45 : Déformation de fluage propre en fonction du temps pour différentes conditions de préséchage [Wittmann 70 repris de [Benboudjema 02].

Une autre caractéristique du fluage est la durée sur laquelle se développe le processus, son importance dans le temps et donc l'âge du matériau. Un matériau cimentaire peut très bien ne pas cesser de fluer, ceci pouvant parfois même aller jusqu'à la rupture du matériau [Mazloom 04; Berthollet 03].

#### Influence de la composition

Les paramètres de composition du matériau influencent également les amplitudes du fluage propre. La nature du ciment, ainsi que le rapport E/C jouent un rôle non négligeable, comme le montre la figure 1.46 reprise des travaux de Benboudjema [Hummel 59 : cité par Benboudjema 02].



Déformation de fluage propre [µm.m<sup>-1</sup>] Déformation de fluage propre [µm.m<sup>-1</sup>]

Fig. 1. 46 : Influence du rapport E/C et de la nature du ciment sur les déformations de fluage propre [Hummel 59 : cité par Benboudjema 02]

Comme attendu, l'élévation du rapport E/C, conduisant à une augmentation de l'eau libre au sein du matériau, amplifie le fluage propre. De la même manière, l'amplitude du fluage propre dépend de la nature du ciment, cependant il est difficile de dégager une tendance [Benboudjema 02; Berthollet 03].

Par ailleurs, la présence de granulats au sein du matériau cimentaire compense les déformations de fluage. Yurtdas souligne le caractère composite du mortier et du béton, qui présentent des inclusions rigides. Celles-ci vont retenir une partie de l'énergie pour la libérer lors du déchargement (recouvrance) **[Yurtdas 03 ; Belaribi 97]**.

Deux cinétiques de fluage propres furent mises en évidence, démontrant qu'il existe un fluage à court terme et un autre à long terme [**Ruetz 68 cité par Benboudjema 02 ; Ulm 98 cité par Benboudjema 02 et Yurtdas 03**]. Différents mécanismes sont proposés en fonction du temps, détaillés dans les paragraphes suivants.

#### **III.2.1.1** Le fluage propre à court terme

Il existe différentes théories qui se proposent d'expliquer le mécanisme du fluage propre à court terme. Nous pouvons notamment citer la théorie de suintement (*seepage theory*), la théorie de cisaillement visqueux (*viscous shear theory*), la théorie d'activation d'énergie (*rate process theory*), l'hydratation sous contrainte et la théorie de solidification. Le détail de ces diverses théories est exposé dans les références suivantes, le lecteur peut donc s'y référer [**Benboudjema 02 ; Tamstia 00 ; Berthollet 03 ; Xi 92**]. Ces différentes théories avancent deux idées principales pour expliquer le fluage propre à court terme : la formation de nouveaux CSH dans un espace confiné et la diffusion de l'eau. Bien que la première idée ne soit pas totalement approuvée, toutes les théories s'accordent sur la diffusion de l'eau induite par l'application de la charge.

L'application de la contrainte engendre un mécanisme de diffusion de l'eau au sein du matériau, causé par le déséquilibre thermodynamique à l'échelle microscopique. De ce fait, l'eau diffuse de la porosité des hydrates vers les pores capillaires. La figure 1.47 schématise le mécanisme de diffusion dans un matériau cimentaire soumis au fluage propre à court terme.



Fig. 1. 47 : Schématisation du mécanisme de diffusion causé par le fluage propre à court terme [Benboudjema 02]

Par la suite, le fluage propre va continuer de se manifester à long terme, faisant apparaître d'autres mécanismes présentés dans le paragraphe suivant.

# **III.2.1.2** Le fluage propre à long terme

Lorsqu'une structure est placée sous contrainte constante pendant une longue période, sans subir de déséquilibre hydrique avec son environnement, elle est soumise à un fluage propre à long terme.

A long terme, c'est le caractère vieillissant du matériau qui serait le moteur du fluage propre. Avec le temps, les déformations induites par la contrainte appliquée déséquilibrent les microprécontraintes présentes dans les zones d'adsorption empêchée. La cohésion des CSH en est alors affectée et il apparaît des glissements de feuillets de CSH. Ces glissements permettent de redistribuer les contraintes de cisaillement induites par la charge. Une réaction en chaîne de ces glissements de CSH est avancée pour expliquer à l'échelle macroscopique le fluage propre du matériau à long terme [**Bazant 97**]. La figure 1.48 schématise le mécanisme de glissement des CSH qui aurait lieu pour un matériau cimentaire soumis au fluage propre à long terme.



Fig. 1. 48 : Schématisation du mécanisme de glissement des CSH causé par le fluage propre à long terme [Benboudjema 02]

Si le matériau est en déséquilibre hydrique avec l'extérieur, il subit alors un séchage, provoquant des gradients hydriques qui engendrent un fluage de dessiccation. Le comportement de fluage en dessiccation est différent de celui du fluage propre, mis en évidence par l'effet Pickett. Les mécanismes possibles du fluage de dessiccation sont développés dans la partie suivante.

#### III.2.2 Les mécanismes du fluage de dessiccation

Le fluage de dessiccation se produit en présence d'un gradient hydrique au sein du matériau. La figure 1.44 montre que le fluage de dessiccation peut atteindre des amplitudes bien supérieures à celles du fluage propre (effet Pickett).

#### Influence de la composition

Les déformations du fluage de dessiccation sont dépendantes des paramètres de composition du matériau. L'amplitude du fluage de dessiccation est conditionnée par la nature du ciment utilisé, comme le montrent les résultats de Jianyong *et al.* dans la figure 1.49.



Fig. 1. 49 : Influence de la nature du ciment sur le fluage de dessiccation [Jianyong 01] (Concrete  $A \Leftrightarrow à$  base de ciment Portland ; Concrete  $B \Leftrightarrow 30\%$  du poids du ciment remplacé par laitiers de hauts fourneaux ; Concrete  $C \Leftrightarrow 30\%$  du poids du ciment remplacé par laitiers de haut fourneaux et 10% de fumée de silice)

Deux aspects sont à prendre en compte dans l'origine du fluage de dessiccation : un effet de structure induit par la cinétique de séchage et une caractéristique intrinsèque au matériau.

Dans un matériau soumis au fluage de dessiccation, l'effet de structure est causé par des gradients hydriques qui partent de la surface de l'élément jusqu'à son cœur. Par conséquent, la surface du matériau subit des contraintes de traction, tandis que le cœur a tendance à se contracter, pour compenser les variations de pression capillaire. Une microfissuration induite par le séchage peut apparaître en peau du matériau. Lors de la mise en charge, une part de cette microfissuration est refermée par compression, cependant, en fonction de la contrainte appliquée, la surface du matériau peut rester contrainte par de la traction. La propagation de la fissuration est alors causée par un effet de structure. Ainsi, la déformation mesurée lors d'un essai de fluage de dessiccation est supérieure à la somme du retrait de dessiccation et de la déformation de fluage propre. La différence correspond à la déformation engendrée par l'effet structurel induit par le couplage hydro-mécanique qui est imposé au matériau [Benboudjema 02]. La figure 1.50 suivante schématise l'effet structurel du fluage de dessiccation.



Fig. 1. 50 : Effet structurel en fluage de dessiccation [Yurtdas 03]

La part intrinsèque du fluage de dessiccation est expliquée par de nombreuses théories, comme celle de consolidation, le concept de la relaxation des micro-précontraintes dans les zones d'adsorption empêchée, la théorie de la variation du rayon de courbure des ménisques et celle de la concentration de contraintes sur les CSH [Benboudjema 02]. Les principales idées avancées sont l'augmentation de la dépression capillaire, la migration de CSH par arrachement et la redistribution locale de la contrainte. Les causes probables sont soit les variations de pression capillaire, soit celles de la pression de disjonction dans les zones d'adsorption empêchée ou encore la diffusion de l'eau aux échelles macro et microscopiques.

Par ailleurs, tout comme pour le fluage propre, le fluage de dessiccation est supposé indépendant du retrait de dessiccation. Par conséquent, la décomposition des déformations de fluage et de retrait est possible lors de l'interprétation des mécanismes. Ceci est parfois remis en cause par certains auteurs, qui pensent que le fluage de dessiccation correspond soit à un retrait de dessiccation amplifié par la contrainte appliquée, soit à une conséquence directe de l'hydratation du matériau [Berthollet 03 ; Benboudjema 02].

#### III.3 Influence du chargement mécanique sur la durabilité

Sous chargement mécanique, les matériaux cimentaires développent de la microfissuration compensant les contraintes imposées. L'apparition de la microfissuration affecte leur durabilité. Ainsi, de nombreuses études rendent compte de l'influence de la microfissuration induite par le chargement mécanique sur les propriétés de transfert. Le principe consiste à fissurer le matériau puis à effectuer la mesure de la propriété de transfert considérée, soit après déchargement, soit pendant le chargement. Des études portent sur la comparaison de l'influence engendrée par la dessiccation du matériau [Bazant 86 ; Picandet 01 ; Hearn 99].

Dans ses travaux, Bazant considère que la perte en masse du matériau fissuré ou non est significative de la variation des propriétés de transfert **[Bazant 86]**. La figure 1.51 montre ses résultats.



Fig. 1. 51 : Influence de la fissuration mécanique sur les propriétés de transfert d'un béton soumis à la dessiccation [Bazant 86]

Nous constatons que les échantillons fissurés présentent une cinétique de dessiccation plus rapide que celles des échantillons sains. Ceci est révélateur de l'amplification des propriétés de transfert dans le matériau endommagé mécaniquement. L'auteur attribue cette différence de cinétique à l'augmentation de la surface de séchage dans le cas des échantillons fissurés (fissuration imposée sur la surface de séchage du matériau), causant ainsi des gradients hydriques plus importants qui engendrent une cinétique de dessiccation plus rapide.

De plus, les conditions de dessiccation imposées au matériau influencent également la variation des propriétés de transfert [**Picandet 01 ; Hearn 99 ; Wang 97**]. L'étude menée par Picandet *et al.* montrent les mesures de perméabilité à l'azote d'un béton ordinaire et d'un béton hautes performances, après un essai de compression simple puis différents séchages [**Picandet 01**].



Fig. 1. 52 : Perméabilité à l'azote de bétons endommagé mécaniquement puis soumis à différents séchages [Picandet 01]

Nous constatons que plus les conditions de séchage sont sévères, plus la perméabilité des matériaux est prononcée. Deux raisons sont avancées pour expliquer ces résultats. Tout d'abord le matériau endommagé mécaniquement présente une cinétique de dessiccation amplifiée par rapport au matériau sain. Enfin, les fissures présentes dans le matériau servent de chemin de drainage à l'azote durant la mesure de perméabilité, connectant ainsi le réseau de fissures aux pores qui étaient isolés avant l'endommagement mécanique.

Wang *et al.* ont testé la perméabilité à l'eau d'un béton à base de CEM I endommagé par de la traction par fendage et dont l'ouverture de fissure est contrôlée. La mesure de perméabilité à l'eau est effectuée sous charge ou après déchargement **[Wang 97]**. La figure 1.53 présente ses résultats.



Fig. 1. 53 : Perméabilité à l'eau en fonction de l'ouverture de la fissure créée par traction par fendage, mesure sous charge ou après charge [Wang 97]

L'ouverture de la fissure influence la perméabilité à l'eau : en dessous de 50  $\mu$ m, la perméabilité a l'eau évolue peu, cependant au dessus de 200  $\mu$ m l'augmentation de perméabilité devient significative. En outre les mesures réalisées sous charge sont plus faibles que celles après déchargement, parce que le chargement aide à la fermeture des fissures, ce qui conduit à une baisse de perméabilité.

Les résultats présentés dans ce paragraphe sont révélateurs d'un couplage entre la fissuration mécanique et les propriétés de transfert du matériau. En outre, la dessiccation amplifie encore plus les transferts.

#### **III.4** Acquis et discussion

La dessiccation des matériaux cimentaires influence leur comportement mécanique à court et long terme. A court terme, deux effets concurrentiels interviennent : la dépression capillaire et la microfissuration de séchage. L'augmentation de pression capillaire au sein du réseau poreux conduit à la précontrainte de la matrice cimentaire et par voie de conséquence améliore la résistance. La microfissuration induite par la non-uniformité des gradients hydriques peut se propager sous chargement mécanique, accélérant la rupture du matériau. Sous chargement, un effet de compétition s'installe entre ces deux effets de dessiccation. En fonction de la sollicitation appliquée, la prépondérance de l'un de ces mécanismes conditionne la rupture du matériau. A long terme, le comportement mécanique est également influencé par la dessiccation. Les mécanismes mis en jeu sont fonction de la présence ou absence de gradients hydriques dans le matériau. En conditions endogènes, la diffusion de l'eau induite par la charge et le glissement des feuillets de CSH sont les causes du fluage propre, tandis que sous dessiccation l'effet de structure induit par les gradients hydriques, ainsi que les transports d'eau sont les mécanismes expliquant le fluage de dessiccation. Le second objectif de ce travail regroupe alors divers essais ponctuels et un essai de fluage sous dessiccation, pour estimer le plus précisément l'influence de la dessiccation sur le comportement mécanique des matériaux.

# PARTIE 2 : DEMARCHE EXPERIMENTALE

#### Introduction

L'objectif de l'étude est de mesurer le comportement physique des matériaux soumis aux processus de désaturation/resaturation de deux manières distinctes. La première partie concerne l'étude des pertes de masses et des déformations différées dues aux processus de désaturation/resaturation en fonction de la température. La seconde partie porte sur le comportement des matériaux soumis à différentes contraintes mécaniques en fonction de leur état de saturation. Une étude du couplage thermo-hydro-mécanique ainsi est effectuée.

Le point de départ de notre analyse est la décomposition des déformations de retraits et de fluage, admise lors des études des matériaux cimentaires sous dessiccation pour une température proche de 20°C. La figure 2.1, tirée des travaux de Yurtdas **[Yurtdas 03]**, résume la décomposition suivie.



Fig. 2. 1 : Illustration des déformations de retrait et fluage [Yurtdas 03]

Cette figure regroupe les différentes déformations que présente un matériau cimentaire soumis ou non à la dessiccation, ainsi que sous fluage et recouvrance. Dans notre cas, la recouvrance n'est pas étudiée.

En ne considérant que les déformations de retrait, nous constatons que les mesures possibles sont : le retrait endogène  $\varepsilon_{re}$  et le retrait total  $\varepsilon_n$ . Ainsi, le retrait de dessiccation est estimé en soustrayant le retrait endogène au retrait total. Dans notre étude, ces mesures et estimations sont effectuées pour différentes conditions isothermes de température (20°C, 50°C et 80°C).

L'estimation des déformations de fluage doit prendre en compte celles issues du retrait. A l'aide des mesures de retraits ( $\varepsilon_{re}$  et  $\varepsilon_{ri}$ ) et de celles de fluages, endogène et total ( $\varepsilon_{de}$  et  $\varepsilon_{dt}$ ),

il est possible d'estimer les déformations de fluage propre et celles de fluage de dessiccation par les équations (12) et (13) suivantes.

$$\mathcal{E}_{fp} = \mathcal{E}_{de} - \mathcal{E}_{re} \tag{12}$$

$$\varepsilon_{fd} = \varepsilon_{dt} - \varepsilon_{fp} - \varepsilon_{rt} = \varepsilon_{ft} - \varepsilon_{fp} - (\varepsilon_{rd} + \varepsilon_{re})$$
(13)

où  $\varepsilon_{de}$  et  $\varepsilon_{dt}$  sont respectivement les mesures obtenues par les échantillons soumis au fluage propre ou de dessiccation. Les indices sont relatifs au type de déformation considérée : « de » signifie « déformation endogène » ; « re » : « retrait endogène » ; « dt » : « déformation totale » ; « ft » : fluage total ; « rt » : « retrait total » et « rd » : « retrait dessiccation ».

Un programme expérimental incluant quatre étapes a ainsi été développé. Tout d'abord, lors de la réalisation des échantillons, présentée dans le premier paragraphe, une attention particulière fut portée à l'évolution de la microstructure, ainsi qu'à une éventuelle dessiccation précoce des matériaux. Ensuite, une phase de conditionnement en température et en humidité relative a été réalisée de manière à balayer des conditions expérimentales variant entre 20°C et 80°C en température et 98% et 10% en humidité relative. Le contrôle du processus de dessiccation nous permet ainsi de rendre compte du comportement thermohydro-mécanique des matériaux en fonction des conditions imposées. En outre, cette phase permet également d'obtenir les états de saturation visés pour les essais mécaniques. Le détail de la démarche suivie durant le conditionnement des échantillons est présenté dans le second paragraphe. Le processus de resaturation, dont la méthodologie est donnée dans le troisième paragraphe, est analysée sur des matériaux ayant subi une désaturation accélérée. Par ailleurs, afin d'appuyer les interprétations sur le comportement en dessiccation, les propriétés microstructurales et macroscopiques des matériaux ont été mesurées à l'état sec ; le quatrième paragraphe détaille les différents protocoles. Enfin, pour approfondir l'étude thermo-hydromécanique des essais mécaniques ont été réalisés à 20°C en fonction de l'état de saturation en eau. Le comportement hydro-mécanique est mis en évidence au moyen d'essais ponctuels à court terme en fonction de l'état de saturation et d'un essai sous dessiccation à long terme, le tout étant présenté dans le dernier paragraphe de cette partie.

# I Matériaux étudiés

Dans le cadre des études sur le stockage en formation géologique profonde, deux formulations de référence (tableaux I.1 et I.2 en introduction générale) ont été établies pour les études dédiées au comportement des ouvrages de stockage. Les critères de sélection tenaient autant aux propriétés à l'état initial qu'à la stabilité physique et chimique à long terme. La caractérisation de ces formulations a été réalisée et fournit un premier jeu de données les concernant [Andra 01a; 01b]. Dans le cas présent, la méthode de fabrication des matériaux ainsi que la cure ont été réalisées de la même manière que précédemment, afin d'obtenir des matériaux comparables.

#### I.1 Propriétés des bétons de référence de l'Andra

Les bétons de référence de l'Andra sont deux matériaux dont la principale différence est la nature du ciment utilisé (CEM I ou CEM V/A). Du fait de leurs différences de composition, les caractéristiques des bétons sont propres à chacun d'eux et sont regroupées dans le tableau

2.2 (les valeurs sont issues des documents de formulations de chacun des bétons [Andra 01a ; 01b]).

Les protocoles des mesures de retraits, de la porosité à l'eau et de la masse volumique apparente, ainsi que celui de la mesure de la perméabilité à l'oxygène sont détaillés dans l'annexe 1. Notons que, dans la plupart des cas, l'état de saturation des éprouvettes est inconnu, même si celui-ci peut être extrapolé des protocoles utilisés.

Les deux matériaux ont été choisis pour leurs caractéristiques mécaniques à hautes performances. En effet, leur résistance à la compression à 3 mois est supérieure à 60 MPa. Les valeurs de porosité des deux bétons sont équivalentes et leurs perméabilités leurs confère un caractère très peu perméable.

En termes de retrait, le CEM I présente des déformations plus faibles que celles du CEM V. Ceci est attribué à la nature du ciment qui est la principale différence de composition et qui donne une distribution de porosité plus raffinée pour le CEM V malgré la valeur de porosité totale équivalente. Cette différence de microstructure joue sur les déformations de retrait par l'intermédiaire de la pression capillaire. Cette notion de retrait est essentielle vis-à-vis de la microfissuration qui peut se produire dans les matériaux.

Les propriétés thermiques indiquent que la chaleur d'hydratation du CEM I est supérieure à celle du CEM V, alors que les coefficients de dilatation thermique montrent que le CEM I se déforme moins sous l'effet d'un gradient thermique.

Un troisième béton a été ajouté dans notre étude, basé sur le béton CEM V, sauf pour la quantité d'eau : ce béton a un rapport E/C égal à 0,48. Cette différence de composition va permettre de mesurer l'influence du rapport E/C sur les processus de désaturation/resaturation. Ce troisième matériau sera noté « CEM V\* ». Le tableau 2.1 suivant rappelle les formulations de tous les matériaux étudiés dans ce travail.

COMPOSANTS	CEM I	CEM V	CEM V*
Ciment	$400 \text{ kg/m}^3$	$450 \text{ kg/m}^3$	$432,7 \text{ kg/m}^3$
Sable	858 kg/m <sup>3</sup>	800 kg/m <sup>3</sup>	769,2 kg/m <sup>3</sup>
Gravillons	$945 \text{ kg/m}^3$	984 kg/m <sup>3</sup>	946,2 kg/m <sup>3</sup>
Superplastifiant	$10 \text{ kg/m}^3$	$11,5 \text{ kg/m}^3$	$11,1 \text{ kg/m}^3$
Eau	$171 \text{ kg/m}^3$	$176,3 \text{ kg/m}^3$	$207,7 \text{ kg/m}^3$
Rapport E/C	0,43	0,39	0,48
Rapport G/S	1,10	1,23	1,23

Tab. 2. 1 : Rappel des formulations des bétons de l'étude

CARACTERISTIQUES	CEM I	CEM V	Conditions d'essai CEM I	Conditions d'essai CEM V
			[Andra 01a]	[Andra 01b]
Rapport Eau/Ciment	0,43	0,39		
Résistance en compression à 28 jours à 20°C	62,5 MPa	1,23 55,6 MPa	Eprouvette 11*22 cm <sup>2</sup> surfacées au lapidaire ;	Eprouvette 11*22 cm <sup>2</sup> surfacées au lapidaire ;
Résistance en compression à 3 mois à 20°C	65 MPa	68,3 MPa	Eprouvette 11*22 cm <sup>2</sup> surfacées au lapidaire ; Norme NF P 18-406	Eprouvette 11*22 cm <sup>2</sup> surfacées au lapidaire ; Norme NF P 18-406
Mesure de l'affaissement au cône $T_0 + 1$ heure	23 cm	9,7 cm	Norme NF P 18-451	
Résistance en traction par fendage à 3 mois à 20°C	5,3 MPa	5,0 MPa	Eprouvette 11*22 cm <sup>2</sup> ; Norme NF P 18-408	Eprouvette 11*22 cm <sup>2</sup> ; Norme NF P 18-408
Module de Young E à 3 mois	40,9 GPa	41,6 GPa	Recommandations de la RILEM	Eprouvette 11*22 cm <sup>2</sup> surfacées au lapidaire ; Norme NF P 18-406
Coefficient de Poisson ບ à 3 mois	0,15	0,23	Recommandations de la RILEM	Eprouvette 11*22 cm <sup>2</sup> surfacées au lapidaire ; Norme NF P 18-406
Valeur du retrait endogène à 3 mois à 20°C	70 µm/m	121 µm/m	3 prismes 7*7*28 cm <sup>3</sup> recouverts d'aluminium autocollant ; mesures effectuées dans une salle à 20°C +/- 2°C et HR= 50% +/- 5%	prismes 7*7*28 cm <sup>3</sup> recouverts d'aluminium autocollant ; Recommandations de la RILEM
Valeur du retrait de dessiccation à 3 mois à 20°C	367 µm/m	460 µm/m	3 prismes 7*7*28 cm <sup>3</sup> ; mesures effectuées dans une salle à 20°C +/- 2°C et HR= 50% +/- 5%	prismes 7*7*28 cm <sup>3</sup> en ambiance dessiccative ; Recommandations de la RILEM
Porosité Φ	13%	13,4%	Mode opératoire de l'AFREM	Mode opératoire de l'AFPC-AFREM
Masse volumique apparente	2465 kg/m <sup>3</sup>	2250 kg/m <sup>3</sup>	Mode opératoire de l'AFREM	Mode opératoire de l'AFPC-AFREM
Valeur de perméabilité à l'eau K à 20°C	9,5 10 <sup>-20</sup> m <sup>2</sup>	1,4 10 <sup>-19</sup> m <sup>2</sup>	Procédure CEBTP N° E-02/278	Eprouvette de diamètre de 11cm et de hauteur de 5cm ; protocole mis au point par le CEMETE
Valeur de perméabilité à l'oygène Kox à 20°C	$6,3.10^{-17} \text{m}^2$	$4,7.10^{-18}$ m <sup>2</sup>	Mode opératoire de l'AFREM	Mode opératoire de l'AFPC-AFREM
Coefficient de dilatation thermique	6 10 <sup>-6</sup> /°C	9,5 10 <sup>-6</sup> /°C	3 prismes 7*7*28 cm <sup>3</sup> séchés à masse constante à 80°C et mesures des variations dimensionnelles par paliers de 10°C entre 30°C et 80°C	3 prismes 7*7*28 cm <sup>3</sup> séchés à masse constante à 105°C et mesures des variations dimensionnelles puis même chose à 20°C
Valeur de la conductivité thermique	2,3 W/m.K	1,9 W/m.K	Mesure faite avec le CTMETRE ; perturbation thermique avec une sonde chauffante	Mesure faite avec le CTMETRE ; perturbation thermique avec une sonde chauffante
Valeur de la chaleur volumique	2,640 MJ/m <sup>3</sup> .K	2,615 MJ/m <sup>3</sup> .K	Mesure faite avec le CTMETRE ; perturbation thermique avec un anneau chauffant	Mesure faite avec le CTMETRE ; perturbation thermique avec une sonde chauffante

Tab. 2. 2 : Caractéristiques connues des bétons avant l'étude [Andra 01a ; Andra 01b]

#### I.2 Fabrication des échantillons

Afin de minimiser la variabilité induite par les fabrications successives, la totalité des éprouvettes de chaque béton est obtenue à partir d'une seule gâchée. Dès que la gâchée est prête, elle est répartie dans les moules prismatiques normalisés de volume égal à (4\*4\*16) cm<sup>3</sup> et dans un coffrage métallique de 4 m de long et de section carrée de (15\*15) cm<sup>2</sup>. Des séparations en polystyrène dans le coffrage ont permis la fabrication de quatre poutres de béton de 1 mètre de long. Après le coulage, les poutres et les moules sont protégés d'un éventuel séchage précoce grâce à une bâche disposée sur le dessus (figure 2.2).



Fig. 2. 2 : Coffrage et moules protégés du séchage après le coulage

Le démoulage est fait cinq jours plus tard, afin d'éviter la fissuration induite par les gradients thermiques liés à l'hydratation du matériau. Les poutres et prismes obtenus sont immédiatement placés dans un bain thermostaté à 20°C pendant six mois. Le phénomène de lixiviation est évité dans le bain thermostaté grâce à une saturation en chaux (figure 2.3).



Fig. 2. 3 : Poutres et prismes placés dans le bain thermostaté à 20°C

Les éprouvettes cylindriques sont obtenues à partir du carottage des poutres. Il est réalisé sous eau, afin d'éviter toute dessiccation, à l'aide d'un tube carottier de 37,5 mm de diamètre (figure 2.4).



Fig. 2. 4 : Machine à carotter et carottage des poutres de béton

Le tableau 2.3 regroupe les différentes hauteurs des éprouvettes cylindriques en fonction de l'essai visé.

HAUTEUR DE L'EPROUVETTE	OBJECTIF
	Eprouvettes suivies pour
H= 50 mm	les différentes combinaisons (T; Sw)
	des processus de désaturation/resaturation
H = 75  mm	Eprouvettes pour les
11–75 11111	essais mécaniques
H=120 mm	Eprouvettes pour essai de fluage

 Tab. 2. 3 : Classification des différentes hauteurs des éprouvettes cylindriques



Fig. 2. 5 : Machine à tronçonner et tronçonnage des éprouvettes cylindriques

Pour assurer les différents essais mécaniques, deux conditions doivent être respectées **[Dupain 95]** : la première est une condition de parallélisme des faces supérieure et inférieure de l'éprouvette et la seconde correspond à une planéité de ces faces. La rectification au moyen d'un tour d'usinage permet de répondre facilement et rapidement à ces deux conditions (figure 2.6).



Fig. 2. 6 : Tour d'usinage et rectification des éprouvettes cylindriques

La campagne de fabrication d'échantillons a permis l'obtention de plus de 600 éprouvettes pour les trois matériaux étudiés.

La maturation sous eau des bétons est une étape essentielle de la campagne expérimentale qui autorise à considérer les matériaux comme étant saturés avant le début des processus de désaturation/resaturation. De plus, la conservation sous eau permet une hydratation dans les meilleures conditions possibles. En effet, l'apport d'eau permet d'éviter les phénomènes de dessiccation privant le béton d'une quantité d'eau nécessaire à son hydratation. Les éprouvettes sont conservées ainsi pendant six mois afin que toutes les réactions d'hydratation aient pu avoir lieu et afin de pouvoir analyser les résultats d'essais sans avoir à tenir compte d'une évolution potentielle de la microstructure. Les échantillons sont ensuite répartis dans leur conditionnement respectif (température et humidité relative contrôlées), afin de réaliser la désaturation jusqu'à ce qu'ils atteignent leur état d'équilibre.

# II L'étude des processus de désaturation/resaturation en fonction de la température

L'un des objectifs de ce programme expérimental est d'obtenir les isothermes de sorption en eau des bétons de référence de l'Andra en fonction de la température.

#### **II.1** Conditions d'étude

Notre étude présente deux paramètres variables : la température, notée T et la saturation en eau liquide, Sw (obtenue par paliers d'humidité relative imposés). La température est fixée à trois valeurs cibles : 20°C, 50°C et 80°C. Ce choix permet de mesurer l'influence de la température sur le comportement des bétons, tout en respectant les ordres de grandeur des températures de fonctionnement pour les bétons dans le contexte de cette étude. La valeur égale à 100°C n'est pas retenue car elle entraînerait des réactions de décomposition de la matrice cimentaire. Les saturations en eau liquide ciblées sont les suivantes : deux états extrêmes : saturé (Sw=1) et sec (Sw=0) ; 2 états intermédiaires (Sw=0,8 et Sw=0,6). Les valeurs intermédiaires ont été choisies afin de permettre les comparaisons entre matériaux pour les mêmes états de saturation. Ces valeurs seront approchées car il est très difficile d'atteindre une valeur exacte de saturation par le seul contrôle de l'humidité relative, sans disposer de l'isotherme de sorption/désorption en eau.

Dans le cadre du stockage de déchets radioactifs, la désaturation et la resaturation sont deux phénomènes qui vont se succéder. La ventilation dans les tunnels, durant la phase

d'exploitation conduit à la désaturation des matériaux cimentaires, puis, lors de la fermeture des alvéoles, va suivre la resaturation par l'eau issue du milieu géologique.

Afin de respecter le cycle dans les alvéoles de stockage, les bétons ont été soumis au phénomène de désaturation jusqu'à atteindre l'état sec puis ont ensuite été exposés à la resaturation. Néanmoins, le cycle complet de séchage par palier et saturation étant très long, nous avons également procédé à un séchage complet des éprouvettes en étuve puis avons réalisé uniquement la phase de resaturation, afin d'obtenir des résultats plus rapidement.Ces deux protocoles permettront d'évaluer l'influence du séchage sur l'endommagement et la resaturation des matériaux.

# **II.2** Obtention des isothermes de désorption d'eau : principe de mesure

Le contrôle de l'humidité relative permet de balayer toute la gamme de valeurs incluant les trois mécanismes mis en jeu, à savoir l'écoulement d'eau capillaire, la diffusion de vapeur et les mouvements d'eau absorbée (paragraphe II. de la Partie 1). La méthode détaillée ci-après clarifie les étapes permettant la détermination des isothermes de désorption d'eau en fonction de la température.

#### **II.2.1** Conditionnement et démarche

Afin de reproduire une désaturation progressive et d'atteindre les états cibles de notre étude, il a été décidé de placer des échantillons de bétons dans différents conditionnements. L'organisation des conditionnements est expliquée dans le tableau 2.4 :

CONDITIONNEMENT	OBJECTIF
Enceinte Climatique	
à température fixe	
égale à 20°C	
Enceinte Climatique	
à température fixe	Echantillons à saturation intermédiaire
égale à 50°C	
Enceinte Climatique	
à température fixe	
égale à 80°C	
Bain thermostaté à 20°C	Etat saturé en eau
Etuve à 60°C	Etat sec

rubi II i i organisation des conditionnements	Tab. 2.	4:	Organisati	on des	conditionnements
---	---------	----	------------	--------	------------------

L'étuve à 60°C présente une valeur d'humidité relative inférieure à 10% et autorise à considérer l'échantillon obtenu comme étant à l'état sec. La température de 60°C permet de s'affranchir des effets de microfissuration dus à des contraintes thermiques élevées. Les enceintes climatiques permettent de reproduire les processus de désaturation/resaturation grâce au contrôle en humidité relative (*HR*). Le lien entre saturation et humidité relative sera réalisé à partir des isothermes de sorption pour les températures fixes, égales à 20°C, 50°C ou 80°C. Les caractéristiques techniques des différents conditionnements sont développées dans l'annexe 2.

#### II.2.2 Mise en place des échantillons dans les conditionnements
Avant de placer les échantillons dans les enceintes climatiques fixées à 50°C et 80°C, un changement de température sous eau est effectué pour éviter un choc thermique et hydrique dans le matériau. Pour cela, les échantillons sont plongés dans l'eau à température ambiante, chauffée ensuite progressivement jusqu'à la température cible et gardée constante à cette valeur pendant un quart d'heure, avant la mise en place dans les enceintes climatiques (figure 2.7).



Fig. 2. 7 : Changement de température sous eau des éprouvettes de 50°C et 80°C avant mise en place en conditionnement

A ce stade, tous les échantillons sont répartis dans leur conditionnement. Ils sont pesés régulièrement pour permettre la construction progressive des isothermes de désorption des matériaux.

# II.2.3 Mesures effectuées pendant la phase de conditionnement

Deux types de mesures sont réalisées, à savoir :

- la mesure de retrait sur les prismes;
- la pesée de toutes les éprouvettes.

Ces mesures sont faites rapidement dans une ambiance contrôlée à  $20^{\circ}C \pm 5^{\circ}C$  avec une humidité relative proche de  $40\% \pm 5\%$ . Les échantillons saturés sont séchés en surface avec du papier absorbant avant d'être mesurés. Les gradients thermiques et hydriques présents dans l'éprouvette sont considérés comme faibles et n'influençant pas les mesures, car elles sont effectuées en très peu de temps et toujours suivant le même protocole. La pesée se fait au moyen d'une balance dont la précision est le centième de gramme. La mesure de retrait des prismes est effectuée au moyen d'un rétractomètre. Grâce aux plots inclus dans les prismes avant coulage et à l'aide d'une bille, la différence de longueur entre le prisme et une tige de référence en Invar de longueur connue et égale à 160 mm est lue (figure 2.8) **[Garcia Boivin 01]**.



Fig. 2. 8 : Principe de la mesure de retrait/gonflement au rétractomètre

Les mesures sur échantillons en enceintes climatiques sont effectuées toutes les semaines lorsque les masses tendent à se stabiliser. Lors du changement de valeur d'humidité relative, les échantillons sont mesurés tous les deux jours pendant deux semaines consécutives, avant la reprise de la fréquence d'une mesure hebdomadaire. En outre, depuis le palier d'humidité relative de 70%, de l'azote gazeux est ajouté dans l'enceinte pendant une dizaine de minutes pour éviter la carbonatation des matériaux, à la fin des mesures. Dans l'étuve à 60°C et le bain thermostaté à 20°C, les mesures sont effectuées toutes les semaines puis, une fois la stabilisation des masses effectuées, tous les mois.

La manipulation d'échantillons, quand on souhaite obtenir les isothermes, est délicate, puisque durant les mesures, les conditions d'étude peuvent ne pas être maintenues. Cependant, cette démarche a déjà été effectuée à 20°C avec de bons résultats **[Yurtdas 03 ; Rougelot 08]**. Notre objectif est d'élargir cette méthode à d'autres températures et de rendre compte des difficultés rencontrées.

## **II.2.4 Relation entre Humidité Relative et Saturation en eau :** détermination des isothermes de désorption

Pour suivre les variations de masse pendant le processus de désaturation, les éprouvettes de béton sont réparties dans des enceintes climatiques, dont chacune impose une température fixée (20°C, 50°C ou 80°C) et permet la variation de l'humidité relative. Pour fixer les paliers d'humidité relative, deux choix se présentent. Soit ils correspondent à des valeurs d'humidité cible pour l'étude (comme le point HR=98%), soit ils font référence à un état de saturation visé (Sw=0,8 et Sw=0,6). Les valeurs retenues sont un compromis entre ces deux choix et sont regroupées dans le tableau 2.5 suivant :

VALEURS DES PALIERS HR	OBJECTIF
98%	Valeurs HR ciblées
000/	pour construire les isothermes
90%	de désorption en température
Sw=0,8	Valeurs de Sw ciblées
	pour comparer les propriétés des bétons
	à des états de saturation en eau identiques
<i>Sw</i> = 0,6	→ différentes valeurs de HR en fonction des 3 bétons et de la température
50%	Valeurs HR ciblées
30%	pour construire les isothermes
10%	de désorption en température

Tab. 2. 5 : Valeurs et objectifs des paliers d'humidité relative fixés dans les enceintes climatiques 20°C, 50°C et 80°C

En faisant décroitre les valeurs d'humidité relative, les échantillons sont soumis à la désaturation. Un critère de variation de masse a été choisi pour autoriser le changement d'humidité relative dans chacune des enceintes climatiques. Ce critère stipule que, pour chaque échantillon du conditionnement considéré, les trois dernières mesures de masse ne doivent pas varier de  $\pm 0,1\%$  de la masse précédente. Une fois cette condition remplie pour tous les échantillons correspondants au même conditionnement, la valeur d'humidité relative suivante peut être imposée.

Puisque les enceintes climatiques se contrôlent avec des combinaisons de température et d'humidité relative et que les conditions d'étude sont exprimées par des combinaisons de température et de saturation en eau liquide, il faut relier les deux conditions de saturation en eau et d'humidité relative. Pour cela, il est essentiel de connaître la valeur de porosité de chaque béton étudié. Elle est mesurée avec les échantillons conservés dans l'étuve 60°C. (méthode de détermination au paragraphe III.1)

Une fois la porosité moyenne de chaque béton connue, il est possible de déterminer la valeur de saturation en eau de chaque échantillon en fonction de l'humidité relative. Pour cela, deux étapes de calculs sont nécessaires : la première consiste à estimer la valeur de la masse sèche de l'éprouvette soumise à la désaturation ; la seconde étape relie la valeur du palier d'humidité relative du conditionnement avec l'état de saturation de l'éprouvette. Les trois équations utilisées dans ces deux étapes sont numérotées équations (14), (15) et (16) :

$$\%massiq = \frac{M_{sat} - M_{sec}}{M_{sat}}$$
(14)

$$m_{\rm sec} = (1 - \% \, massiq) * m_{sat} \tag{15}$$

$$Sw = \frac{m - m_{\rm sec}}{m_{\rm sat} - m_{\rm sec}} \tag{16}$$

Les symboles « M » font référence aux valeurs moyennes de masses saturées ou sèches du béton considéré (étuve  $60^{\circ}$ C) et les symboles « m » correspondent aux masses du même béton dans l'enceinte climatique considérée.

Chaque point des isothermes relie la valeur d'humidité relative imposée à l'état de saturation des échantillons considérés à l'équilibre. De ce fait, les différentes isothermes de désorption sont construites progressivement.

Le paragraphe suivant présente le processus de resaturation, mesuré dans ce travail de façon directe.

#### II.2.5 Le processus de resaturation : « la resaturation directe »

La resaturation directe, c'est-à-dire l'immersion des éprouvettes dans l'eau pour atteindre une saturation totale en une seule étape, permet d'analyser les reprises de masse de resaturation à partir d'un état de saturation précis. Notre objectif est de rendre compte de l'influence du séchage jusqu'à masse constante à 60°C sur la microstructure des matériaux. Le principe consiste à resaturer des échantillons ayant préalablement subi un séchage jusqu'à masse constante à 60°C. La resaturation directe est effectuée avec de l'eau osmosée aux différentes températures de l'étude (20°C ; 50°C et 80°C). Les échantillons sont des cylindres de 37,5 mm présentant une hauteur de 50 mm.

Le conditionnement est assuré par un récipient, contenant de l'eau à température cible et les échantillons, placé dans une étuve, dont la condition imposée est légèrement supérieure à la température désirée pour l'eau (annexe 2).

Les mesures effectuées durant la resaturation directe sont la pesée des échantillons et la mesure du retrait/gonflement. Comme en désaturation, les mesures sont faites dans une ambiance contrôlée à  $20^{\circ}$ C  $\pm$  5°C avec une humidité relative proche de 40%  $\pm$  5%. Les

mesures de retrait/gonflement des éprouvettes cylindriques sont réalisées à l'aide d'un palmer micrométrique précis au micromètre ( $\mu$ m). La différence entre la longueur de l'éprouvette et celle d'un étalon (de longueur connue et égale à 50 mm) permet de déterminer la valeur de retrait ou gonflement. Pour mesurer la variation de longueur au cours du temps de chaque échantillon, un repère est tracé sur ses faces. Ce repère est localisé de manière à ce que chacune des broches du palmer micrométrique soit au contact de la pâte de ciment et non d'un granulat. Cela permet d'être sûr que la mesure prise correspond bien aux déformations de l'éprouvette et non aux déformations locales d'un granulat (figure 2.9).



Fig. 2.9 : Principe de la mesure de retrait/gonflement sur éprouvette cylindrique

Les mesures sont effectuées quotidiennement. Les échantillons sont sortis du récipient, essuyés sur du papier absorbant pour retirer l'excès d'eau en surface, puis mesurés.

Afin de permettre les mesures, des hypothèses sont posées pour ces tests. En effet, les mesures sont réalisées à  $20^{\circ}C \pm 5^{\circ}C$  et HR= $40\% \pm 5\%$ . Bien que les mesures soient effectuées rapidement, l'ouverture du récipient rempli d'eau à température constante et contenant les échantillons, est nécessaire. Ceci expose l'eau au dioxyde de carbone qui peut retarder l'équilibre chimique des solutions [Andra 08]. Dans notre cas, nous considérons que cela n'influe pas sur nos mesures. De plus, après chaque mesure, nous faisons le vide dans le récipient pour accélérer le processus de resaturation. Pourtant cela pose des problèmes de respect des conditions : les quantités de vapeur d'eau et d'eau liquide évoluent. La solution retenue est de limiter la période d'aspiration à 2 minutes pour toutes les températures, ce qui nous permet de considérer que les quantités d'eau liquide et vapeur sont indépendantes du protocole d'essai.

Ces données expérimentales renseignent sur les quantités d'eau reprises par les bétons après avoir subi un séchage, supposé sans microfissuration importante, dans l'étuve à 60°C. Une comparaison des résultats en fonction de la température et des matériaux sera également possible.

# III Mesures des propriétés microstructurales et macroscopiques de référence

La caractérisation des matériaux permet d'évaluer les propriétés microstructurales, de transfert et de déformabilité des matériaux. Ainsi, la mesure de la porosité accessible à l'eau, la mesure de distribution de porosité, la mesure de perméabilité au gaz et celle du module d'incompressibilité  $K_b$  sont réalisées. Ces essais sont réalisés sur des matériaux secs (après séchage en étuve à 60°C).

#### III.1 Mesure de la porosité accessible à l'eau

La porosité accessible à l'eau d'un matériau est calculée grâce à la différence de masse entre un échantillon à l'état sec et ce même échantillon à l'état saturé. La mesure est effectuée sur l'ensemble des éprouvettes d'essais. Pour une éprouvette, la valeur de porosité est ainsi donnée par l'équation (17) :

$$\Phi = \frac{m_{sat} - m_{sec}}{\rho_{eau} * V_{app}} \tag{17}$$

où  $m_{sat}$  est la masse saturée de l'échantillon en [kg] obtenue à la suite des six mois de maturation dans l'eau;  $m_{sec}$ : masse sèche du même échantillon [kg];  $\rho_{eau}$ : la masse volumique de l'eau [1000 kg/cm<sup>3</sup>] et  $V_{app}$ : le volume apparent de l'éprouvette [cm<sup>3</sup>]. Le volume apparent de l'échantillon dépend de sa forme (cylindrique ou prismatique) et de ses dimensions. Les différentes valeurs utilisées sont données dans le tableau 2.6 :

FORME	DIMENSIONS	VOLUME	
prismatique	Section de $(4*4)$ cm <sup>2</sup>	$256 \text{ cm}^3$	
	Longueur de 16 cm	250 cm	
	Ø= 3,75 cm	$55.002 \text{ cm}^3$	
aulindrique	H=5  cm	55,225 CIII	
cymanque	Ø= 3,75 cm	92 925 am <sup>3</sup>	
	H= 7,5 cm	82,855 CIII	

Tab. 2. 6 : Valeurs des volumes apparents utilisées dans le calcul de porosité

Pour toute la campagne d'essais, cela représente 58 échantillons pour le CEM I, 58 pour le CEM V (E/C=0.39) et à 44 échantillons pour le CEM V\* (E/C=0.48).

La porosité moyenne du matériau est donnée avec des valeurs apparentes (dimensions des échantillons). Un calcul d'erreur est développé et la valeur moyenne de porosité obtenue pour chaque matériau sera présentée avec cette erreur. La porosité moyenne du matériau est utilisée dans la construction progressive des isothermes, afin de relier l'humidité relative à l'état de saturation. De plus, la même mesure de porosité est effectuée à 105°C sur un groupe d'échantillons de 37,5 mm de diamètre et de 20 mm de hauteur. Ces résultats seront comparés à ceux obtenus à 60°C. L'influence de la température de séchage sur la porosité accessible à l'éau sera ainsi déduite.

#### III.2 Distribution de porosité par porosimétrie au mercure

Les résultats de la porosimétrie au mercure renseignent sur la distribution de porosité d'un échantillon à l'état sec. Cette mesure a été effectuée par l'Ecole des Mines de Douai sur un échantillon de chaque matériau, de 1 cm<sup>3</sup> préalablement séché dans l'étuve à 60°C. Cet état de saturation est nécessaire afin de permettre au mercure de remplir les pores du matériau. Le principe consiste à introduire du mercure dans les pores de plus en plus fins au fur et à mesure que la pression d'injection augmente. Dans notre cas, l'échantillon a été soumis à 50 µmHg pendant 5 minutes. Ensuite, la pression d'injection est augmentée par paliers d'environ 3 kPa avec 20 secondes de stabilisation. Une fois la pression maximale atteinte (environ 200 MPa),

le mercure est extrait de l'échantillon en diminuant l'injection. La distribution de porosité est construite à partir de chaque étape d'injection. L'équation de Washburn donne le diamètre du pore atteint d en fonction de la pression d'injection P:

$$d = -\frac{4\gamma\cos\theta}{P} \tag{18}$$

où  $\gamma$  est la tension superficielle du mercure [485 mN/m] et  $\theta$  l'angle de mouillage du mercure [130°]. L'avantage de cette mesure est l'obtention immédiate de la distribution de porosité, en comparaison aux isothermes de désorption qui demandent un temps considérable. De plus, elle renseigne sur les effets des additions ajoutées dans le ciment CEM V/A, ce qui devrait faire apparaître un raffinement de la porosité. Cependant, la porosimétrie au mercure présente des défauts (limitation de la gamme de pores étudiés, compaction du matériau à cause des fortes pressions d'injection) qui confèrent à cette méthode un caractère qualitatif **[Diamond 00]**.

#### III.3 Perméabilité au gaz à l'état sec

La perméabilité au gaz est mesurée avec de l'argon (pureté  $\geq 99\%$ ) [Burlion 03b]. Dans ces conditions, il peut être considéré comme un gaz parfait. Cet essai est effectué sur des échantillons cylindriques de diamètre égal à 37,5 mm et de hauteur de 75 mm, présentant l'état de saturation Sw=0. L'éprouvette est tout d'abord enduite sur sa surface latérale d'une résine, UE-2 (afin de boucher les trous et permettre une circulation unidirectionnelle du fluide). Cet essai nécessite l'utilisation d'une cellule triaxiale. Cette dernière se compose de trois parties : l'embase, le fût et le couvercle. Une fois mise en place, la cellule se présente comme un système fermé avec une alimentation pour l'huile qui confine l'échantillon et une entrée/une sortie pour le fluide d'injection, qui s'écoule dans le matériau (figure 2.10).



Fig. 2. 10 : Schéma de la cellule triaxiale [Burlion 03]

L'échantillon est positionné dans la cellule à l'aide d'une membrane en caoutchouc et de colliers de serrage qui empêchent l'intrusion d'huile dans le matériau. L'éprouvette est placée entre deux rondelles perforées en inox qui dirigent l'argon à travers les faces supérieure et inférieure. La tête de drainage de l'argon, placée sur le dessus de l'échantillon, guide le gaz vers la sortie de la cellule.

Une fois le fût de la cellule installée, elle est remplie d'huile. Pour finir, elle est fermée avec le couvercle et des tirants. Dès lors, la cellule est reliée d'un coté à une pompe, d'une capacité maximale de 600 bars, qui permet de maintenir le confinement. Ce confinement assure alors l'étanchéité entre la membrane et l'éprouvette. De l'autre coté, elle est reliée à l'arrivée du fluide d'injection.

Pour une pression de confinement donnée,  $P_{conf}$ , un écoulement continu est généré dans l'échantillon par application d'un gradient de pression entre les faces de l'éprouvette, puisque l'une d'elles est à la valeur de la pression d'injection  $P_{inj}$  et l'autre est à la pression atmosphérique. Pour mesurer le temps au cours duquel une quantité de fluide passe dans l'échantillon, un réservoir tampon est rempli de gaz puis l'alimentation est coupée. Au fur et à mesure que le réservoir tampon se vide, la pression d'injection diminue et le temps est mesuré sur une gamme de pressions d'injection.

Le dépouillement de l'essai de perméabilité au gaz consiste en la détermination de la perméabilité intrinsèque du matériau, notée  $K_{int}$  avec l'équation (19) suivante :

$$K_{\rm int} = \frac{\mu^* Q_{\rm moy} * L^* P_{\rm moy}}{S^* (P_{\rm moy}^2 - P_0^2)}$$
(19)

où  $\mu$  est la viscosité de l'argon [Pa.s] ; L la longueur de l'échantillon [m] ; S la section de l'échantillon [m<sup>2</sup>] ;  $Q_{mov}$  est le débit moyen [m<sup>3</sup>/s] donné par l'équation (20) :

$$Q_{moy} = \frac{V_r * \Delta P_{inj}}{\Delta t * P_{moy}}$$
(20)

où  $V_r$  est le volume du réservoir tampon  $[m^3]$ ;  $\Delta P_{inj}$ : la variation de pression d'injection imposée [Pa];  $\Delta t$ : l'intervalle de temps entre  $t_0$  et  $t_f$  [s] et  $P_{moy}$  représente la moyenne de la pression d'injection [Pa] (équation (21)):

$$P_{moy} = \frac{P_{inj}(t_0) + P_{inj}(t_f)}{2}$$
(21)

La valeur de perméabilité à l'état sec est la seule propriété de transfert mesurée durant cette étude. Elle permettra d'établir un lien entre la microstructure du matériau, déterminée à l'aide des isothermes et l'évolution des propriétés de transfert.

#### III.4 Module d'incompressibilité en conditions drainées

Pour définir la déformabilité de référence des matériaux, nous avons choisi de mesurer le module d'incompressibilité drainé  $K_b$  à l'état sec, faisant appel à la théorie de la poromécanique [Coussy 04; Jia 06]. Le module d'incompressibilité en condition non drainé  $K_s$  n'est pas étudié, en raison de résultats non satisfaisants. Les modules d'incompressibilité représentent les variations relatives de volume sous l'effet d'une pression : en conditions drainées, la matrice cimentaire englobant la porosité occluse et ouverte sont prises en compte

 $(K_b)$  et en conditions non drainées, seule la matrice cimentaire est considérée  $(K_s)$ . Le principe théorique et la méthode de mesure sont développés ci-après.

La théorie de la poromécanique, développée par Biot puis reformulée par Coussy **[Coussy 04]**, considère les différentes phases du matériau (figure 2.11).



Fig. 2. 11 : Représentation schématique des différentes phases d'un matériau poreux [Lion 04]

Les phases fluides prises en compte sont la phase d'eau liquide et la phase gazeuse, composée d'air sec et de vapeur d'eau. La théorie de la poromécanique permet d'analyser un échantillon de matériau cimentaire comme un système capable d'échanger du fluide et de la chaleur avec l'extérieur. Ainsi, le tenseur de déformation du squelette du matériau ( $\varepsilon$ ), la variation de masse du fluide considéré (m) et la température (T) sont utilisés comme variables d'état (dans le cas de transformations infinitésimales).

Pour notre travail, nous allons nous placer dans le cas isotherme, puisque nous cherchons à comparer la compressibilité des matériaux sous les mêmes conditions expérimentales de température. L'énergie libre  $\psi$  du système s'écrit alors :

$$\Psi = g_m^0 m + \frac{1}{2} \varepsilon : \overline{\overline{C}} : \varepsilon - \frac{mM}{\rho_f^0} \overline{\overline{B}} : \varepsilon + \frac{1}{2} M \left(\frac{m}{\rho_f^0}\right)^2$$
(22)

Dans cette équation,  $g_m^0$  est l'enthalpie libre du fluide ;  $\rho_f^0$  est la masse volumique initiale du  $\equiv$ fluide ; C correspond au tenseur d'élasticité d'ordre 4, en conditions non drainées ;  $\overline{B}$  est le tenseur des coefficients de Biot d'ordre 2 et le scalaire M est le module de Biot.

Le tenseur d'élasticité est défini par :

$$\overline{\overline{C}} = \left(K - \frac{2}{3}G\right)\overline{\overline{J}} + 2G\overline{\overline{I}}$$
(23)

où K est le module d'incompressibilité isotrope et G le module de cisaillement.  $\overline{I}$  est le  $\equiv$  tenseur identité d'ordre 4 et J le Jacobien d'ordre 4.

Le tenseur des coefficients de Biot se détermine dans le cas d'un matériau isotrope par :

$$\overline{\overline{B}} = b\overline{\overline{1}}$$
(24)

où b est défini comme étant le coefficient de Biot et 1 est le tenseur d'identité d'ordre 2. Le coefficient de Biot est le terme qui représente la reprise de charge par le fluide interstitiel présent au sein du matériau.

En posant l'hypothèse que le fluide est parfait, il est possible de prendre en compte la pression interstitielle (p), présente dans la porosité du matériau. En outre, en considérant l'énergie libre comme potentiel thermodynamique, sa dérivation, ainsi que la prise en compte de l'état de contraintes initiales permettent l'obtention des équations d'état suivantes :

$$\sigma_{ij} - \sigma_{ij}^{0} = 2G_{b}\varepsilon_{ij} + (K_{b} - \frac{2}{3}G_{b})tr(\varepsilon)\delta_{ij} - b(p - p_{0})\delta_{ij}$$
  

$$\sigma_{ij} - \sigma_{ij}^{0} = 2G_{u}\varepsilon_{ij} + (K_{u} - \frac{2}{3}G_{u})tr(\varepsilon)\delta_{ij} - bM\left(\frac{m}{\rho_{f}^{0}}\right)\delta_{ij}$$
  

$$p - p_{0} = M\left(-btr(\varepsilon) + \frac{m}{\rho_{f}^{0}}\right)$$
  
(25; 26; 27)

A l'état initial, la contrainte est  $\sigma_{ij}^0$  et la pression interstitielle est égale à  $p_0$ .  $\delta_{ij}$  représente le symbole de Kronecker. Les deux premières équations d'état donnent le champ de contraintes appliquées au matériau, soit en conditions drainées (avec les modules d'incompressibilité et de cisaillement en conditions drainées ( $K_b$  et  $G_b$ )), soit en conditions non drainées (avec les modules d'incompressibilité et de cisaillement en conditions non drainées ( $K_u$  et  $G_u$ )).

En effet, d'un point de vue poromécanique, un milieu peut être observé de deux façons : dans le cas drainé ou dans le cas non drainé. Dans le cas drainé, le matériau est considéré comme un système ouvert qui permet les échanges de matière avec l'extérieur. Cela entraîne la dissipation des surpressions interstitielles présentes dans le matériau. Les déformations mesurées sont celles du milieu poreux comprenant sa porosité. Le cas non drainé suppose le milieu comme un système fermé qui empêche les échanges avec l'extérieur. Les surpressions interstitielles influencent alors le comportement du matériau. Les déformations mesurées sont celles de la matrice solide seule du milieu poreux. Le fait de se placer en conditions drainées ou non permet de mesurer les paramètres  $K_b$  ou  $K_s$  expérimentalement.

Dans le cas de notre étude, seul le module d'incompressibilité en conditions drainées  $K_b$  est mesuré sur un matériau à l'état sec. Ces résultats renseignent sur la déformabilité du matériau. En effet, la mesure du module d'incompressibilité en conditions drainées indique comment la matrice cimentaire, incluant sa porosité, réagissent en fonction d'un chargement hydrostatique. Notre objectif étant de caractériser le comportement hydrique du matériau, ce résultat à l'état sec nous autorise à le considérer comme faisant référence à la déformabilité de la matrice solide (matrice cimentaire et porosité associée) sans reprise de charge locale par l'eau liquide. Ce sera un indicateur utile lors de la comparaison des matériaux de l'étude soumis aux mêmes conditions expérimentales (retrait, compression simple ou triaxiale, etc...).

L'essai est effectué dans une cellule triaxiale, tout comme pour la mesure de perméabilité (figure 2.10). Avant d'être placé sur l'embase de la cellule, l'échantillon est muni de jauges d'extensométrie, qui sont des capteurs de déformations collés sur l'échantillon et dont le principe est détaillé au paragraphe IV.1. Une fois l'éprouvette isolée de toute intrusion d'huile possible, la cellule triaxiale est montée, puis remplie d'huile. En raccordant la cellule à une pompe, il est possible de contrôler la pression de confinement  $P_{conf}$ .

La mesure de  $K_b$  se fait grâce à un essai de compression isotrope ( $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3 = P_{conf}$ ). L'essai est en conditions drainées, ce qui signifie que la pression d'injection  $P_{inj}$  n'intervient pas durant la mesure ( $\Delta P_{inj} = 0$ ) (figure 2.10). Les données de l'essai sont les variations de la pression de confinement  $P_{conf}$  et les valeurs des jauges d'extensométrie, dont l'enregistrement est géré avec un logiciel d'acquisition. La figure 2.12 montre une représentation schématique de l'évolution de la pression de confinement imposée dans le temps.



Fig. 2. 12 : Représentation schématique de l'évolution de la pression de confinement imposée dans le temps pour la mesure du module d'incompressibilité en conditions drainées

Chaque point présent sur le graphique précédent est à relier à une période de stabilisation des déformations dans le temps afin que la pression de confinement s'équilibre, suivi d'un relevé de valeurs.

 $K_b$  relie linéairement la variation de déformation volumique  $\Delta \varepsilon_v$  avec la variation de pression de confinement  $P_{conf}$  (figure 2.13).



Fig. 2. 13 : Schématisation de la mesure de Kb [Lion 04]

Le dépouillement de l'essai consiste à déterminer la déformation volumique  $\varepsilon_v$  grâce aux valeurs de déformations au cours du temps. La pente de la courbe de pression de confinement  $P_{conf}$  en fonction de la déformation volumique  $\varepsilon_v$  représente le module d'incompressibilité du squelette drainé,  $K_b$ . Cette propriété est calculée pendant la décharge de la pression de confinement car elle est plus précise qu'en charge.  $K_b$  est calculé avec l'équation (28) :

$$K_{b} = \frac{\Delta P_{conf}}{\Delta \mathcal{E}_{v}}$$
(28)

# IV Etude expérimentale du couplage hydro-mécanique : protocoles

La seconde partie de notre étude porte sur l'analyse du comportement hydro-mécanique des bétons de référence de l'Andra à 20°C. Cette analyse est effectuée sur les bétons CEM I et CEM V. Le matériau CEM V\* n'a pas été étudié dans cette partie, excepté pour le fluage de dessiccation. Ce choix s'explique par les volumes utiles des différents appareillages, qui limitent le nombre d'échantillons possibles à conditionner en même temps.

L'étude des processus de désaturation/resaturation permet également de mesurer l'influence de l'état de saturation du matériau sur ses propriétés mécaniques. Quatre états de saturation des échantillons sont retenus :

\_ l'état saturé (Sw= 1) ; \_ l'état sec (Sw= 0) ; \_ l'état Sw= 0,8 ; \_ l'état Sw= 0,6.

Le comportement du matériau est mesuré à court et long terme. A court terme, les essais de compression uniaxiale et triaxiale, ainsi que les essais de traction sont réalisés. L'essai de fluage de dessiccation renseigne sur le couplage hydro-mécanique à long terme. Les dispositifs expérimentaux sont détaillés ainsi que la méthode de préparation des éprouvettes avant essais.

#### IV.1 Préparation des éprouvettes avant essais

Au cours d'un essai mécanique, les déformations du matériau sont enregistrées grâce à des jauges d'extensométrie placés sur l'éprouvette. Il s'agit de dispositifs, collés sur l'échantillon, qui permettent de connaître les déformations du matériau en mesurant une variation de résistance électrique d'une grille métallique (figure 2.14). L'utilisation de jauges exige une préparation de l'échantillon avant l'essai.



Fig. 2. 14 : Schématisation d'une jauge d'extensométrie

Pour être instrumentée de jauges d'extensométrie, l'éprouvette cylindrique doit présenter une surface latérale propre et lisse. Une résine de type UE-2 est appliquée sur cette surface et après séchage, les jauges sont collées sur l'échantillon. Sachant que la dimension maximale des granulats est de 12 mm, il a été choisi de travailler avec des jauges dont la taille est supérieure à deux fois le diamètre maximal des granulats. Des jauges de longueur de 30 mm sont donc utilisées. L'éprouvette, munie de jauges d'extensométrie, présente deux jauges longitudinales et deux jauges transversales (figure 2.15).



Fig. 2. 15 : Echantillon muni de jauges d'extensométrie

Il faut garder à l'esprit que la résine appliquée sur la face latérale de l'éprouvette impose un durcissement à l'air libre pendant une douzaine d'heures. La méthode développée consiste à appliquer la résine sur les échantillons en fin de journée et les placer sous une hotte durant une

nuit pour permettre ce durcissement. De ce fait, une hypothèse supplémentaire est à prendre en compte : le durcissement à l'air libre durant une nuit sous la hotte fait peu évoluer les gradients hydriques, car une nuit correspond à un temps court du point de vue de la dessiccation. Il en va de même pour l'étape de collage de jauges, considérée comme n'influençant pas les propriétés hydriques de l'éprouvette. Cette hypothèse est valable dans cette étude, car la même procédure est appliquée pour chacun des échantillons instrumentés.

Une fois l'éprouvette instrumentée, elle doit conserver son état de saturation jusqu'au jour de l'essai.

- Les échantillons à l'état sec sont replacés dans l'étuve fixée à 60°C.
- Ceux à l'état saturé sont gardés dans un récipient au dessus d'eau et un vide partiel est fait, de manière à équilibrer la solution avec l'atmosphère et à aboutir à une humidité relative de 100% au dessus de la solution
- Enfin, les éprouvettes aux états de saturation intermédiaires sont placées au dessus de solution salines saturées. Le choix des solutions salines s'effectue à l'aide des résultats des isothermes de chaque matériau à 20°C :
  - La saturation ciblée à 0,8 est obtenue pour le CEM I avec une humidité relative égale à 90% pour une saturation exacte de 0,73 et la saturation 0,6 est obtenue sous une humidité relative de 70% donnant une saturation exacte de 0,65 ;
  - Pour le CEM V, la saturation cible 0,8 est obtenue avec une humidité relative égale à 70% pour une saturation exacte de 0,87.

Il faut donc utiliser des solutions salines sursaturées recréant les humidités relatives égales à 90% et 70% sous une température proche de 20°C :

- ✤ Le chlorure de potassium (KCl), qui donne à 20°C une humidité relative de 85%, est utilisé pour conditionner les éprouvettes Sw=0,8 du CEM I ;
- L'iodure de potassium (IK) est employé pour conserver les échantillons du CEM I dont l'état de saturation cible est de 0,6 et ceux du CEM V ciblés à Sw=0,8, car à 20°C il crée une humidité relative proche de 70%.

Les seconds conditionnements sont utilisés sur des périodes de plusieurs jours. Ceci nous a permis de préparer plusieurs échantillons en même temps.

# **IV.2** Comportement à court terme

Les essais mécaniques à court terme sont effectués à l'aide d'une presse électromécanique pour reproduire les différentes sollicitations que doit subir le matériau. Ces essais sont :

- l'essai de compression simple sur cylindres ou sur prismes ;
- l'essai de compression triaxiale à confinement égal à 5 MPa ;
- l'essai de traction par fendage (essai brésilien) ;
- l'essai de traction par flexion (flexion 3 points).

Les essais de compression devraient faire apparaitre l'effet d'un endommagement hydrique sur le comportement mécanique du matériau. Les sollicitations de traction mettent en valeur l'effet de compétition existant entre les mécanismes de la dessiccation sur la rupture du matériau.

Pour chacun de ces essais, la même presse (figure 2.16), est utilisée. Cette presse, d'une capacité maximale de 250 kN, présente l'avantage d'avoir un système d'acquisition de données propre (capteur de force et calcul du déplacement intégrés) et peut être pilotée soit en

force, soit en déplacement. De plus, chaque protocole d'essai peut être enregistré lors du premier état de saturation considéré, et réutilisé pour une nouvelle valeur de saturation.

Boitier de contrôle manuel de la presse



Boitier d'acquisition des données des capteurs

Pilotage et enregistrement des protocoles et des résultats d'essai

Fig. 2. 16 : Presse et ses différents périphériques

Les essais mécaniques à court terme sont donc réalisés sur cette presse en suivant les protocoles décrit ci-après.

# IV.2.1 Essai de compression simple

L'essai de compression simple est réalisé sur deux types d'échantillons : des cylindres ou des prismes. Le protocole suivi pour cet essai dépend donc de la forme des échantillons.

# IV.2.1.1 Essai de compression simple sur cylindre

L'essai de compression simple est effectué sur des éprouvettes cylindriques de diamètre égal à 37,5 mm et d'élancement 2. Les échantillons sont munis de jauges d'extensométrie, afin de suivre les déformations durant l'essai. Pour effectuer un essai de compression simple, il faut un échantillon présentant des faces inférieure et supérieure parallèles et une perpendicularité de ces faces par rapport à l'axe de l'éprouvette. La rectification des échantillons a été faite de manière à remplir ces conditions (planéité des faces et normalité par rapport à l'axe de l'éprouvette). Cependant une rotule est positionnée entre l'éprouvette et le plateau haut afin de compenser les éventuels défauts restants.

Un essai de compression simple fait apparaître un frettage, qui correspond au frottement existant entre les plateaux de la presse et l'échantillon. Si ce frettage n'est pas compensé, une contrainte triaxiale apparaît aux extrémités de l'éprouvette, causant une rupture avec des cônes à 45° (figure 2.17 a et b). Cela a pour conséquence la mesure surestimée de la résistance en compression, si une zone centrale n'est pas suffisante pour assurer un état de contrainte uniaxiale. Si le frettage est compensé, la rupture de l'échantillon se fait pour une valeur de contrainte proche de la valeur de résistance en compression et la rupture provoque une fissuration verticale (figure 2.17 c) **[Yurtdas 03]**.



Fig. 2. 17 : Schématisation de la rupture du matériau avec ou sans frettage

Dans notre cas, aucun système anti frettage n'est utilisé. La rupture de l'éprouvette devrait présenter des cônes à 45°. L'élancement de 2 de nos éprouvettes devrait permettre de négliger cet effet sur cylindre. En revanche, il sera actif et visible sur les prismes.

Au cours de l'essai, la presse est pilotée en déplacement à une vitesse de  $2 \mu m/s$ . L'éprouvette subit des cycles de charge/décharge en compression dans le domaine élastique du matériau. Les trois premiers cycles sont essentiels à la mise en place de l'échantillon et ne sont pas considérés pour le dépouillement de l'essai (recommandation du LCPC **[Boulay 99 ; Toutlemonde 99 ; Torrenti 99]**). Un des chargements conduit à la rupture de l'échantillon.



La figure 2.18 suivante illustre les cycles de charge/décharge effectués durant l'essai.

Fig. 2. 18 : Cycles de charge/décharge appliqués en compression

Les données enregistrées pendant l'essai sont la variation de force au cours du temps et le déplacement de la traverse de la presse, ainsi que les déformations fournies par les jauges d'extensométrie.

Lors du dépouillement de l'essai, on détermine l'évolution du module de Young, noté E en [GPa], ainsi que celle du coefficient de Poisson, appelé v, suivant les cycles de charge/décharge. Nous déterminons aussi la résistance en compression, symbolisée par  $f_c$  en [MPa]. La contrainte au cours du temps  $\sigma$  est déterminée de façon lagrangienne par l'équation (29) :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \tag{29}$$

où F est la force au cours du temps en [N] et  $S_0$  la section initiale du matériau  $[m^2]$ .

Les déformations longitudinales du matériau  $\mathcal{E}_{11}$  sont déterminées au cours du temps en faisant la moyenne des déformations longitudinales. Le module de Young *E* se calcule pour chaque cycle en déterminant la pente d'un cycle de la courbe de comportement obtenue (figure 2.19). Son évolution en fonction des cycles de chargement renseigne sur la dégradation du matériau pendant l'essai.



Fig. 2. 19 : Schématisation de la détermination du module de Young E [Yurtdas 03]

Le coefficient de Poisson v est calculé pour chaque cycle par l'équation (30) :

$$\upsilon = -\frac{\varepsilon_{transv}}{\varepsilon_{longi}} = -\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{11}}$$
(30)

La résistance à la rupture  $f_c$  en [MPa] correspond à la valeur maximale de contrainte sur la courbe de comportement  $\sigma - \varepsilon$ . Les boucles d'hystérésis confirment le caractère visqueux du matériau.

# IV.2.1.2 Essai de compression simple sur prisme

Les prismes sont testés en compression simple à l'aide d'un bâti de compression en suivant la norme EN 196-1 (figure 2.20).



Fig. 2. 20 : Bâti de compression pour la compression sur demi-prismes

Le prisme est soumis à une force de compression jusqu'à la rupture. Pour cela, la presse est pilotée en déplacement à une vitesse de 500  $\mu$ m/s. Cette vitesse correspond à la vitesse imposée pour les mortiers normalisés [**norme EN 196-1 ; Dupain 95**]. Le principe de l'essai de compression sur demi-prisme est donné par la figure 2.21 :



Fig. 2. 21 : Principe de la compression sur prisme [Dupain 95]

Pour déterminer la résistance à la compression  $f_{cprisme}$ , obtenue sur chaque prisme, la valeur de force maximale est relevée et elle est introduite dans l'équation (31).

$$f_{cprisme} = \sigma_{\max} = \frac{F_{\max}}{S_0}$$
(31)

où  $S_0$  est la section initiale du prisme (40 x 40 mm<sup>2</sup>).

Les résultats obtenus en compression simple sur les prismes sont des données intéressantes à comparer avec les résultats de compression simple, pour constater l'influence de la forme de l'échantillon pour une même sollicitation.

### IV.2.2 Essai de compression triaxiale à 5 MPa

L'essai de compression triaxiale est réalisé sur des éprouvettes cylindriques de diamètre égal à 37,5 mm et dont la hauteur est de 75 mm (élancement = 2). La pression de confinement a été

fixée à 5 MPa. Cet essai permet de comparer le comportement du béton soumis à de la compression uniaxiale et triaxiale.

L'utilisation d'une cellule auto compensée est nécessaire pour reproduire une sollicitation triaxiale grâce à la pression de confinement (huile) et à un piston axial placé sur le couvercle de la cellule (déviateur). L'essai de compression triaxiale est donc un essai déviatorique (figure 2.22) **[Yurtdas 03]**.



Fig. 2. 22 : Schéma d'une cellule auto compensée [Yurtdas 03]

L'éprouvette est instrumentée de jauges d'extensométrie longitudinales et transversales, afin d'enregistrer ses déformations au cours de l'essai. Cette étape nécessite, lors de l'installation, des précautions à prendre pour ne pas abîmer les jauges. Pour résoudre ce problème, l'éprouvette est installée avant l'essai sur l'embase de la cellule et recouverte de latex afin de faciliter la mise en place de la membrane en caoutchouc qui la protège de l'huile (figure 2.23).



Fig. 2. 23 : Préparation de l'échantillon la veille de l'essai de compression triaxiale

L'échantillon est mis en place dans la cellule en suivant la procédure décrite dans le paragraphe III.3. La cellule est ensuite positionnée au centre de la presse (figure 2.24). Le confinement représente alors les contraintes isotropes ( $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3 = P_{conf} = 5MPa$ ) et la presse permet d'appliquer un effort déviatorique sur le piston, situé au dessus de l'échantillon dans la cellule.



Fig. 2. 24 : Cellule auto compensée installée sur la presse

Le protocole d'essai reprend celui de la compression simple, qui consiste en l'application de cycles de charge/décharge dans la zone élastique du matériau, avant la rupture. Les mêmes cycles qu'en sollicitation uniaxiale sont imposés. La presse est pilotée en déplacement à une vitesse de  $2\mu$ m/s.

Au cours de l'essai, la force et le déplacement de la traverse sont enregistrés. Les variations des jauges sont enregistrées au moyen du logiciel d'acquisition. La pression de confinement est aussi mesurée au cours de l'essai pour s'assurer qu'elle reste constante dans le temps.

Le dépouillement de l'essai de compression triaxiale est identique à celui de compression simple. Les évolutions du module de Young E et du coefficient de Poisson v, ainsi que la valeur de résistance en compression triaxiale  $f_{ct}$  sont alors déterminées.

Dans cette étude, les résultats de compression triaxiale serviront à identifier l'influence de l'état de saturation du matériau sur le comportement triaxial du matériau et comparer ceci au cas des sollicitations uniaxiales.

#### IV.2.3 Essai de traction par fendage

L'essai de traction par fendage, appelé aussi essai brésilien, est effectué sur des cylindres de matériau de diamètre égale à 37,5 mm et de hauteur correspondant à un élancement égal à 2. Pour cet essai, l'échantillon n'est pas instrumenté, car la presse enregistre au cours du temps la force F et le déplacement de la traverse de la presse. Le protocole suivi est celui décrit par la **[norme NF EN 12390-6]**. La seule différence, par rapport à la norme, vient du fait que les échantillons ont été obtenus par carottage et non préparés dans des moules normalisés. L'éprouvette est placée diamétralement au centre de la presse à l'aide d'un gabarit et le contact entre l'échantillon et les plateaux de la presse se fait grâce à de fines bandes en bois. Ceci permet de bien positionner l'éprouvette au cours de l'essai et de répartir la sollicitation le long de l'éprouvette. Pendant l'essai, la presse est pilotée en contrainte à une vitesse de 200 N/s, ce qui respecte la condition des normes d'un accroissement de la contrainte de traction de 0,05 MPa/s avec une tolérance de 20% **[Dupain 95]**. L'éprouvette subit un effort de compression sur deux génératrices opposées, cela entraîne la formation d'une contrainte de traction normale au plan diamétral (figure 2.25).



Fig. 2. 25 : Schéma de principe de l'essai de traction par fendage [Dupain 95]

Lors du dépouillement de l'essai, on détermine la valeur de la résistance à la traction  $f_{tfe}$ , qui correspond à la valeur de la contrainte de rupture en traction par fendage. On relie donc les valeurs mesurées pendant l'essai à la résistance en traction  $f_{tfe}$  par l'équation (32) :

$$f_{tfe} = 2 \frac{F}{\pi * D * L} \tag{32}$$

où D et L sont le diamètre [mm] et la longueur de l'échantillon et F force maximale de compression [N].

#### IV.2.4 Essai de traction par flexion

L'essai de traction par flexion est un essai de flexion 3 points réalisé sur des prismes de volume égal à (4\*4\*16) cm<sup>3</sup>. Le protocole suivi est celui de la **[norme NF EN 12390-5] [Dupain 95]**. L'utilisation d'un bâti de flexion (figure 2.26) est nécessaire pour positionner l'échantillon en respectant les distances de la figure 2.27.



Fig. 2. 26 : Bâti de flexion pour l'essai de traction par flexion



Fig. 2. 27 : Principe de l'essai de traction par flexion [Dupain 95]

Le bâti et l'échantillon sont installés au centre de la presse. Au cours de l'essai, la presse est pilotée en force à une vitesse de 10 N/s. L'échantillon subit une force qui est répartie linéiquement sur la face supérieure. La répartition des contraintes est linéaire dans l'échantillon, la contrainte de traction étant maximale en face inférieure et pour une certaine valeur de contrainte, il y a rupture de l'éprouvette.

La presse enregistre au cours de l'essai la force en [N] et le déplacement de sa traverse en [mm]. Lors du dépouillement de l'essai, la résistance à la traction  $f_{tfl}$  est déterminée grâce à l'équation (33) :

$$f_{tfl} = \frac{1,5F*l}{b^3}$$
(33)

où F est l'effort maximal de compression [N] ; l la distance entre les appuis du bâti de flexion [mm] ; b largeur du prisme [mm].

#### IV.3 Comportement à long terme : essai de fluage sous dessiccation

Afin d'avoir des informations concernant les déformations différées sous contraintes, nous avons décidé de réaliser des essais de fluage uniaxiaux. Le fluage correspond par définition à l'application d'une contrainte constante et maintenue dans le temps. Elle va entrainer des déformations postérieures à la déformation élastique instantanée, appelées déformations différées. L'essai de fluage sous dessiccation permet de reproduire les sollicitations mécaniques issues de la couche géologique qui accueillerait le site de stockage souterrain couplées au processus de désaturation. Cet essai a été mis en place pour mesurer l'influence de la désaturation sur les déformations différées du matériau à long terme.

Pour estimer les déformations uniquement dues au fluage, la décomposition des déformations est prise en compte. Cela sous entend que le retrait est déduit des déformations ou n'y apporte pas de modification significative Cette procédure est illustrée par la figure 2.1, pour un essai de fluage suivi de recouvrance **[Yurtdas 03]**. Pour dépouiller l'essai de fluage, le groupe d'échantillons considéré (protégé ou non de la dessiccation) donne une déformation « unique ». La déformation instantanée  $\varepsilon_{di}$ , causée par l'application de la contrainte de fluage n'est pas prise en compte. Le groupe protégé de la dessiccation sert à déterminer la déformation de fluage propre  $\varepsilon_{fp}$ , égales aux déformations des échantillons protégés auxquelles les déformations de retrait endogène  $\varepsilon_{re}$  sont retirées. Les échantillons soumis à la dessiccation donnent la valeur de déformation du fluage total  $\varepsilon_{ft}$ .

L'essai de fluage sous dessiccation est réalisé sur des éprouvettes cylindriques de diamètre égal à 37,5 mm et de hauteur égale à 120 mm. En outre, cet essai est effectué sur les trois matériaux (CEM I, CEM V et CEM V\*).

Pour mesurer l'influence de la désaturation sur les déformations de fluage des bétons étudiés, deux groupes d'échantillons sont distingués :

- les échantillons ne subissant que des déformations endogènes (fluage propre et retrait endogène (équation (12)) : ils sont protégés de la dessiccation grâce à trois couches d'aluminium autocollant ;
- les éprouvettes non protégées de la dessiccation et soumises donc au fluage de dessiccation et au fluage propre. Par définition, le fluage de dessiccation est la différence entre le fluage total, le fluage propre et le retrait total (équation (13)).

Cet essai permet de quantifier l'importance de l'effet Pickett, se traduisant par une augmentation des déformations différées sous dessiccation, en comparaison à la somme des déformations de retrait de dessiccation et de fluage propre mesurées indépendamment. De plus, l'influence des propriétés de transport sur les déformations de fluage devrait être mise en exergue en comparant les résultats des trois bétons sous les mêmes conditions.

Pour mettre en place cet essai, douze dispositifs de mesure ont été fabriqués pour s'adapter aux bâtis de fluage. La mesure de déformation de chaque échantillon est faite au moyen d'un comparateur tenu par deux colliers entourant l'éprouvette. Le collier haut permet de porter le comparateur et le collier bas lui sert d'appui. Le comparateur présente une précision du centième de millimètre [ $\pm$  10µm] et une étendue de 5000 µm. Chaque échantillon est surmonté d'une rotule pour compenser les défauts de parallélisme des bâtis de fluage et assurer une contrainte uniaxiale (figure 2.28). L'éprouvette, les colliers ainsi que la rotule sont installés de manière à avoir le même axe principal que les bâtis de fluage.



Fig. 2. 28 : Dispositif conçu pour l'essai de fluage

Une fois chaque dispositif en place, une pompe, d'une capacité maximale de 700 bars, impose une contrainte constante à tous les bâtis de fluage à l'aide d'une nourrice (figures 2.29 et 2.30).



Fig. 2. 29 : Pompe et sa nourrice pour maintenir la contrainte de fluage



Fig. 2. 30 : Les deux groupes d'échantillons de l'essai de fluage

Les valeurs des comparateurs sont relevées quotidiennement et la pression est maintenue à 300 bars, équivalente à une contrainte, sur chaque échantillon, égale à environ la moitié de la résistance en compression  $f_c$  pour les 3 bétons.

Le fluage de dessiccation est donc estimé à partir du fluage total auquel les déformations du retrait total et celles du fluage propre sont soustraites. Les équations (12) et (13) résument les calculs effectués pour estimer la déformation du fluage propre et celle du fluage de dessiccation.

Cette méthode permet de comparer les déformations uniquement induites par les fluages (propre ou de dessiccation). Une comparaison entre matériaux sera possible, où l'évolution des propriétés de transfert sera débattue.

# V Conclusions

La démarche expérimentale développée dans cette étude s'intègre dans un programme visant à affiner les connaissances sur le comportement thermo-hydro-mécanique des bétons et à récolter des données expérimentales sur le comportement des bétons de référence de l'Andra.

Les isothermes de sorption/désorption d'eau sont obtenus progressivement pour trois valeurs de températures ( $20^{\circ}C$ ;  $50^{\circ}C$ ;  $80^{\circ}C$ ). Des enceintes climatiques sont utilisées pour faire évoluer les conditions hydriques des matériaux à température constante. L'évolution de la masse et celle du retrait sont suivies dans le temps. Les résultats présentés dans ce travail correspondent à des isothermes partiels dont les points sont à relier aux valeurs d'humidité relative suivante : HR=98% ; HR=90% ; HR=80% ; HR=70% et HR=60%.

La resaturation est analysée de façon directe en suivant l'évolution des bétons de référence, préalablement séchés puis plongés dans l'eau osmosée à différentes températures.

Par ailleurs, des propriétés de référence (porosité totale, distribution de porosité, perméabilité au gaz et module d'incompressibilité en conditions drainées) sont mesurées sur les matériaux à l'état sec. Ces résultats servent à étayer les interprétations apportées dans ce travail.

Une étude du couplage hydro-mécanique, qui s'intègre également dans l'analyse approfondie du couplage thermo-hydro-mécanique, est aussi proposée. Les résultats rendent compte du comportement des bétons de référence de l'Andra à court et à long terme à 20°C.

Le tableau 2.7 récapitule les différents essais effectués dans cette étude.

PHENOMENES SUIVIS OU ESSAIS	Т	Sw à atteindre au cours du processus	Forme de l'éprouvette	Nb(é p)/m atéri au	Quels bétons étudiés ?	Objectifs	Observations	Conditionne- -ment
Cinétique de Désaturation/ Resaturation	20°C	Processus entier	Cylindrique Ø=37,5mm h=50mm	4	CEM I CEM V (E/C=0,39) CEM V* (E/C=0,48)	Établir l'isotherme de sorption à 20°C		EC20
	50°C	Processus entier	Cylindrique Ø=37,5mm h=50mm	4		Établir l'isotherme de sorption à 50°C		EC50
	80°C	Processus entier	Cylindrique Ø=37,5mm h=50mm	4		Établir l'isotherme de sorption à 80°C		EC80
	20°C	Processus entier	Prisme de volume V=(4*4*16) $cm^3$	3		Mesurer le Retrait/gonfle ment total à 20°C Mesurer le Retrait/gonfle ment total à 50°C	Plots incrustés dans prismes pour la mesure du retrait/ gonflement Plots incrustés dans prismes pour la	EC20
	50°C	Processus entier	Prisme de volume V=(4*4*16) cm <sup>3</sup>	3				EC50
Retrait/ Gonflement	80°C	Processus entier	Prisme de volume V=(4*4*16) cm <sup>3</sup>	3	CEM I CEM V	Mesurer le Retrait/gonfle ment total à 80°C		EC80
	20°C	Processus entier	Prisme de volume V=(4*4*16) cm <sup>3</sup>	3	(E/C=0,39) CEM V* (E/C=0,48)	Mesurer le Retrait/gonfle ment thermique à 20°C		EC 20
	50°C	Processus entier	Prisme de volume V=(4*4*16) cm <sup>3</sup>	3		Mesurer le Retrait/gonfle ment thermique à 50°C	mesure du retrait/ gonflement	EC 50
	80°C	Processus entier	Prisme de volume V=(4*4*16) cm <sup>3</sup>	3		Mesurer le Retrait/gonfle ment thermique à 80°C	Prismes emballés d'aluminium pour protéger du retrait de dessiccation	EC 80
Resaturation par Eau de Site	20°C	Sec	Cylindrique Ø=37,5mm h=50mm	4	CEM I CEM V (E/C=0,39) CEM V* (E/C=0,48)	Constater l'influence de la composition de l'eau à 20°C		
	50°C	Sec	Cylindrique Ø=37,5mm h=50mm	4		Constater l'influence de la composition de l'eau à 50°C	Resaturation à l'eau osmosée	ETUVE 60°C
	80°C	Sec	Cylindrique Ø=37,5mm h=50mm	4		Constater l'influence de la composition de l'eau à 80°C		
Perméabilité	20°C	Sec	Cylindrique Ø=37,5mm h=20mm	4	CEM I CEM V (E/C=0,39) CEM V* (E/C=0,48)	Mesurer la perméabilité K		ETUVE 60°C
Poromécanique	20°C	Sec	Cylindrique		CEM I	Mesurer Kb,		ETUVE 60°C

(Kb)			Ø=37,5mm h=75mm	3	CEM V (E/C=0,39)	(Kb ⇔ module d'incompress ibilité du squelette drainé)		
	20°C	Saturé	Cylindrique Ø=37,5mm h=75mm	3	CEM I CEM V (E/C=0,39)	Mesurer Rc, l'évolution de E		BAIN THERMOST ATE 20°C
	20°C	<i>Sw</i> =0,8	Cylindrique Ø=37,5mm h=75mm	3		pendant charge/déchar	Quand valeur Sw atteinte en désaturation, emballage de l'éprouvette dans 3 couches d'aluminium jusqu'à l'essai	
Compression Simple	20°C	<i>Sw</i> =0,6	Cylindrique Ø=37,5mm h=75mm	3		(Rc ⇔ résistance en compression ; E ⇔ module de Young ;		EC 20
	20°C	Sec	Cylindrique Ø=37,5mm h=75mm	3		coefficient de Poisson)		ETUVE 60°C
	20°C	Saturé	Cylindrique Ø=37,5mm h=75mm	3				BAIN THERMOST ATE 20°C
	20°C	<i>Sw</i> =0,8	Cylindrique Ø=37,5mm h=75mm	3		Mesurer Rt indirectement et E	Quand valeur Sw atteinte en désaturation, emballage de l'éprouvette dans 3 couches d'aluminium jusqu'à l'essai	
Compression Triaxiale à 5MPa	20°C	<i>Sw</i> =0,6	Cylindrique Ø=37,5mm h=75mm	3	CEM I CEM V (E/C=0,39)	(Rt ⇔ résistance en traction ; E ⇔ module de Young)		EC 20
	20°C	Sec	Cylindrique Ø=37,5mm h=75mm	3				ETUVE 60°C
	20°C	Saturé	Cylindrique Ø=37,5mm h=75mm	3		Mesurer Rt indirectement et E (Rt ⇔ résistance en traction ; E ⇔ module de Young)	Quand valeur Sw atteinte en désaturation, emballage de l'éprouvette dans 3 couches d'aluminium jusqu'à l'essai	BAIN THERMOST ATE 20°C
	20°C	<i>Sw</i> =0,8	Cylindrique Ø=37,5mm h=75mm	3				
Traction par Fendage	20°C	<i>Sw</i> =0,6	Cylindrique Ø=37,5mm h=75mm	3	CEM I CEM V (E/C=0,39)			EC 20
	20°C	Sec	Cylindrique Ø=37,5mm h=75mm	3				ETUVE 60°C
Traction Par Flexion	20°C	Saturé	Prisme de volume V=(4*4*16) $cm^3$	3				BAIN THERMOST ATE 20°C
	20°C	<i>Sw</i> =0,8	Prisme de volume V=(4*4*16) cm <sup>3</sup>	3		Mesurer Rt indirectement et E	Quand valeur Sw atteinte en désaturation, emballage de l'éprouvette dans 3 couches d'aluminium jusqu'à l'essai	
	20°C	<i>Sw</i> =0,6	Prisme de volume V=(4*4*16) cm <sup>3</sup>	3	CEM I CEM V (E/C=0,39)	(Kt ⇔ résistance en traction ; E ⇔ module de Young)		EC 20
	20°C	Sec	Prisme de volume V=(4*4*16)	3				ETUVE 60°C

			cm <sup>3</sup>					
Fluage	20°C	En dessiccation	Cylindrique Ø=37,5mm h=120mm	2	CEM I CEM V (E/C=0,39) CEM V* (E/C=0,48)	Mesurer l'influence de la dessiccation sur les déformations	Eprouvettes sous dessiccation dans une salle à ambiance contrôlée (T=21°C et HR=40%)	
	20°C	Protégés de la dessiccation	Cylindrique Ø=37,5mm h=120mm	2	(L/C=0,40)	(,	différées de fluage σ=30 MPa	Eprouvettes emballées de 3 couches d'aluminium avant l'essai

Tab. 2. 7 : Récapitulatif des phénomènes suivis et des essais de cette étude

# PARTIE 3 : COUPLAGES THERMO-HYDRO-MECANIQUES : CAS DES BETONS ANDRA

# Introduction

Le modélisateur a besoin de nombreuses données expérimentales, pour la conception du stockage souterrain des déchets radioactifs. Ainsi, le programme expérimental, développé dans cette étude et dont la méthodologie est détaillée dans la partie précédente, a pour principal objectif de caractériser le comportement thermo-hydro-mécanique des bétons de référence de l'Andra. Plus précisément, cette analyse porte sur les effets des processus de désaturation/resaturation en fonction de la température, couplée au chargement mécanique.

Le couplage thermo-hydro-mécanique des matériaux cimentaires induit plusieurs mécanismes, qui peuvent significativement modifier les propriétés des matériaux et ainsi affecter leur durabilité. La dessiccation et la hausse de température engendrent une augmentation de la pression capillaire, qui conduit au retrait de dessiccation de la matrice cimentaire. Les conditions thermiques et hydriques imposées influencent l'amplitude des variations dimensionnelles des matériaux, augmentant le risque de microfissuration à cause d'effets locaux et structurels. Lors du processus de resaturation, une part de ces déformations est compensée, cependant le matériau reste dégradé par la microfissuration de dessiccation. Le premier objectif consiste à quantifier ces déformations en fonction de l'histoire thermique et hydrique des matériaux. L'analyse des variations de masse et des retraits/gonflements est d'une part effectuée en fonction de trois conditions isothermes (à 20°C, 50°C et 80°C), puis en fonction des paramètres de composition. La pression capillaire est directement reliée à la microstructure, puisque la taille des pores conditionne son effet à échelle macroscopique et donc les variations dimensionnelles. Le CEM V, qui présente une distribution de porosité équivalente à celle du CEM V\* et un rapport E/C proche de celui du CEM I, constitue le matériau de référence de cette étude. En outre, pour appuyer cette analyse, la microstructure des matériaux, ainsi que leur perméabilité et leur module d'incompressibilité ont été mesurés et sont considérés comme propriétés de référence par rapport auxquelles les autres sont présentées. Le second objectif de cette étude correspond à l'estimation des effets de la dessiccation sur le comportement mécanique des matériaux. La pression capillaire, régnant dans la microstructure, peut devenir bénéfique, en obligeant la matrice cimentaire à se rétracter, conduisant ainsi à l'augmentation de la résistance du matériau du fait d'une augmentation locale de la compacité. Cependant, la microfissuration liée à la dessiccation risque de se propager, ce qui accélère la rupture, en masquant l'effet de la pression capillaire. La prépondérance d'un mécanisme sur l'autre diffère en fonction du type et de la période de chargement. Le double objectif de ce programme expérimental contribue donc à l'analyse du couplage thermo-hydro-mécanique des matériaux cimentaires.

Cette partie présente les résultats du programme expérimental. Tout d'abord, le premier paragraphe pose les propriétés de référence, ce qui permet de définir l'influence des paramètres de composition sur la microstructure des matériaux. Le second paragraphe détaille l'analyse du processus de désaturation, d'une part en séchage jusqu'à poids constant dans une étuve à 60°C, et d'autre part sous différentes températures, en dessiccation contrôlée au moyen d'enceintes climatiques. Le processus de resaturation est étudié avec de l'eau osmosée à différentes températures son analyse argumente la discussion développée sur l'étude des isothermes de désorption en fonction de la température. Le dernier paragraphe reporte les résultats des différents essais mécaniques couplés à la dessiccation. L'analyse s'effectue à court terme par des essais ponctuels en fonction de l'état de saturation des matériaux et à long terme avec l'essai de fluage de dessiccation.

# I Propriétés de référence

Pour permettre les comparaisons futures entre matériaux, il est nécessaire de caractériser leur microstructure et leurs propriétés de transfert à l'état initial ou considéré comme tel. Ces résultats nous serviront de référence dans les interprétations à venir. Par ailleurs, les propriétés de référence de l'étude ont été mesurées, dans la mesure du possible à l'état saturé, mais plus souvent à l'état sec. Cet état a été choisi, d'une part, par cohérence avec les protocoles d'essais, et d'autre part, afin de caractériser les matériaux sans influence de leur teneur en eau.

# I.1 Porosité et distribution de porosité

La porosité a été mesurée à l'eau (Porosité accessible à l'eau, PAE) et au mercure (Porosimétrie par Intrusion de Mercure, PIM) selon les protocoles décrits dans la Partie 2, aux paragraphes III.1 et III.2. La porosité à l'eau a été déterminée après un séchage jusqu'à poids constant à 60°C sur une grande quantité d'échantillons de différentes formes, puis à 105°C (quatre rondelles de 20 mm d'épaisseur). La figure 3.1 présente la perte de masse moyenne du CEM V en fonction du temps de séchage (à 60°C et 105°C). Plusieurs courbes correspondent au séchage à 60°C, du fait de différentes formes d'échantillons (cylindres ou prismes). Notons que ces différences sont principalement dues à la porosité de surface, contenant beaucoup d'eau à l'état saturé, et qui dépend de la taille des échantillons. Les évolutions des pertes en masse en fonction du temps, pour les bétons CEM I et du CEM V\*, sont présentées dans l'annexe 3.



Fig. 3. 1 : Perte de masse dans le temps du CEM V lors d'un séchage à 60°C ou 105°C en fonction de la formes des échantillons

#### Rôle de la température de séchage

Le séchage à 105°C présente une cinétique plus rapide en comparaison du séchage à 60°C. En effet, la masse des échantillons à 105°C se stabilise après 7 jours de séchage, tandis qu'il faut

84 jours pour obtenir la stabilisation des masses des échantillons à  $60^{\circ}$ C. L'agitation thermique des molécules d'eau, accentuée à  $105^{\circ}$ C, contribue à la rapidité de ce séchage en augmentant le coefficient de diffusion. De plus, la température de séchage influence la mesure de porosité accessible à l'eau. Plus le séchage est sévère, plus le matériau perd de l'eau libre, ce qui vidange plus de pores, mais il peut aussi commencer à perdre une eau de constitution issue de certains hydrates. Ceci est mis en évidence par la variation de masse maximale atteinte plus importante à  $105^{\circ}$ C (l'amplitude de la perte de masse à  $105^{\circ}$ C est environ 1,2 fois supérieure à celle des prismes et cylindres de 75 mm de hauteur en séchage à  $60^{\circ}$ C), et ainsi la porosité initiale mesurée sera supérieure à  $105^{\circ}$ C. Cette vidange plus intense est due à :

- Une humidité relative résiduelle dans l'étude à 60°C : lors du séchage au four des bétons à 60°C, l'ensemble des échantillons perdent de l'eau ce qui induit une augmentation de la quantité de vapeur dans l'enceinte. Une humidité relative résiduelle existe alors (entre 5 et 10% de HR suivant la quantité d'éprouvettes présentes [Yurtdas 04]). Une température de 105°C assure une humidité relative de 0% induisant à l'équilibre un séchage complet du matériau. Précisons toutefois que ce séchage complet ne concerne que l'eau libre du matériau et certainement une partie de l'eau physisorbée [Baroghel Bouny 94]. Il est communément admis que l'eau liée chimiquement ne peut pas être évaporée à cette température, à la possible exception de l'ettringite dont la décomposition à de faibles températures fait débat.
- Une microfissuration du matériau : sous l'effet combiné du retrait de la matrice et des déformations thermiques différentielles entre matrice et granulats, une microfissuration va être induite par le séchage à 105°C. Notons que cette microfissuration est bien moindre à 60°C. La fraction volumique de fissures ainsi créées reste faible, mais l'effet marquant de cette fissuration est l'augmentation de la connectivité du réseau poreux. Certains pores inaccessibles le deviennent, ce qui permet à une plus grande quantité d'eau d'être évacuée du béton. Cet aspect pourrait être assez facilement validé ultérieurement.
- Un effet cinétique lié aux variations des propriétés intrinsèques du matériau sous température élevée : lors d'un séchage à 105°C, tous les paramètres verront leurs valeurs varier très sensiblement. La viscosité de l'eau diminue fortement, le coefficient de diffusion et la perméabilité intrinsèque augmentent également fortement au voisinage du point d'ébullition de l'eau. La pression de vapeur saturante varie également beaucoup entre 60°C et 105°C, induisant ainsi des surpressions locales de gaz qui conduiront à un séchage intense.

Conventionnellement, cette température de 105°C est prise comme référence de l'état sec **[Arliguie 07]**, ce qui n'est pas le cas dans cette étude. Nous avons choisi le séchage à 60°C pour obtenir l'état sec de référence. Dans la suite, nous comparerons les deux états secs afin de montrer l'influence de l'état de référence choisi dans l'analyse des résultats.

Le tableau 3.1 regroupe les résultats de nos différentes mesures de porosités accessibles à l'eau (valeurs moyennes), ainsi que celles provenant d'études antérieures. Ce tableau présente également la variation de masse maximale possible des matériaux, ramenée à la masse des échantillons à l'état saturé. L'estimation de cette variation maximale de masse s'obtient une fois la porosité moyenne du matériau connue. Cette valeur se détermine pour chaque forme d'échantillons par l'équation (34).

$$\frac{\Delta m \max}{m_0} = \frac{\phi^* \rho_{eau} * V_{app}}{m_{sat_{moy}}}$$
(34)

où  $V_{app}$  reprend les valeurs du tableau 2.6 [cm<sup>3</sup>];  $\rho_{eau}$  est la masse volumique de l'eau (1000 kg/cm<sup>3</sup>);  $\phi$  la porosité ;  $m_{sat_{may}}$  représente la moyenne des masses saturées des échantillons de la forme concernée [kg] et  $m_0$  est la masse initiale de l'échantillon considéré. Une fois la variation de masse maximale possible connue pour chaque forme d'échantillon, la valeur moyenne est déterminée en fonction de la température et du matériau étudié. Ces valeurs seront utiles pour comparer les pertes de masse des échantillons sous dessiccation contrôlée, par rapport aux valeurs maximales possibles.

	Propriété	Nombre d'échantillons	Forme des échantillons	CEM I	CEM V	CEM V*
Résultats de l'étude	PAE Φ après séchage à 60°C	CEM I et CEM V : 55 CEM V* : 44	Cylindres ( $\emptyset$ =37.5 mm; H=50 mm) Prismes (4*4*16) cm <sup>3</sup> Cylindres ( $\emptyset$ =37.5 mm; H=75 mm)	8,1%	11,9%	14,1%
	Δ <sub>m</sub> /m <sub>0</sub> max(cylindres H=50 mm) avec Φ(60°C)	24	Cylindres (Ø=37.5 mm; H=50 mm)	3,17%	3,31%	3,33%
	Δ <sub>m</sub> /m <sub>0</sub> max( <i>cylindres</i> H=75 mm) avec Φ(60°C)	CEM I et CEM V : 28 CEM V* : 20	Cylindres (Ø=37.5 mm; H=75 mm)	3,16%	3,31%	3,32%
	$\Delta_m/m_0$ max( <i>prismes</i> ) avec $\Phi(60^\circ C)$	CEM I et CEM V : 3 CEM V* : 0	Prismes $(4*4*16) \text{ cm}^3$	3,68%	3,46%	_
	$\Delta_m/m_0 \max$ MOYEN avec $\Phi(60^\circ C)$	_	_	3,34%	3,36%	3,33%
	PAE Φ après séchage à 105°C	4	Rondelles (Ø=37.5 mm; H=20 mm)	10,1%	15,3%	16,5%
	Δ <sub>m</sub> /m <sub>0</sub> max( <i>cylindres</i> <i>H=50 mm</i> ) avec Φ(105°C)	24	Cylindres (Ø=37.5 mm; H=50 mm)	3,94%	5,99%	6,43%
	Δ <sub>m</sub> /m <sub>0</sub> max(cylindres H=75 mm) avec Φ(105°C)	24	Cylindres (Ø=37.5 mm; H=50 mm)	3,94%	5,99%	6,43%
	Δ <sub>m</sub> /m <sub>0</sub> max( <i>prismes</i> ) avec Φ(105°C)	CEM I et CEM V : 3	Prismes $(4*4*16) \text{ cm}^3$	4,58%	6,55%	_
	Δ <sub>m</sub> /m <sub>0</sub> max MOYEN avec Φ(105°C)	_	_	4,15%	6,26%	6,59%
	PIM Φ mesurée au mercure après séchage à 60°C	1 par matériau	Cube de 1 cm <sup>3</sup>	5%	6,3%	_
Résultats connus [Andra 01a ; Andra 01b]	PAE Φ à l'eau après séchage à 105°C	3 par matériau	_	13%	13,4%	_

Tab. 3. 1 : Résultats de porosité et de variation de masse maximale possible

#### Influence de la méthode de mesure

Nous constatons que les valeurs de porosité obtenues sont dépendantes de la méthode de mesure. La porosité mesurée par injection de mercure (PIM) est la plus faible (CEM I : 5% et CEM V : 6,3%) : ceci s'explique tout d'abord par le phénomène de « bouteille d'encre » [Moro 02]. La mesure par porosimétrie au mercure postule que les pores sont de même accessibilité dans le réseau. Cependant, certains pores ont une accessibilité restreinte, ce qui gêne l'intrusion du mercure dans ces pores si la pression d'injection n'est pas assez forte, ce qui ne permet pas de couvrir toutes les tailles de pores. De plus, la porosimétrie au mercure induit des pressions hydrostatiques de l'ordre de 200 MPa conduisant à une forte compaction du matériau, en particulier de sa matrice [Burlion 97]. Enfin, le volume de matériau testé est très faible et n'est en aucun cas représentatif d'un volume élémentaire représentatif d'un béton. L'ensemble de ces phénomènes conduit alors à une valeur de porosité au mercure très inférieure aux résultats de porosité à l'eau.

#### Influence des paramètres de composition

En considérant les différents matériaux de l'étude, nous constatons que, quelque soit la méthode considérée, le CEM I présente la porosité la plus faible, suivi du CEM V puis du CEM V\*. Les différences sont attribuées à la quantité d'eau apportée lors de la fabrication des matériaux, qui conditionne la taille des pores capillaires, ainsi qu'à la réaction pouzzolannique qui a eu lieu dans les bétons à base de CEM V/A. Ces résultats nous permettent de conclure que le CEM I présente un volume poreux inférieur aux deux matériaux avec CEM V/A, et qu'une augmentation du rapport E/C du matériau conduit à une augmentation notable de la porosité (environ 1,2 % pour un E/C variant de 0,39 à 0,48 pour une PAE mesurée à 105°C). Notons par ailleurs que cet écart est accentué si on prend comme référence la PAE mesurée à 60°C : 2,2 % de plus de porosité pour le CEM V\* par rapport au CEM V. On peut donc en déduire que, du fait de l'humidité relative résiduelle, la porosimétrie du béton à base de CEM V est plus fine que celle du CEM V\*. La réduction de l'écart de porosité entre les deux matériaux à base de CEM V/A, pour une PAE mesurée à 60°C, puis à 105°C démontre que le CEM V présente une quantité de pores importante pour lesquels le rayon caractéristique est très faible (en deçà de quelques nanomètres). Cette observation est très largement confirmée par les isothermes de sorption.

#### Rôle de la maturité sur la mesure de porosité

La différence entre les porosités mesurées à  $105^{\circ}$ C avant (CEM I : 13%; CEM V : 13,4%) et pendant l'étude (CEM I : 10,1%; CEM V : 15,3%) est attribuée à la méthode de fabrication, et surtout à la durée de maturation des matériaux qui diffère dans les deux cas. Les mesures connues avant l'étude ont été effectuées sur des échantillons âgés de trois mois et conservés suivant la norme en chambre humide. La maturation sous eau imposée dans notre étude pendant au moins six mois a permis une poursuite de l'hydratation des matériaux, ce qui a pour conséquence de réduire leur porosité initiale. Notons que cette remarque est surtout valable pour le CEM I. Pour le CEM V, la porosité mesurée au cours de notre étude est plus importante : la différence de fabrication explique sans doute ce phénomène.

#### Analyse des erreurs de mesure

Puisque la porosité accessible à l'eau à 60°C a été mesurée sur une grande quantité d'échantillons de forme et de taille différente, il a été possible de déterminer la variabilité de

cette mesure en utilisant l'équation (35) suivante, qui donne l'erreur commise  $d\phi$  sur la mesure de porosité :

$$d\phi = \frac{\partial \phi(M, \rho_{eau}, V_{app})}{\partial M} dM + \frac{\partial \phi(M, \rho_{eau}, V_{app})}{\partial \rho_{eau}} d\rho + \frac{\partial \phi(M, \rho_{eau}, V_{app})}{\partial V_{app}} dV_{app}$$
(35)

où les trois termes de cette équation sont successivement l'erreur de mesure faite sur la masse des échantillons (liée à la précision de la balance), l'erreur commise sur la valeur de la masse volumique de l'eau de béton (considérée comme négligeable), et l'erreur commise sur la détermination du volume apparent de l'échantillon (liée à la prise des dimensions, les aspérités de surface, etc...). Ainsi, cela permet d'estimer que la valeur de porosité à 60°C est donnée avec une erreur maximale de plus ou moins 3% (variation moyenne de porosité : 0,35% et écart type de la porosité : 1,73). Cette dispersion de PAE à 60°C est illustrée par la figure 3.2 suivante.



Fig. 3. 2 : Dispersion des résultats de porosité à 60°C

Nous constatons que la dispersion de la porosité est incluse dans la marge d'erreur, et cela quel que soit le matériau considéré. De plus, nous remarquons que plus la dimension de l'échantillon est grande, plus la dispersion de porosité est faible. Ceci nous permet de conclure que la valeur de porosité à 60°C est représentative des bétons d'ouvrage.



Fig. 3. 3 : Résultat de distribution de porosité et de la répartition du diamètre d'entrée de pore

La mesure globale de porosité sous vide, donne le volume de pores mais renseigne peu sur leur taille et leur répartition. Une mesure de porosimétrie au mercure a permis d'estimer la distribution poreuse du CEM I et du CEM V, illustrée dans la figure 3.3 et sur laquelle est présenté le volume cumulé de pores en fonction du diamètre d'entrée. Plus le diamètre caractéristique des pores est faible, plus la perméation et la diffusion au sein de nos matériaux seront difficiles. Cette distribution de taille de pores est essentielle car elle est un élément permettant d'expliquer les résultats obtenus sur les isothermes de sorption/désorption d'eau. La gamme de porosité investiguée par cette mesure s'étend de la macroporosité jusqu' à la microporosité (de 400µm à 6 nm de diamètre).

Dans la zone des macropores (1 à 100  $\mu m$ ), les courbes de rayon d'entrée des pores sont identiques pour les deux matériaux, ce qui signifie que leur porosité est équivalente jusqu'à un diamètre de pores de 1  $\mu m$ . En dessous de cette valeur, les courbes de diamètre d'entrée de pores nous permettent de distinguer deux parties, limitées par le diamètre de 0,06 µm. Pour un diamètre compris entre 1 et 0,06 µm, le CEM V ne présente pas ou peu de pores, car sa courbe de diamètre d'entrée de pores n'évolue pas. En revanche, sur cette même gamme, le volume de pores du CEM I double, confirmant la grande proportion de pores de cette taille dans sa microstructure. En deça d'un rayon de 0,06 µm, la courbe de diamètre d'entrée du CEM V augmente rapidement et celle du CEM I tend vers un palier. L'évolution du CEM I indique qu'il ne présente pas ou peu de pores avec un diamètre inférieur à 0,07 µm. Cependant le CEM V montre une évolution du diamètre d'entrée tronquée par les limites techniques de l'appareil, ce qui laisse penser que la plupart des pores du CEM V ont un diamètre inférieur à 6 nm. Les distributions de porosité du CEM I et du CEM V sont donc révélatrices de l'influence de la nature du ciment utilisé. Les additions présentes dans le ciment CEM V/A induisent la réaction pouzzolanique, qui engendre un raffinement dans la porosité des hydrates.
Les résultats de porosimétrie au mercure sont cohérents avec ceux de la porosité accessible à l'eau. Les bétons à base de CEM V/A présentent des porosités totales supérieures au CEM I, en revanche, leur distribution reflète une plus grande proportion de « petits » pores. Ainsi, ces différences de microstructure vont influencer les propriétés de transfert lors de la dessiccation, mais également l'évolution mécanique des matériaux.

### I.2 Perméabilité au gaz

Une mesure des propriétés de transfert des matériaux cimentaires, à l'état sec, est utile afin de quantifier la durabilité des matériaux **[Ollivier 08 ; Arliguie 07]**. La perméabilité au gaz de chaque matériau a été mesurée sur une éprouvette présentant un état sec (voir protocole dans la Partie 2, au paragraphe III.3). En fonction de la pression d'injection imposée à l'échantillon, des mesures apparentes sont réalisées et permettent alors de déterminer la valeur de perméabilité intrinsèque avec la méthode d'analyse proposée par Klinkenberg **[Klinkenberg 41]**. Les figures 3.4, 3.5 et 3.6 montrent l'évolution de la perméabilité apparente en fonction de la pression moyenne d'injection, respectivement pour le CEM I, le CEM V et le CEM V\*.



Fig. 3. 4: Perméabilité apparente du CEM I en fonction de l'inverse de la pression moyenne d'injection



Fig. 3. 5 : Perméabilité apparente du CEM V en fonction de l'inverse de la pression moyenne d'injection



Fig. 3. 6 : Perméabilité apparente du CEM V\* en fonction de l'inverse de la pression moyenne d'injection

L'ordonnée à l'origine de la régression linéaire effectuée sur les points de mesure permet d'estimer la perméabilité intrinsèque du matériau. Les résultats montrent que l'effet Klinkerberg n'est pas très significatif, du fait d'une pente de cette droite très faible  $(10^{-12} \text{ m}^2)$ . Les résultats des perméabilités intrinsèques mesurées, ainsi que ceux issus d'études antérieures, sont regroupés dans le tableau 3.2.

$K_{int} [m^2]$	De l'étude	Données antérieures [Andra 01a ; Andra 01b]				
	Argon	Oxygène	Eau			
CEM I	5.10 <sup>-18</sup>	8,5.10 <sup>-17</sup>	9,5.10 <sup>-20</sup>			
CEM V	2.10 <sup>-18</sup>	$1,9.10^{-18}$	$1,4.10^{-19}$			
CEM V*	1.10 <sup>-17</sup>	-	-			

Tab. 3. 2 : Résultats de perméabilité au gaz en fonction du type de matériau, et du fluide injecté

#### Influence de la composition

La mesure de perméabilité à l'argon indique que le CEM V\* est plus perméable que le CEM V. Ce résultat est cohérent, puisque le CEM V\* présente une porosité plus importante et plus grossière, dans laquelle les perméations sont facilités par rapport au CEM V. Dans le cas présent, l'augmentation du rapport E/C conduit ici à une augmentation de la perméation d'un ordre de grandeur. En outre, la comparaison en fonction de la nature du ciment montre que, bien que moins poreux, le CEM I est plus perméable que le CEM V. Ce résultat rejoint tout à fait les constatations faites sur les microstructures, indiquant que, même si le CEM V présente une porosité totale supérieure au CEM I, celle-ci est répartie vers des tailles de pores inférieures à celles du CEM I et présente donc une perméabilité plus faible, doublé d'une tortuosité qui doit être plus élevée (en cohérence avec le raffinement de la porosité). Rappelons que l'écriture de la loi de Poiseuille dans un pore cylindrique indique que le débit pouvant passer dans ce pore est proportionnel au rayon du pore à la puissance 4. Le fait de raffiner la porosité par réaction pouzzolanique améliore l'imperméabilité du béton CEM V.

#### Influence de la méthode de mesure

Les tendances entre matériaux sont les mêmes lorsqu'on passe d'une injection à l'argon à une injection à l'oxygène, mais sont sensiblement différentes avec celles de l'eau. Ceci peut être attribué à la taille des molécules de chacun des fluides d'injection qui alors remplissent ou non la porosité connectée du matériau et aux interactions du fluide avec la matrice cimentaire. En effet, le rayon d'une molécule d'argon est équivalent à celui d'une molécule d'oxygène (R(Arg)= 188 pm; R(O<sub>2</sub>)= 152 pm), mais supérieur à celui d'une molécule d'eau (R(H<sub>2</sub>O)= 95,8 pm). En revanche, l'eau devrait logiquement s'écouler plus difficilement : on constate 3 ordres de grandeur d'écart entre ces perméabilités. L'explication vient du fait que les mesures des perméabilités à l'eau se font avec un fluide non neutre vis-à-vis du matériau poreux saturé qu'est le béton. Lors de l'injection de l'eau, la phase solide hydrophile attire l'eau, ce qui peut conduire à des phénomènes de dissolution-précipitation. Cela entraine généralement une modification du réseau poreux et conduit à une mesure de perméabilité d'un matériau en déséquilibre thermodynamique. Par ailleurs les mesures de perméabilité au gaz se font sur matériau sec. Comme nous l'avons déjà évoqué, les bétons sont sensibles au processus de séchage, en particulier en présentant une microfissuration plus ou moins importante. Cette microfissuration influe sur la mesure de perméabilité. L'utilisation de ces valeurs de perméabilité dans une modélisation nécessitera donc l'utilisation d'un paramètre (de calage) permettant de compenser la difficulté expérimentale d'obtenir un état sec, physiquement non modifié, pour un béton ; ce paramètre pourra être calé, par exemple, sur les courbes cinétiques de pertes en masse [Mainguy 01], en particulier sur la pente à l'origine de la courbe perte en masse en fonction du temps.

### I.3 Module d'incompressibilité en conditions drainées

Afin de compléter la caractérisation des propriétés de référence des matériaux étudiés, la mesure du module d'incompressibilité en conditions drainées est réalisée sur deux éprouvettes, âgées de 1 an et à l'état sec. Chaque échantillon, placé dans une cellule triaxiale, est soumis aux variations de pression de confinement (protocole détaillé au paragraphe III.4 de la Partie 2). Dès qu'un palier de confinement est imposé, une période de stabilisation est requise avant de lire les valeurs des jauges d'extensométrie. Pour s'en assurer, les valeurs prises par les jauges sont enregistrées dans le temps comme l'illustre la figure 3.7. La déformation volumique est calculée avec les jauges et est reliée à la pression imposée (figure 3.8). Sur cette figure, la pression de confinement est comptée conventionnellement positive. On constate également la linéarité de la réponse des évolutions de pression en fonction de la déformation volumique, traduisant le comportement élastique du matériau jusqu'à 25 MPa de confinement et une absence de microfissuration significative.



Fig. 3.7: Enregistrement des déformations dans le temps suivant la variation de pression de confinement



Fig. 3. 8 : Déformation volumique d'une éprouvette de CEM V en fonction des cycles de pression de confinement

Pour chaque cycle de charge/décharge de la pression de confinement, le module d'incompressibilité en conditions drainées est déterminé comme étant la pente de chaque décharge (symbolisée « Déch. i » dans le tableau 3.3 suivant). Le module d'incompressibilité moyen du matériau, en conditions drainées, correspond alors à la moyenne des modules calculés pour chaque décharge. Dans notre étude, cette mesure fait référence à la déformabilité de la matrice cimentaire, incluant sa porosité. Le tableau 3.3 présente les résultats de chaque éprouvette et la valeur moyenne.

K <sub>b</sub> en [GPa]		Déch. 1	Déch. 2	Déch. 3	Déch. 4	Moyenne
CEM I	Ep. 1	27,1	31,9	32,9	37,1	30,8
	Ep. 2	30,3	28,2	28,5	30,5	
CEM V	Ep. 1	19,8	19,7	18,7	25,1	21,3
	Ep. 2	21,6	20,6	20,8	24,2	

Tab. 3. 3 : Module d'incompressibilité drainé en fonction du matériau

Le module d'incompressibilité en conditions drainées du CEM I est donc supérieur à celui du CEM V. La substitution d'une partie du clinker dans le cas du CEM V conduit à rendre le matériau plus souple et compressible. Par ailleurs, ce résultat est logique compte tenu des différences de porosité (*15,3* % contre *10,1* % soit une augmentation de *50* % entre le CEM I et le CEM V). Notons que le ratio de *50* % est retrouvé pour l'évolution du module d'incompressibilité, montrant qu'en première approche, il est possible de relier porosité et rigidité d'un matériau cimentaire. Cette propriété va conduire à une plus grande déformabilité des structures faites de CEM V/A : cela aura également des conséquences sur les retraits. Ceux-ci étant principalement dus aux pressions capillaires générés dans la porosité, un plus faible module d'incompressibilité devrait entraîner une amplitude de retrait (endogène ou de dessiccation) plus forte, au moins au début du séchage.

# II Couplage thermo-hydro-mécanique

L'étude des couplages thermo-hydro-mécaniques dans les bétons renseigne, en particulier, sur les processus de désaturation/resaturation en fonction de la température. Sous l'effet d'une désaturation, le matériau cimentaire subit une variation de pression capillaire qui, par interaction avec le solide va conduire à une modification des dimensions de l'éprouvette ou de l'ouvrage, mais également une évolution de ses propriétés mécaniques macroscopiques. De plus, l'ensemble de ces phénomènes est thermo-activé, car dépendant de propriétés matérielles qui varient avec la température. Il faut donc déterminer les conséquences d'une désaturation et/ou d'une augmentation de la température sur les propriétés macroscopiques des bétons.

Ce chapitre traite également de la maturation des bétons antérieure à la désaturation. L'analyse du processus de désaturation est réalisée grâce aux cinétiques de pertes de masse, aux isothermes de sorption/désorption et aux variations dimensionnelles des matériaux sous différentes conditions de température et d'humidité relative. Le processus de resaturation est étudié de façon directe et forcée, c'est-à dire en accélérant les processus et son analyse argumente la discussion sur l'analyse des isothermes de désorption en fonction de la température.

### **II.1** Maturation sous eau

La microstructure d'un matériau cimentaire continue d'évoluer à l'état durci depuis la prise et au-delà (pendant des durées importantes pour certains matériaux à hydratation lente). Dans notre cas, afin d'établir des isothermes de sorption/désorption et de comparer les états de saturation entre eux, il est nécessaire d'étudier des matériaux dont l'hydratation est suffisamment avancée, pour que les réactions qui peuvent encore se développer ne modifient pas de façon significative la microstructure des matériaux. Ainsi, après démoulage, les matériaux sont conservés dans un bain thermostaté à 20°C pour une période minimale de six mois. Il a été démontré au cours de la thèse de Baroghel-Bouny [Baroghel Bouny 94] et de celle de Yurtdas [Yurtdas 04], que ce temps était suffisant pour obtenir des échantillons « stables ». La figure 3.9 représente la prise de masse des matériaux, mesurée sur les prismes (4\*4\*16) cm<sup>3</sup> (CEM I et CEM V : 33 prismes et CEM V\* : 21 prismes) en fonction du temps pendant la phase de maturation. Le temps zéro correspond ici au début d'immersion dans l'eau, 5 jours après le coulage (paragraphe I.2 de la Partie 2).



Fig. 3. 9 : Prise de masse des matériaux en maturation sous eau à 20°C

La prise de masse contrebalance l'autodessiccation liée à l'hydratation. Comme le volume des produits formés au cours de l'hydratation est inférieur au volume des produits initiaux, une cavitation apparaît au sein du matériau. Cette cavitation conduit à l'apparition de ménisques capillaires (conduisant au retrait d'autodessiccation), mais permet également à l'eau de rentrer dans le matériau. L'absorption d'eau est donc possible si la réserve alentours est suffisante. Plus le matériau s'hydrate et se structure, plus la pénétration de l'eau devient difficile. L'évolution, progressivement ralentie, n'est plus significative à partir de 120 jours. Ceci nous permet de considérer que la microstructure des matériaux n'évoluera plus durant l'étude après 6 mois de maturation.

#### Influence de la composition

La comparaison, entre matériaux, de la prise de masse en maturation sous eau rejoint les résultats de porosité. Nous constatons que plus la porosité du matériau est élevée, plus la prise de masse est importante, conduisant à la saturation en eau des échantillons au bout de six mois. En fin de maturation, la barre verticale est représentative des écarts de prise de masse mesurées. Ces écarts sont très similaires à ceux constatés sur les mesures de porosité et montrent, si besoin en était, que le béton est un matériau intrinsèquement variable, du fait de son hétérogénéité propre.

Les prismes pris en compte dans la mesure de variations de masse précédente seront utilisés pour différentes observations : une partie servira aux mesures du retrait avec des plots inclus (21 prismes), les prismes restants seront utilisés pour les essais de traction par flexion et compression simple sur cubes. Les variations dimensionnelles des prismes munis de plots ont également été mesurées durant la phase de maturation sous eau et sont présentées figure 3.10. Un retrait est constaté quel que soit le matériau. Ce retrait est lié à l'autodessiccation du béton en cours d'hydratation. L'eau présente dans la microstructure est progressivement consommée par la réaction d'hydratation. Du fait de la très faible perméabilité  $(10^{-18} m^2)$ , l'eau

environnante ne peut pas combler cette consommation immédiatement. S'en suit donc une cavitation et un équilibre air/eau/solide se met en place, conduisant à une pression capillaire dans le fluide (pression négative). Comme le système est à contrainte macroscopique nulle (on néglige le poids propre), le solide est mis en compression isotrope pour équilibrer la dépression capillaire. Cette compression se traduit à l'échelle macroscopique par un retrait dit d'autodessiccation, menant à des déformations pour une bonne part irréversibles. En effet, la resaturation progressive annule cette dépression capillaire. Malgré cela, le retrait macroscopique reste important (de 100  $\mu$ m/m pour le CEM I à 600  $\mu$ m/m pour le CEM V\*). De plus, on constate bien que, plus la matrice est compressible, plus le retrait d'autodessiccation est élevé, confirmant l'effet majeur de la pression capillaire. La variation de pression de disjonction ou celle d'énergie de surface ne peuvent pas rendre compte directement de cette relation compressibilité/retrait. Enfin, tout comme pour la prise de masse, le retrait du CEM I et du CEM V se stabilise vers 120 jours et vers 160 jours pour le CEM V\*. Ceci nous conforte dans l'idée que la microstructure des matériaux n'évolue plus significativement après six mois de maturation sous eau : la pression capillaire, qui diminue avec la prise d'eau, s'exerce sur des zones de matériau de plus en plus petites, stabilisant ainsi le retrait. Ajoutons que le retrait peut également s'expliquer comme un fluage sous pression interne [Benboudjema 02] : la pression capillaire exerce une pression constante au sein du matériau. Le béton étant un matériau visco-élastique non linéaire, il réagit à cette pression en déformant progressivement [Bazant 76; Granger 96]. Finalement, le retrait se d'autodessiccation serait influencé par la compressibilité du squelette solide, ainsi que par ses paramètres de viscosité. Si la première évolue peu avec la température, nous verrons que, comme on peut s'y attendre, la viscosité du matériau va varier beaucoup avec la température.

Au terme des six mois de maturation sous eau, les matériaux sont considérés comme stables chimiquement et physiquement (hydratation terminée ou peu s'en faut et saturation en eau complète) : l'étape de conditionnement a pu démarrer.



Fig. 3. 10 : Variations dimensionnelles des matériaux en cours de maturation sous eau à 20°C

### **II.2** Analyse du séchage et du retrait de dessiccation à 60°C

Lors de nombreux essais, une phase de séchage au four à  $60^{\circ}$ C a été nécessaire. Nous proposons ici d'exploiter cette phase. L'analyse du séchage jusqu'à poids constant à  $60^{\circ}$ C permet de montrer l'influence des paramètres de composition sur la perte de masse et le retrait, lors d'un séchage direct ( $60^{\circ}$ C, moins de 10% de *HR*), sans palier hydrique intermédiaire. Les figures 3.11 et 3.12 présentent, en fonction du temps, respectivement la perte de masse et le retrait de dessiccation mesuré au palmer micrométrique, des matériaux durant ce séchage à  $60^{\circ}$ C. Pour chaque matériau, les courbes représentent la valeur moyenne de douze éprouvettes cylindriques de 37,5 mm de diamètre et de 50 mm de hauteur.



Fig. 3. 11 : Perte de masse dans le temps des matériaux soumis à un séchage à 60°C

Les évolutions de perte de masse en fonction du temps à 60°C montrent que le CEM I a perdu moins d'eau par rapport aux matériaux à base de ciment CEM V/A, sur un temps d'équilibre plus court (le CEM I est stable à partir du  $31^{eme}$  jour, tandis que le CEM V est en équilibre à partir du  $84^{eme}$  jour et le CEM V\* au  $59^{eme}$  jour). Ce résultat montre bien les différences de microstructure : au début du séchage, la perméation en phase liquide, prépondérante sur les autres mécanismes de transports, est favorisée dans la microstructure du CEM I, présentant une porosité plus grossière, ce qui accélère la cinétique de séchage. Une fois que la phase liquide est discontinue, ce sont les transports en phase gazeuse qui dominent (par perméation et diffusion). Le front de séchage atteint donc la porosité des hydrates, plus importante dans les matériaux à base de CEM V/A, conduisant ainsi à une perte de masse plus élevée par rapport au CEM I.



Fig. 3. 12 : Retrait de dessiccation en fonction du temps des matériaux soumis à un séchage à 60°C

La figure 3.12 est d'un grand intérêt car elle est révélatrice d'effets de structure. On a en effet affaire ici à une évolution sous humidité relative constante et température constante jusqu'à l'état d'équilibre qui peut, pour les trois matériaux, être considéré comme sec. Le phénomène simplifié est celui d'un front de séchage qui se déplace de la surface vers le cœur du matériau et d'une mise en compression interne progressive par dépression capillaire qui va générer du retrait. Quand la masse est stabilisée, le front n'évolue plus et le matériau est homogènement saturé (ici quasiment une saturation nulle). Il est donc remarquable de constater que si la pression capillaire était le seul moteur la déformation de retrait devrait être stable vers 50 *jours* pour le CEM I et environ 80 *jours* pour les bétons à base de CEM V/A. Or cette déformation se poursuit très largement dans le temps pour ne se stabiliser qu'aux environs de 200 jours pour les trois bétons. De plus, les matériaux à CEM V/A présentent les mêmes amplitudes finales de retrait, ce qui indique que la nature du liant conditionne ce retrait, une fois que la dépression capillaire n'agit plus. Il y a donc bien là des effets différés que l'on ne peut attribuer dans ce cadre qu'à du fluage induit par la pression capillaire qui règne dans le réseau poreux.

Un autre point remarquable est que la déformation est quasiment identique pour les trois matériaux jusqu'un peu avant 50 jours, qui correspond néanmoins à la stabilisation pour le CEM I et à la quasi stabilisation pour le CEM V\*. Seul le CEM V perd encore significativement de l'eau au-delà de cette période. Cela doit permettre de relativiser les observations antérieures qui ont pu être faites sur les contrastes de rigidité, car si on admet que l'essentiel des déformations « instantanées » dues aux dépressions internes se produisent avant ou autour de 50 jours et qu'elles sont dues à des causes poromécaniques, alors il faut bien admettre que ce comportement à 60°C n'indique des différences notables entre les matériaux que sur leur comportement différé.

En considérant les variations de masse de façon relative par rapport à la perte de masse maximale possible, il est possible de les relier aux déformations de retrait (figure 3.13). Les pertes de masse et les retraits sont considérés avec des valeurs négatives.



Fig. 3. 13 : Relation perte de masse relative et retrait des matériaux soumis à un séchage à 60°C

Les évolutions du retrait de séchage en fonction de la perte de masse sous un séchage à 60°C mettent en évidence quatre phases, « délimitées » sur le graphique, qui mettent en exergue les mécanismes décrits précédemment. La première phase montre une perte de masse sans retrait. « L'application » du traitement thermique amène en premier un départ d'eau libre à la surface des matériaux. La seconde phase présente une forte variation de retrait, accompagnée d'une faible perte de masse. Le front de séchage progresse ensuite du bord vers le cœur du matériau, induisant un retrait sous l'effet de la dépression capillaire. La troisième phase indique une perte de masse sans évolution importante du retrait. L'avancé du front de séchage amène une homogénéisation de la saturation (importante perte de masse) accompagné d'un retrait se stabiliant vers -600  $\mu m/m$  (ce qui correspond à la valeur du retrait atteint vers 50 jours sur la figure 3.12) Enfin la quatrième phase montre une augmentation de retrait sans perte de masse. Comme la dépression capillaire n'agit plus, puisque le matériau présente une saturation homogène à la fin de la 3<sup>ème</sup> phase et que les amplitudes finales de retrait sont identiques pour les bétons à base de CEM V/A, ce retrait sans perte de masse est donc significatif d'un réarrangement des CSH sous effets thermiques, c'est-à-dire à du fluage thermique.

# II.3 Analyse du processus de désaturation

L'analyse du processus de désaturation va mettre en évidence l'influence de la température sur le comportement en dessiccation des matériaux, ainsi que celle des paramètres de composition. Il est fondamental, dans la prévision à long terme, du comportement physique des ouvrages de stockage, de connaitre l'impact de la dessiccation sur le comportement thermo-hydro-mécanique des bétons. En effet, dans une situation de stockage en formation géologique, du fait de la décharge hydraulique de l'argilite, du creusement, de la réalisation, de l'exploitation des infrastructures et de la ventilation imposée dans le stockage, une dessiccation importante est à envisager. De plus, lié au caractère exothermique de certains déchets, une augmentation de la température au cœur d'alvéoles de stockage sera inévitable. Par conception, ces alvéoles ne présenteront pas d'élévation de température supérieure à 80°C.

L'ensemble de ces sollicitations thermo-hydriques peuvent conduire à des modifications microstructurales des bétons, et donc une évolution de leurs propriétés. Ces évolutions (déformations différées, propriétés de transport et propriétés mécaniques) doivent être évaluées et prise en compte dans les simulations numériques des ouvrages. De plus, ces phénomènes sont précurseurs aux autres sollicitations appliquées au cours du temps, en particulier les sollicitations mécaniques liées au fluage de la roche hôte, et les sollicitations chimiques liées à la resaturation du béton à très long terme. Bien que de nombreuses études aient été menées sur ce point [Andra 05], elles considéraient toutes l'état initial du béton comme étant celui après fabrication et maturation. En aucun cas, elles ne prenaient en considération les processus de désaturation et les modifications physiques associées. Nous montrerons dans la suite qu'il convient de prendre en compte ce couplage thermo-hydromécanique à court terme pour une simulation plus réaliste de la vie des ouvrages, car les modifications microstructurales sont importantes et les effets induits sur les structures considérables.

Dans la suite, la comparaison des effets de la température par rapport à la nature de la composition est conservé tout le long de l'analyse : l'influence de la température sera prise en référence sur le béton CEM V et comparée ensuite avec le CEM I et le CEM V\*, a température constante. Le choix du CEM V comme matériau « de référence » pour les comparaisons se justifie par la formulation de ce béton, qui diffère d'un seul paramètre par rapport aux deux autres matériaux (le ciment à E/C constant ou le E/C à ciment identique).

Le processus de dessiccation est suivi dans le temps au travers de mesures de pertes de masses et de retrait de dessiccation. Les mesures sont effectuées à 20°C et à HR=40%. Pour rappel, le critère permettant de passer d'un palier d'humidité relative au suivant est que trois mesures consécutives ne varient pas de ±0,1% de la masse, et ce pour tous les échantillons du conditionnement considéré. Ainsi, pour assurer la représentativité des résultats, plusieurs échantillons sont soumis aux mêmes conditions de dessiccation. En effet, travailler avec des séries d'éprouvettes permet de gommer la variabilité intrinsèque des bétons, et de statistiquement montrer les évolutions moyennes des échantillons, mais également de rendre compte de la variabilité des matériaux cimentaires. Ainsi, les résultats présentés dans la suite correspondent aux tendances moyennes, comme le montre la figure 3.14. Sur cette figure, en partie haute est présentée l'évolution de la perte de masse de quatre échantillons de CEM I à 20°C en fonction du temps et de l'humidité relative imposée (en enceinte climatique).



Fig. 3. 14 : <u>En partie haute :</u> cinétique des pertes de masses des quatre éprouvettes de CEM I à 20°C ; <u>en partie basse :</u> cinétique des pertes de masse moyennes des matériaux à 20°C

Plusieurs choses sont remarquables sur la figure 3.14. La première est l'importante perte en masse initiale liée au palier à 98 % d'humidité relative. Cette perte en masse est fonction de la porosité ouverte de grand diamètre : 98% d'humidité relative à 20°C correspond, selon la loi de Kelvin-Laplace (équation (7)) à une pression capillaire de 2,74 MPa et à un rayon de pores vidangés de 53 nm. Comme nous l'avons vu sur la figure 3.3, 53 nm correspond à un rayon pour lequel la totalité de la macroporosité est concernée, et une bonne partie de la microporosité. Notons tout de suite, à la vue de cette courbe, qu'il est probable que la

désaturation du CEM V à ce palier d'humidité relative, conduise à une perte de saturation plus faible, la microporosité étant décalée vers les pores de diamètres encore plus petits. De plus, cette perte en eau initiale est caractéristique de l'eau adsorbée à la surface de l'échantillon, qui représente une quantité importante, malgré l'essuyage sur papier absorbant pratiqué systématiquement. Notons d'ailleurs que l'écart constaté pour un même matériau entre les différentes courbes (environ 35% pour le CEM I par exemple) se maintient tout au long du processus de dessiccation. Ces écarts se retrouvent de manière reproductible sur l'ensemble des bétons, avec des intensités variables d'une courbe à l'autre. En revanche, l'effet d'échelle lié à la taille des échantillons devra être analysé par la suite. En effet, il conviendra d'analyser cet effet en fonction de la géométrie, en passant de l'échelle de l'échantillon à celui de la structure, pour voir l'impact que cela aurait sur la détermination de l'isotherme de sorption/désorption. Afin de palier cet inévitable effet d'échelle, plusieurs échantillons sont utilisés et une analyse des moyennes est proposée. Le comportement moyen est sans doute caractéristique du matériau étudié. Celui-ci est reporté sur la figure 3.14 en partie basse, où sont proposées les évolutions de pertes de masse en fonction du temps et de l'humidité relative des trois bétons. La dispersion des masses mesurées sera reportée à chaque fin de palier d'humidité uniquement, afin de ne pas surcharger les graphiques. Cette étude comparative sera détaillée au paragraphe II.3.1.2. En outre, pour faciliter les comparaisons, les graphiques seront toujours présentés à la même échelle. Lorsque ce sera nécessaire, un graphique supplémentaire, montrant en détail un comportement particulier, sera également présenté. Enfin, le processus de dessiccation est actuellement en cours, les résultats présentés sont tous arrêtés à la même date calendaire, afin de permettre de réelles comparaisons.

# II.3.1 Cinétique de désaturation et isothermes de désorption d'eau

L'analyse de la cinétique de désaturation s'effectue au moyen des pertes de masses dans le temps, qui permettent la détermination des isothermes de désorption des matériaux (Partie 2, paragraphe II.2). Les courbes moyennes de cinétique de séchage sont chacune établies avec quatre éprouvettes cylindriques de *37,5 mm* de diamètre et de hauteur égale à *50 mm*. Les isothermes de désorption en eau sont construites à partir des variations de masse des mêmes échantillons tout au long du processus : pour chaque palier d'humidité relative imposée, le degré de saturation atteint est calculé, en connaissant les valeurs de porosité accessible à l'eau mesurée après un séchage à 60°C (équations (14) (15) et (16)). En outre, le degré de saturation peut être relié soit à l'humidité relative imposée, soit à la pression capillaire régnant dans les matériaux (équation (6)). La figure 3.15 présente la pression capillaire pour les gammes d'humidités et de températures imposées dans cette étude.



Fig. 3. 15 : Pression capillaire en fonction de l'humidité relative et de la température

Nous avons fait le choix de présenter systématiquement les différents graphiques en fonction de l'humidité relative, mais également en fonction de la pression capillaire correspondante. En effet, une observation peut se faire soit sous température fixe en fonction de l'humidité relative, soit sous humidité relative constante en fonction de la température, ou encore en fonction de ces deux paramètres, c'est-à-dire en fonction de la pression capillaire (équation (6)). Ainsi, le cheminement suivi lors des interprétations est facilité par la correspondance des graphiques. De plus, les pertes de masse atteinte à l'équilibre de chaque palier d'humidité relative sont également présentées respectivement en fonction de l'humidité relative et de la pression capillaire. Les pertes de masse maximales relatives seront donc calculées, à la fin de chaque palier d'humidité relative, par rapport aux pertes de masse maximales possibles, déterminées avec la porosité accessible à l'eau depuis un séchage à 60°C (valeurs dans le tableau 3.1). Une perte en masse maximale relative de 0 signifie que l'échantillon est saturé. Une perte en masse maximale relative de 1 signifie que l'échantillon est totalement désaturé.

Dans ce qui suit, les évolutions du CEM V seront d'abord présentées en fonction de la température, puis comparées à celles des autres bétons. Notons qu'une discussion paramétrique en fonction de l'état sec de référence (à 60°C ou à 105°C) sera proposée.

### II.3.1.1 Influence de la température

La figure 3.16 donne la perte de masse en fonction du temps du CEM V en fonction de l'humidité relative et de la température. Les figures 3.17 et 3.18 représentent les pertes de masse relative à l'équilibre correspondantes, respectivement en fonction de l'humidité relative et de la pression capillaire.



Fig. 3. 16 : Cinétique de désaturation du CEM V en fonction de la température



Fig. 3. 17 : Variation de masse à l'équilibre relative à la variation de masse maximale possible du CEM V en fonction de l'humidité relative et de la température



Fig. 3. 18 : Variation de masse à l'équilibre relative à la variation de masse maximale possible du CEM V en fonction de la pression capillaire et de la température

Pour le palier d'humidité relative égal à 98 %, nous constatons un faible écart entre les pertes de masses, ainsi qu'une très faible dispersion aux différentes températures. Cet écart augmente très sensiblement avec la diminution de l'humidité relative, ce qui est significatif d'une vidange de pores de plus en plus fins, accentuée du fait de l'augmentation de la température, soit de l'augmentation de la tension de vapeur. Les pertes de masse du CEM V à 50°C sont en moyenne 2 fois supérieures à celle à 20°C et celles à 80°C sont 5 fois supérieures. L'élévation de la température accentue grandement la perte de masse, et ce de manière non linéaire. Pour expliquer ces comportements, plusieurs phénomènes concomitants sont à mettre en avant :

- En utilisant l'équation de Kelvin-Laplace (équation (7)), il est possible de déterminer le plus petit rayon de pores vidangés en fonction de l'humidité relative et de la température imposée (figure 3.19). Le rayon de pores vidangés décroit avec l'augmentation de la température et/ou la diminution de l'humidité relative. La comparaison avec les distributions de porosité des matériaux (figure 3.3), estimées grâce à la porosimétrie au mercure, indique que plus la température va augmenter, plus le diamètre du plus petit pore vidangé va décroître, passant de 53 nm à 20°C et 98 % de HR, à 45 nm à 50°C et 98 % de HR, puis 38 nm à 80°C et 98 % de HR. Une quantité importante d'eau va donc être impliquée lorsque le séchage se fera à haute température, au moins pour les premiers paliers de désaturation. Ensuite, l'écart entre les diamètres s'estompe, mais il est remarquable de constater sur la figure 3.3 que, pour le CEM V, la quantité de porosité est quasi-constante pour des diamètres inférieurs à 20 nm. Une faible variation du diamètre entrainera donc une vidange significative.
- Aux fortes humidités relatives (*HR*>90%), l'eau est principalement sous forme liquide, ce qui donne peu d'écart en termes de saturation. La viscosité de l'eau entre les trois températures est alors à prendre en compte (à 20°C, elle est égale à 1003.10<sup>-6</sup> kg/m.s; à 50°C, elle vaut 547.10<sup>-6</sup> kg/m.s et à 80°C 355.10<sup>-6</sup> kg/m.s): on constate

alors un décalage des valeurs de saturation entre 20°C, 50°C et 80°C pour les fortes humidités relatives.

- Aux valeurs d'humidités relatives intermédiaires (90%<HR<60%), la phase gazeuse est fortement présente et ainsi les transports en phase gazeuse est amplifiée avec la température. En effet, si on considère la pression de vapeur (égale au produit de l'humidité relative et de la pression de vapeur saturante), on constate qu'elle est multipliée respectivement par 5 à 50°C et par 20 à 80°C, par rapport à 20°C, du fait de la variation importante et non linéaire de la pression de vapeur saturante en fonction de la température (figure 3.20). Ainsi, localement et du fait de la très faible perméabilité des bétons, une augmentation de pression va se faire jour conduisant à des gradients de pression plus importants à mesure que la température augmente. Un séchage plus intense en découlera donc. A 80°C, la proportion de vapeur d'eau dans le réseau poreux sera alors en augmentation par rapport aux températures plus basses, privilégiant également la diffusion de vapeur et donc la perte d'eau par le matériau.</p>
- Les propriétés de transfert des bétons augmentent avec la température. De fait, lors de l'élévation de température, une agitation thermique des molécules de fluides va s'activer, impliquant une augmentation des coefficients de diffusion et de perméation. Le mouvement Brownien est accentué lorsqu'on augmente la température (et inversement) : statistiquement, la possibilité donnée à une molécule de gaz de traverser une tranche de matériau poreux est alors en augmentation, conduisant globalement à une augmentation du coefficient de diffusion.

L'effet combiné de la désaturation et de la température va donc induire de forts gradients thermiques et hydriques dans la structure (liés principalement à l'inertie thermique du béton et à sa très faible perméabilité), pouvant engendrer des déformations différentielles, causes d'une probable fissuration.



Fig. 3. 19 : Plus petit rayon de pores vidangés en fonction de l'humidité relative et de la température



Fig. 3. 20 : Pression de vapeur en fonction de l'humidité relative et de la température

Les figures 3.21 et 3.22 présentent les isothermes de désorption d'eau de ces mêmes échantillons de CEM V : elles relient d'une part le degré de saturation en eau en fonction de l'humidité relative et, d'autre part la pression capillaire à ce degré de saturation. Notons que la pression capillaire est comptée positive conventionnellement (bien qu'elle soit synonyme d'une dépression dans le fluide interstitiel).



Fig. 3. 21 : Isothermes de désorption du CEM V en fonction de l'humidité relative et de la température



Fig. 3. 22 : Isothermes du CEM V en fonction de la pression capillaire et de la température

Les isothermes obtenues à 20°C et 50°C présentent des tendances similaires et sont linéaires. A 80°C, l'isotherme présente une tendance non-linéaire : la désaturation conduit à des niveaux de saturation très faibles, bien que l'humidité relative soit encore importante et que la pression capillaire augmente peu. Ces différences de tendance entre 20°C et 50°C, en comparaison à 80°C, indiquent que l'amplification des mécanismes de séchage avec la température conduirait à une déshydratation des CSH, causé par un possible départ de l'eau liée.

### **II.3.1.2** Influence des paramètres de composition

### a) Evolutions à 20°C

La cinétique de désaturation est également influencée par les propriétés de transfert, conditionnées par les paramètres de composition des matériaux. La figure 3.23 présente les pertes de masses en fonction du temps des matériaux à 20°C, pour les différents paliers d'humidité relative. Les figures 3.24 et 3.25 illustrent les pertes de masse relative à l'équilibre, respectivement fonction de l'humidité relative et de la pression capillaire.



Fig. 3. 23 : Cinétique de désaturation des matériaux à 20°C, en fonction de l'humidité relative



Fig. 3. 24 : Variation de masse à l'équilibre relative à la variation de masse maximale possible des matériaux soumis à la dessiccation à 20°C en fonction de l'humidité relative



Fig. 3. 25 : Variation de masse à l'équilibre relative à la variation de masse maximale possible des matériaux soumis à la dessiccation à 20°C en fonction de la pression capillaire

- Tout d'abord, l'écart entre les évolutions quand l'humidité relative imposée est égale à 98% est très significatif de la perméation de l'eau liquide dans la macroporosité. A cause de sa porosité capillaire plus importante, le CEM I perd plus d'eau que les autres matériaux. De plus, nous constatons que pour une humidité relative comprise entre 100% et 70%, le CEM I est le matériau qui présente la perte d'eau cumulée la plus forte, suivi par le CEM V\* puis le CEM V.
- Au-delà d'une humidité relative de 60% imposée, le CEM V\* présente alors une perte de masse supérieure à celle du CEM I, traduisant le fait que le front de séchage a atteint la porosité des hydrates du CEM V\*, dont la quantité cumulée doit être grande (non déterminée par PIM), et dont la quantité d'eau évaporable est plus importante. Par ailleurs, l'écart entre le CEM V et le CEM I se restreint. Pour le CEM V, le front de séchage a atteint la plus grande réserve d'eau située en porosité plus fine, ce qui induit une importante désorption d'eau à 20°C pour une faible valeur d'humidité relative.

Enfin, la dispersion des résultats pour chacun des matériaux semble constante quelle que soit l'humidité relative. La différence la plus importante concerne la dispersion des mesures sur le CEM I, par rapport à celles des bétons à base de CEM V/A. Ceci tend à confirmer que les transports dans le CEM I ont lieu dans la porosité capillaire, plus importante dans ce matériau.

Les figures 3.26 et 3.27 illustrent les isothermes de désorption correspondantes respectivement fonction de l'humidité relative et de la pression capillaire.



Fig. 3. 26 : Isothermes des matériaux en fonction de l'humidité relative à 20°C



Fig. 3. 27 : Isothermes des matériaux en fonction de la pression capillaire à 20°C

Sur la figure 3.26, nous avons indiqué les pentes des droites sur la gamme d'humidité relative HR = 98% et HR = 60 %. Ces droites, déterminées par la méthode des moindres carrés, sont considérées pour appuyer les interprétations sur le comportement hydrique de chacun des matériaux soumis à la même température. De la même manière, à 50°C et 80°C, les mêmes droites seront considérées et leurs pentes seront reportées sur les isothermes en fonction de l'humidité relative.

A 20°C, le mécanisme de transport prépondérant est la perméation en phase liquide, conditionné par la taille des pores capillaires tant que l'humidité relative est forte. Une fois à HR=60 %, la diffusion en phase gazeuse domine. Ceci est confirmé en analysant les pentes des isothermes, reportées sur la figure 3.26, montrant que la pente du CEM V\* est la plus forte et que celle du CEM V est la plus faible. A cause de sa grande porosité capillaire, le CEM I présente la plus faible saturation en eau, tant que la perméation en phase liquide domine. Lorsque les transports s'effectuent principalement en phase gazeuse, le front de séchage atteint les pores des hydrates, induisant une accélération des transports dans le CEM V\* et un ralentissement dans le CEM I. Enfin, les résultats concernant les matériaux à base de ciment CEM V/A sont également cohérents : le CEM V\* présente un état de saturation plus faible que le CEM V, à cause sa porosité plus élevée et de sa plus forte perméabilité qui favorisent les transports par rapport au CEM V.

*b)* Evolutions à 50°C

A 50°C, les évolutions de la perte en masse des matériaux en fonction du temps sont données par la figure 3.28 et les pertes de masse relative à l'équilibre en fonction de l'humidité relative ou de la pression capillaire sont présentées dans les figures 3.29 et 3.30.



Fig. 3. 28 : Cinétique de désaturation des matériaux à 50°C, en fonction de l'humidité relative



Fig. 3. 29 : Variation de masse à l'équilibre relative à la variation de masse maximale possible des matériaux soumis à la dessiccation à 50°C en fonction de l'humidité relative



Fig. 3. 30 : Variation de masse à l'équilibre relative à la variation de masse maximale possible des matériaux soumis à la dessiccation à 50°C en fonction de la pression capillaire

Les évolutions de perte de masse à 50°C, bien qu'accentuées par la température, sont similaires à celles à 20°C.

• L'écoulement d'eau liquide dans la porosité capillaire amène le CEM I à perdre environ deux fois plus d'eau que les matériaux CEM V et CEM V\*, à

cause de sa plus grande proportion de macropores aux hautes humidités relatives. Ce mécanisme est dominant jusqu'à la fin du palier HR = 70 %, où les écarts entre matériaux sont constants. La dispersion du CEM I est bien supérieure à celles des bétons à base de CEM V/A, de manière identique à ce qui a été constaté à 20°C.

• A partir de *HR*=60 %, les pertes de masse des CEM V et CEM V\* sont accentuées par rapport au CEM I, indiquant que la dessiccation a accédé à la microporosité des matériaux.

Les figures 3.31 et 3.32 illustrent les isothermes de désorption correspondantes respectivement fonction de l'humidité relative et de la pression capillaire.



Fig. 3. 31 : Isothermes des matériaux en fonction de l'humidité relative à 50°C



Fig. 3. 32 : Isothermes des matériaux en fonction de la pression capillaire à 50°C

De la même manière qu'à 20°C, pour chacune des isothermes, en fonction de l'humidité relative, la droite passant sur la gamme d'humidité relative de 98% à 60% est déterminée par la méthode des moindres carrés et sa pente est reportée sur le graphique figure 3.31.

Les isothermes de désorption d'eau à 50°C confirment les similitudes qui existent entre les évolutions à 20°C et 50°C. En effet, bien que diminuées, les proportions entre les pentes des matériaux, reportées sur les figures 3.26 et 3.31, sont semblables à 20°C et 50°C (à 20°C, la pente du CEM I est 1,3 fois supérieure à celle du CEM V ; à 50°C, elle est 1,18 fois supérieure ; la pente du CEM V\* est 1,5 fois supérieure à celle du CEM V à 20°C et 1,08 fois supérieure à celle du CEM V à 20°C et 1,08 fois supérieure à celle du CEM V à 50°C).

- Ainsi, les transports d'eau s'effectuent tout d'abord grâce à la perméation en phase liquide dans la porosité capillaire des matériaux, tant que l'humidité relative est supérieure à 70%. A cause de sa porosité capillaire plus importante, le CEM I présente le plus faible degré de saturation dès le début du séchage.
- Ensuite, les transports en phase gazeuse deviennent prépondérants et ont lieu dans la porosité des hydrates, ceci est mis en évidence par le changement de pente quand l'humidité relative est inférieure à 70 %. La plus faible proportion de micropores dans le CEM I est la cause de son ralentissement de perte de masse sous une humidité relative de 60 %, par rapport à celles des bétons à base de CEM V/A.
- c) <u>Evolutions à 80°C</u>

La figure 3.33 présente la perte de masse en fonction du temps et de l'humidité relative des matériaux à 80°C et leur variation de masse à l'équilibre sont données en fonction de



l'humidité relative figure 3.34 et en fonction de la pression capillaire figure 3.35.

Fig. 3. 33 : Cinétique de désaturation des matériaux à 80°C, en fonction de l'humidité relative



Fig. 3. 34 : Variation de masse à l'équilibre relative à la variation de masse maximale possible des matériaux soumis à la dessiccation à 80°C en fonction de l'humidité relative



Fig. 3. 35 : Variation de masse à l'équilibre relative à la variation de masse maximale possible des matériaux soumis à la dessiccation à 80°C en fonction de la pression capillaire

A 80°C, les tendances entre matériaux sont différentes de celles aux températures inférieures, supposant d'autres processus que ceux décrits précédemment.

- Au début du séchage à la fin du palier HR=90% : le CEM V présente une perte d'eau inférieure de 50% à celle du CEM I et la perte de masse du CEM V\* est plus supérieure de 50% à celle du CEM I. Les phénomènes mis en jeu précédemment semblent toujours actifs, avec des amplitudes plus importantes liées à la thermo-activation très importante à 80°C.
- Aux humidités relatives inférieures, on remarque que les courbes d'évolution de la perte en masse en fonction du temps se croisent, en particulier entre le CEM I et le CEM V : le CEM I atteint rapidement son potentiel de dessiccation maximal (calculé à 4,15 % de perte en masse maximale, tableau 3.1). La valeur atteinte à 80°C et HR =60 % est proche de 2,8 % de perte en masse. La dessiccation du CEM I est donc très ralentie car l'essentiel de l'eau contenue dans sa porosité a été enlevée. Potentiellement, seulement 25 % de l'eau libre reste encore à vidanger dans le matériau. Pour le CEM V, la perte en masse atteinte est de 3, 8 % pour ce même palier d'humidité relative, pour une perte en masse maximale possible d'environ 6,26 % (tableau 3.1): 40 % de l'eau évaporable est encore présente dans le matériau et la cinétique évolue parallèlement à celle du CEM V\*, dont la perte en masse est 4,9 % (soit 25 % d'eau libre restante). Ce parallélisme des cinétiques de séchage indique que la microporosité des deux matériaux à base de CEM V/A est similaire. Il est d'ailleurs communément admis que la porosité des hydrates ne dépend que du type de ciment [Neville 00]. Pour une même variation d'humidité relative, les diamètres des pores vidés sont les mêmes et les quantités d'eau évacuées sont les mêmes dans les deux matériaux CEM V et CEM V\*. L'effet du E/C est, comme cela était attendu, principalement actif vis-à-vis de la porosité capillaire. Enfin, il ne faut pas totalement écarter la possibilité d'un départ de l'eau liée conduisant à des valeurs de perte en masse importantes. Par ailleurs, l'analyse de la dispersion des résultats semble

équivalente pour tous les matériaux au début du séchage et montre également une augmentation de la variabilité du CEM V\* avec la diminution de l'humidité relative. Cela confirme donc que les mécanismes de dessiccation à 80°C sont essentiellement mis en jeu dans la porosité des hydrates des matériaux, qui est plus importante pour les bétons à base de CEM V/A par rapport au CEM I.

Les isothermes de désorption montrant le degré de saturation des bétons en fonction de l'humidité relative et de la pression capillaire sont illustrées par les figures 3.36 et 3.37.



Fig. 3. 36 : Isothermes des matériaux en fonction de l'humidité relative à 80°C



Fig. 3. 37 : Isothermes des matériaux en fonction de la pression capillaire à 80°C

Encore une fois, les pentes inscrites sur les isothermes en fonction de l'humidité relative correspondent aux droites déterminées par la méthode des moindres carrés et passant par la gamme d'humidité relative de 98% à 60%.

L'analyse des isothermes à 80°C montre des évolutions du degré de saturation en eau différentes à celles obtenues sous les températures inférieures. Les pentes (figure 3.36) des courbes montrent que, contrairement à 20°C ou 50°C, la pente de l'isotherme à 80°C du CEM V est supérieure à celle du CEM I. Ces résultats confirment également l'accentuation des transports en phase gazeuse dans la porosité des hydrates, comme évoqué précédemment. En considérant le même matériau, les pentes moyennes à 50°C sont environ 1,5 fois supérieures à celles à 20°C. L'évolution de ces pentes à 80°C, par rapport à celles à 20°C, diffère par contre d'un matériau à l'autre : pour le CEM I, la proportion est de 2,7 entre 20 et 80°C, le CEM V\* montre un écart de 3,35, tandis que le CEM V présente une proportion de 5,10. Ceci est donc significatif de l'implication de l'ensemble des mécanismes de transport à 80°C, en comparaison les autres températures de l'étude. Du fait des fortes non linéarités d'évolution des paramètres avec la température (pression de vapeur saturante, viscosité de l'eau, rayon des plus petits pores vidangés, etc...), la prise en compte des évolutions réelles de ces paramètres est impérative dans l'élaboration d'une modélisation prédictive.

# II.3.1.3 Discussion

Les isothermes présentées dans l'analyse précédente relient le degré de saturation en eau des matériaux aux conditions d'humidité relative imposées. La porosité accessible à l'eau, mesurée après un séchage à 60°C jusqu'à poids constant, a été utilisée pour les calculs. Le fait d'utiliser cette mesure de porosité se justifie par sa faible influence sur la microstructure du matériau. Ainsi, nous avons considéré que la porosité accessible à l'eau après un séchage à 60°C est représentative de l'état sec des matériaux. Cependant, comme précisé dans le paragraphe I.1, la porosité accessible à l'eau a également été déterminée après un séchage à

105°C et montre une valeur de porosité supérieure à celle obtenue à 60°C. Nous pouvons alors nous questionner sur la représentativité des estimations des degrés de saturation en eau, calculés à partir des porosités à 60°C. Les isothermes des matériaux déterminées avec la porosité à 105°C sont présentées dans l'annexe 4 en fonction de la température. Malgré une valeur certainement plus représentative du potentiel de dessiccation des matériaux étudiés avec le séchage à 105°C, les modifications induites dans la microstructure sont trop importantes pour pouvoir prendre en compte l'état des matériaux après séchage à 105°C comme état sec de référence dans notre étude. Notre choix s'explique également par plusieurs points, détaillés ci-après. Pour appuyer notre discussion, nous allons considérer le béton CEM I.

#### Analyses des pertes de masse obtenues en fonction de la porosité choisie pour référence

Les pertes de masse maximales relatives sont calculées par rapport aux pertes de masse maximales possibles, déterminées avec la porosité accessible à l'eau depuis un séchage à 60°C ou 105°C (tableau 3.1). En termes de pertes de masses maximales relatives, le fait d'utiliser la porosité des matériaux estimée après un séchage à 105°C les diminue. En effet, puisque la porosité à 105°C est supérieure à celle estimée à 60°C, la perte de masse maximale possible est inférieure à 105°C. Les figures 3.38 et 3.39 présentent les pertes de masses maximales du CEM I en fonction des températures de l'étude (20°C, 50°C et 80°C), ainsi qu'en fonction de la température de séchage imposée, à partir de laquelle la porosité fut mesurée et utilisée dans les calculs (équations (14), (15) et (16)). La notation utilisée pour les différentes courbes indique respectivement ces deux températures.



Fig. 3. 38 : Variation de masse maximale relative du CEM I soumis à la dessiccation (20°C, 50°C, 80°C), en fonction de l'humidité relative et de la référence de masse maximale (60°C ou 105°C)



Fig. 3. 39 : Variation de masse maximale relative du CEM I soumis à la dessiccation (20°C, 50°C, 80°C), en fonction de a pression capillaire et de la référence de masse maximale (60°C ou 105°C)

Les amplitudes des degrés de saturation sont diminuées dès lors qu'on utilise la porosité estimée à 105°C, par rapport à 60°C. Ainsi, les différentes tendances analysées dans les paragraphes précédents, sur les isothermes en fonction des conditions de dessiccation, sont validées.

#### Comparaison avec l'étude de Poyet [Poyet 09]

Les isothermes du CEM I, déterminées avec la porosité à 105°C, peuvent être comparées avec ceux obtenus par Poyet à 30°C et 80°C. Les deux études présentent beaucoup de similitudes. Les échantillons sont de dimensions équivalentes : les échantillons de Poyet ont un diamètre de 40 mm et une hauteur de 40 mm. De plus, la cure des matériaux s'est également effectuée sous eau à 20°C sur une longue durée (6 mois). La dessiccation des matériaux est contrôlée par des solutions salines saturées, en récipients qui sont ensuite étuvés à 30°C ou 80°C. La figure 3.40 donne les isothermes de désorption d'eau, obtenues par Poyet, en termes de teneur en eau et en fonction de la température. La figure 3.41 regroupe les isothermes du CEM I obtenues dans notre étude en fonction de l'humidité relative et de la température.



Fig. 3. 40 : Isothermes de désorption d'un béton CEM I en fonction de la teneur en eau et de la température [Poyet 09]



Fig. 3. 41 : Isothermes de désorption du CEM I en fonction du degré de saturation en eau et de la température

Les résultats des figures 3.40 et 3.41 ne peuvent être comparées quantitativement car les résultats de Poyet sont exprimés en fonction de la teneur en eau, différente de la saturation en eau calculée dans notre cas. Cependant, en ne considérant pas le point théorique à HR=100% dans la figure 3.41, nous constatons que les mêmes allures sont trouvées dans les deux cas :

pour de faibles températures (20°C, 30°C et 50°C), les tendances sont linéaires ; tandis qu'à 80°C, les courbes deviennent non linéaires. Ceci valide le protocole utilisé dans notre étude et confirme sa répétabilité (même si les protocoles des deux études divergent un peu : dessiccation en enceinte climatique ou au dessus de solutions salines saturées).

#### Analyse de la resaturation directe

La resaturation directe est réalisée en resaturant sous eau osmosée des échantillons ayant subi préalablement un séchage jusqu'à poids constant dans l'étuve 60°C. En outre, la resaturation est effectuée respectivement à 20°C, 50°C et 80°C, ce qui permet l'analyse de l'influence de la température sur les variations de masse et de retrait/gonflement. Pour chaque matériau et chaque température les résultats font référence à des séries de quatre cylindres de 37,5 mm de diamètre et 50 mm de hauteur. Les mesures effectuées durant ces essais sont le suivi de la variation de masse, ainsi que la mesure du gonflement linéique avec un palmer micrométrique. Le protocole est détaillé dans le paragraphe II.2.5 de la Partie 2.

Les deux étapes expérimentales (séchage jusqu'à poids constant et resaturation) sont considérées dans cette analyse. Comme le montre la figure 3.42, les variations de masses des échantillons furent suivies dans le temps. Ainsi, pour rendre compte au mieux du comportement des matériaux, nous avons postulé une référence, à partir de laquelle les comparaisons sont effectuées. La référence correspond au matériau à l'état sain (jour 0 sur le graphique) : le matériau à l'état sain n'a subi ni séchage, ni resaturation. Les notations des courbes différentient la température de l'eau osmosée en resaturation.



# Fig. 3. 42 : Variation de masse du CEM I en séchage dans une étuve à 60°C puis en resaturation directe sous différentes températures

Les amplitudes des variations de masse sont différentes selon la température de resaturation. A 20°C, le CEM I a repris plus d'eau qu'il n'en avait perdue, cependant, cela représente une augmentation de masse *inférieure à 1%* par rapport à l'état sain. Après les resaturations sous

eau osmosée à 50°C et 80°C, le matériau a quasiment retrouvé la masse de l'état initial : les écarts étant *inférieurs à 0,5%*. Ces résultats mettent en exergue que le séchage à 60°C n'influence pas significativement la microstructure des matériaux.

La figure 3.43 présente l'évolution du gonflement du CEM I en fonction de la prise de masse relative lors des resaturations sous différentes températures. Pour être cohérent avec la future analyse sur le retrait de dessiccation, les gonflements et les reprises de masses sont présentées en valeurs positives.



Fig. 3. 43 : Evolution du gonflement du CEM I en fonction de la prise de masse en resaturation en eau osmosée sous différentes températures

Les amplitudes de gonflement sont fonction de la température et cela pour une prise de masse relative similaire. Sachant que la dilatation thermique du CEM I est de  $6.10^{-6}$  /°C (tableau 2.2 de la Partie 2), l'écart de 20°C entre le séchage à 60°C et la température de 80°C autorise un gonflement maximal de 1200 µm/m pour que le matériau retrouve les dimensions de l'état sain (avant séchage à 60°C), ce qui est le cas pour le CEM I. Cela indique que les déformations de retrait, induites par le séchage à 60°C, sont réversibles et par voie de conséquence aucune microfissuration n'est apparue dans la microstructure du CEM I. Cela confirme une nouvelle fois que le séchage à 60°C ne modifie pas significativement la microstructure des matériaux et cela valide donc notre référence d'état sec, obtenue après ce séchage.

Les arguments développés dans cette discussion valident notre référence de l'état sec. La prise en compte de la porosité mesurée par un séchage à 60°C pour établir les degrés de saturation des matériaux est validée.
# II.3.2 Evolution des retraits en fonction de la température

Les matériaux cimentaires, lors de l'hydratation et lorsqu'ils sont soumis à la dessiccation, présentent des variations dimensionnelles appelé retrait. Ce retrait est de manière générale décomposé en un retrait endogène et un retrait de dessiccation. Rappelons que, du fait de la maturation, le retrait thermique n'est pas à considérer et que pour éviter tous problèmes liés à la carbonatation (en particulier le retrait de carbonatation), les enceintes climatiques utilisées sont régulièrement balayées d'azote. Dans notre étude, les retraits en conditions endogènes, ainsi que les retraits totaux en dessiccation ont été mesurés sur des séries de trois prismes, pour analyser de manière statistique les évolutions. Nous présenterons dans la suite principalement des tendances moyennes.

## **II.3.2.1** Retraits en conditions endogènes après maturation

Les retraits endogènes sont mesurés sur des prismes protégés de la dessiccation par trois couches d'aluminium autocollant. Le temps initial de mesure ( $t_0$ ), correspond à la sortie des échantillons des bains thermostatés à 20°C, après six mois de maturation dans l'eau. La figure 3.44 présente les évolutions du retrait supposé endogène et du retrait total, en fonction du temps et de l'humidité relative, du CEM V à 20°C.



Fig. 3. 44 : Retrait endogène et retrait total du CEM V à 20°C en fonction du temps et de l'humidité relative imposée

Pour ce retrait en conditions endogènes, deux phases caractéristiques peuvent être mises en avant : la première entre 0 et 120 jours et la deuxième au-delà de 120 jours. Dans la première phase, le retrait endogène évolue peu et se stabilise rapidement. Rappelons que le retrait endogène est une conséquence de la consommation d'eau durant l'hydratation, entrainant la formation d'une dépression capillaire dans la porosité. Du fait de la maturation de six mois des éprouvettes, le retrait endogène relevé est très faible. Il correspond à une poursuite de

l'hydratation mais qui est, à cette échéance, pratiquement complète. En revanche, au-delà de 120 jours, le retrait supposé endogène augmente, car il est influencé par de la dessiccation : les matériaux subissent une perte de masse après cette date, comme cela est illustré figure 3.45, où sont présentées les évolutions des pertes de masses du CEM V à 20°C pour les deux types de conservation. Après une légère perte de masse liée au déséquilibre hydrique créé par la sortie de l'eau, la perte de masse des échantillons emballés dans l'aluminium se stabilise jusqu'environ 120 jours, pour ensuite augmenter quasi-linéairement.



Fig. 3. 45 : Perte en poids des prismes du CEM V utilisés pour les mesures de retrait à 20°C en fonction du temps et de l'humidité relative imposée

Malgré des tentatives de protections supplémentaires (ajout de trois couches d'aluminium autocollant), cette tendance se retrouve pour tous les matériaux et toutes les températures de l'étude. La figure 3.46 montre les pertes de masse dans le temps de tous les prismes soumis à la dessiccation en conditions endogènes.



Fig. 3. 46: Perte en poids des prismes des matériaux utilisés pour les mesures de retrait endogène en fonction du temps, de la température et de l'humidité relative imposée

La figure 3.46 précédente prouve que la protection en aluminium permet de maintenir les conditions endogènes pour toutes les températures jusqu'à environ 120 jours. Les prismes présentent ensuite d'importantes pertes de masse, plus ou moins rapidement après cette date de 120 jours, en fonction des températures de dessiccation imposées. Une mauvaise étanchéité de l'aluminium autocollant, qui après 120 jours, se dégrade trop pour jouer son rôle de protection est sans aucun doute à l'origine de cette dessiccation. Nous avons alors décidé d'estimer le retrait en conditions endogènes avec les mesures effectuées jusqu'à 100 jours. Ce choix est justifié par les évolutions de pertes de masse qui sont stables jusqu'à cette date. Le tableau 3.4 regroupe les valeurs maximales de retraits en conditions endogènes estimés sur la période des *100 premiers jours de séchage*.

Retrait endogène maximal [µm/m]	CEM I	CEM V	CEM V*
20°C	21	41	33
50°C	71	27	111
80°C	112	133	157

Tab. 3. 4 : Retraits en conditions endogènes estimés de tous les matériaux en fonction de la température

Les retraits en conditions endogènes sont influencés par la température : leur amplitude augmente avec la température. En effet, la pression capillaire régnant dans le matériau s'accroît avec l'élévation de la température (équation de Kelvin (6)) et comme c'est le principal moteur du retrait en conditions endogènes, cela induit un retrait plus important. Cependant, les résultats montrent que le retrait du CEM V à 50°C est inférieur à celui de 20°C. Cette « incohérence » est certainement causée par la variabilité des matériaux cimentaires. De plus, comme l'écart entre les deux retraits du CEM V à 20°C et 50°C est faible par rapport à la précision de la mesure, il a été décidé de conserver ces valeurs sans les corriger. Par ailleurs, les paramètres de composition (rapport E/C et nature du ciment) conditionnent également les amplitudes des retraits endogènes. Nous constatons que le CEM I

présente le plus faible retrait et le CEM V\* la plus grande amplitude de retrait endogène. La pression capillaire, s'amplifiant avec la température, conduit donc à une contraction du squelette solide. En première approche, cette contraction peut être considérée comme élastique. Comme la distribution de porosité des bétons à base de CEM V/A est plus fine que celle du CEM I, à cause de la réaction pouzzolanique des additions qui a eu lieu dans leur microstructure, l'effet de la pression capillaire y est plus intense et par voie de conséquence, ils présentent un retrait en conditions endogènes supérieur à celui du CEM I. De plus, le CEM V\* présente un retrait plus fort que celui du CEM V, du fait de son plus important dosage en eau qui a induit un volume poreux et une quantité d'eau libre plus élevée. La pression capillaire qui règne dans la microstructure du CEM V\* agit par dépression sur un volume plus important que pour le CEM V et conduit ainsi à un retrait plus fort du CEM V\* en comparaison au CEM V.

Par ailleurs, une autre cause à l'augmentation du retrait endogène avec la température peut se trouver dans l'arrangement structurel des CSH [Zajac 07] : après maturation à température ambiante, au cours de l'élévation de température, les CSH voient leur structure propre se modifier pour adopter un état thermodynamique plus stable. Ce changement s'accompagne d'une diminution du volume occupé par les CSH, donc d'une contraction à l'échelle macroscopique.

# **II.3.2.2** Retraits de dessiccation

Le retrait de dessiccation est défini conventionnellement comme étant la différence entre le retrait total et le retrait endogène, comme l'illustre la figure 3.47 pour le CEM V à 20°C qui présente les différents retraits (endogène, total et de dessiccation) en fonction du temps et de l'humidité relative imposée. Comme nous pouvons le constater sur ces courbes, le retrait de dessiccation augmente avec la diminution de l'hygrométrie. Sous l'effet de cette diminution, la pression capillaire induite provoque une compression du squelette solide du matériau. Nous verrons dans la suite quels sont les paramètres qui influencent l'évolution de ce retrait.



Fig. 3. 47 : Retraits (endogène, de dessiccation et total) du CEM V à 20°C en fonction du temps et de l'humidité relative imposée

Dans ce qui suit, les différents retraits de dessiccation estimés sont analysés en fonction des conditions hydriques et thermiques imposées, ainsi qu'en fonction des paramètres de composition.

## II.3.2.2.1 Influence de la température

La figure 3.48 illustre le retrait de dessiccation du CEM V en fonction du temps, de la température et de l'humidité relative imposée. Les figures 3.49 et 3.50 montrent les retraits de dessiccation maximum atteints à l'équilibre de chaque palier d'humidité relative, en fonction respectivement de l'humidité relative et de la pression capillaire également pour le CEM V. Les courbes équivalentes du CEM I et CEM V\* sont présentées dans l'annexe 5.



Fig. 3. 48 : Retrait de dessiccation du CEM V en fonction de la température et de l'humidité relative imposées



Fig. 3. 49 : Retrait de dessiccation maximum du CEM V en fonction de l'humidité relative et de la température



Fig. 3. 50 : Retrait de dessiccation maximum du CEM V en fonction de la pression capillaire et de la température

Nous constatons que les évolutions de retrait du CEM V en fonction de la température sont similaires en forme mais pas en amplitude. Le retrait de dessiccation à 50°C atteint des valeurs à HR=60% pratiquement 1,6 fois supérieures de celles à 20°C. A 80°C, les déformations de retrait sont environ 2,6 fois supérieures à celles à 20°C. Les mêmes rapports sont présentés pour tous les matériaux dans le tableau 3.5 suivant.

	50°C	80°C
CEM I	2,2	2,7
CEM V	1,6	2,6
CEM V*	2,0	2,4

Tab. 3. 5 : Rapport entre la déformation considérée et la déformation à 20°C (les déformations<br/>considérées sont les dernières obtenues à HR=60%)

Le rapport de la déformation de retrait en température par rapport à son équivalente à 20°C augmente avec la hausse de la température, confirmant ainsi l'influence majeure de la température sur les variations dimensionnelles différées liées au séchage. Entre 50°C et 80°C, le CEM I est le matériau dont les amplitudes de retrait sont le moins amplifiées, tandis que celles du CEM V\* augmentent le plus. Les distributions de porosité expliquent ces différents résultats : le réseau poreux du CEM I, plus grossier, conduit à un fort rapport entre 20°C et 50°C, quand la perméation de l'eau liquide dans la porosité capillaire est le mécanisme prépondérant ; cependant entre 50°C et 80°C, ces amplitudes de retrait augmentent moins que celles des matériaux avec CEM V/A car c'est la diffusion de la vapeur d'eau qui domine. Cette tendance est inversée pour les bétons à CEM V/A où les rapports entre 50°C sont plus faibles que celui du CEM I, puis les écarts de ces rapports entre 50°C et 80°C sont supérieurs à celui du CEM I.

Le retrait de dessiccation est dû à plusieurs phénomènes concomitants, qui aujourd'hui encore font débat au sein de la communauté scientifique :

- La pression capillaire : elle résulte de l'équilibre liquide/vapeur dans la porosité capillaire du béton. La diminution de l'humidité relative au sein du béton induit une mise en dépression de l'eau liquide, provoquée par l'évaporation de celle-ci. La coexistence des phases liquides (eau) et gazeuses (vapeur d'eau et air sec) entraîne la formation d'un ménisque à l'interface liquide/gaz, et donc l'apparition de tensions capillaires. Elles entraînent alors la contraction du squelette solide et provoque ainsi le retrait de dessiccation. Comme le précise la loi de Kelvin (équation (6)), la hausse de température accentue linéairement (avec la température absolue qui passe dans notre cas de 293 K à 353 K, soit une augmentation maximale de 20 %) la variation de pression capillaire au sein du matériau, induisant ainsi une contraction locale de la matrice plus importante. Les transports en phase gazeuse étant amplifiés avec la hausse de température, induisent une perte en masse plus importante, ce qui déplace les zones d'application de cette pression capillaire vers les plus petits pores. Ainsi, la pression capillaire s'applique en de multiples endroits dans la matrice cimentaire, leur nombre augmentant avec la température. Toutefois, la variation de pression capillaire, présentée figure 3.15 en fonction de l'humidité relative et de la température, montre que celle-ci varie assez peu, et ne peut pas à elle seule expliquer les augmentations très notoires de retrait de dessiccation.
- Les variations de pression de disjonction : l'eau associée à la pression de disjonction est en équilibre avec l'humidité relative environnante. Une diminution de l'humidité relative entraîne un départ de cette eau. Il se produit alors une diminution de l'épaisseur de la couche d'eau adsorbée dans la zone d'adsorption empêchée et donc une diminution de la pression de disjonction (équations (10)). Il en résulte alors une déformation du squelette solide qui correspond à la déformation de retrait. La pression de disjonction varie linéairement avec la température absolue, de façon similaire à la pression capillaire en fonction de l'humidité relative. Notons toutefois que cette pression de disjonction est certainement plus active avec la hausse de température. En effet, comme le front de séchage se déplace vers les porosités d'hydrates qui sont le lieu des pressions de disjonction, les variations de cette pression doivent donc se traduire par une contraction plus forte de la matrice. Cependant, la variation de pression de disjonction n'est également pas suffisante pour expliquer les différences d'amplitudes de retrait en fonction de la température, puisque les ordres de grandeur sont les mêmes que ceux de la pression capillaire.
- La variation de l'énergie surfacique solide : L'énergie surfacique des particules de gel CSH crée des contraintes de traction en surface et des contraintes de compression au sein du solide. Lorsqu'il y a adsorption d'eau, les tensions surfaciques diminuent et s'il y a désorption, les contraintes induites augmentent, provoquant une contraction du solide et donc une déformation de retrait (équation (11)). Encore une fois, la température n'intervient que peut dans l'évolution de cette énergie de surface, ne permettant pas de retenir ce phénomène pour expliquer les amplitudes de retraits en fonction de la température.

En conclusion, l'effet de la température sur les mécanismes exposés ci-dessus, bien que sensible, ne suffit pas à expliquer les amplitudes de variation du retrait de dessiccation en fonction de la température. Il convient donc de trouver une explication complémentaire. La température joue un rôle fondamental sur d'autres paramètres des matériaux bétons. En particulier, le béton est, depuis de nombreuses années, considéré comme un matériau viscoélastique non linéaire [**Bazant 78**]. Or la viscosité des matériaux cimentaires est largement influencée par la température : la déformation visqueuse varie proportionnellement avec la température [**England 80**]. Or, lors de la dessiccation des matériaux cimentaires, l'effet d'augmentation de pression capillaire conduit à un processus que l'on peut qualifier d'une précontrainte interne du matériau. Cette compression interne est appliquée sur des temps longs : le matériau flue sous l'effet de la pression capillaire. Or le fluage met en évidence le caractère visco-élastique du matériau. Sur la figure 3.51 ci-dessous est reportée la courbe de variation de la complaisance de fluage propre (c'est-à-dire la déformation de fluage ramenée à la contrainte macroscopique appliquée) en fonction du temps et de la température. On constate une nette augmentation de la complaisance de fluage, c'est-à-dire la déformation de fluage, lorsque la température passe de 20°C à 70°C ou encore à 90°C. La viscosité du matériau chute avec l'augmentation de température, ce qui rend le matériau plus déformable sous l'effet d'une contrainte mécanique. Notons que cet effet visqueux est en général négligé à température ambiante où les effets conjugués de la pression capillaire, de la variation de pression de disjonction et de la variation d'énergie de surface suffisent à expliquer l'évolution du retrait de dessiccation. Ce lien entre déformation de retrait et fluage a déjà été avancé par Benboudjema et al. [Benboudjema 07], où le retrait était interprété comme une déformation de fluage propre sous l'effet de la pression capillaire générée par l'autodessiccation et la dessiccation.



Fig. 3. 51 : Evolution des déformations de fluage propre en fonction de la température [Nishizawa 70]

Dès lors, les évolutions des figures 3.48, 3.49 et 3.50 s'expliquent naturellement : sous l'effet de la baisse d'humidité relative, la pression capillaire au sein du matériau augmente, conduisant à une compression isotrope de la matrice. Sous l'effet de cette compression et par thermo-activation, les déformations visqueuses évoluent quasi-proportionnellement avec le saut de température. En première approche, il est possible de considérer que la contrainte mécanique appliquée et les conditions d'essai conduisent à une succession d'états où la sollicitation se ramène à du fluage en conditions endogènes, c'est-à-dire du fluage propre sous une contrainte de compression croissante. En effet, la pression capillaire s'applique sur des portions de matériau dont le diamètre poreux est de plus en plus petit. A l'état de saturation considéré, la portion de matériau sollicitée par la pression capillaire reste saturée en eau, d'où un fluage propre sous l'effet de la pression capillaire. Cet effet est d'ailleurs corroboré par la figure 1.45 (Partie 1, paragraphe III.2.1) où sont présentées les déformations de fluage propre

en fonction du temps et de l'état de saturation initial des échantillons **[Wittmann 70 cité par Benboudjema 02]**. On constate qu'à mesure que l'humidité relative décroit dans le béton, les déformations de fluage propre diminuent, traduisant le fait que plus la désaturation est importante, plus la portion de matériau qui peut fluer est faible. Pour mieux comprendre ceci, il convient de préciser les mécanismes à l'origine du fluage propre. Celui-ci se décompose en un fluage à court terme (entre 21 et 28 jours), et un fluage à long terme **[Ruetz 68, Ulm 98]**.

## a) <u>Le fluage à court terme :</u>

Il existe dans la littérature de nombreuses explications du fluage à court terme. La plus probable et la plus reconnue est la suivante : la migration sous contraintes de l'eau des couches adsorbées vers la porosité capillaire [Lohtia 70, Wittmann 82, Ulm 98]. La diffusion s'amorce sous l'action des efforts extérieurs, ici plus précisément de la pression capillaire. Les contraintes de compression sont transmises à l'échelle microscopique, à travers l'assemblage des produits d'hydratation qui entourent les pores capillaires (figure 1.47, Partie 1, paragraphe III.2.1.1). Ce transfert d'effort microscopique induit localement un déséquilibre thermodynamique entre les molécules d'eau en adsorption libre dans ces zones de transmission et celles qui sont plus loin (porosité capillaire). Pour restituer l'équilibre, les molécules d'eau diffusent dans les couches d'eau adsorbée (diffusion surfacique) vers la porosité capillaire, entraînant la déformation du squelette solide. Les travaux de [Ulm 98] mettent en avant le fait que seule la cinétique de la déformation de fluage à court terme est influencée par le rapport E/C. Or, la principale différence entre des bétons de rapport différents E/C se situent au niveau de la distribution des pores capillaires [Hansen 86, Baroghel-Bouny 94], ce qui supporte l'idée que le fluage propre fait intervenir, à court terme, les pores capillaires [[Ulm 98]. Dans notre cas, sous les effets de la température, nous avons vu que les équilibres hygrométriques se déplaçaient très rapidement vers les porosités d'hydrates : ce mécanisme n'est donc pas très influent dans l'évolution du retrait de dessiccation des bétons ici en fonction de la température.

## b) <u>Le fluage à long terme :</u>

Le mécanisme présenté précédemment ne peut expliquer l'effet important du vieillissement sur l'amplitude de la déformation de fluage propre, observé après plusieurs années : les déformations de fluage propre « s'épuisent » à très long terme. De nombreux auteurs ont alors suggéré l'existence d'un mécanisme de fluage propre à long terme, différent de celui à court terme. Ainsi, Bazant [Bazant 97] et Ulm [Ulm 98] proposent que l'effet du vieillissement observé soit d'origine mécanique, lié à la relaxation de micro-précontraintes dans les zones d'adsorption empêchée. Les micro-précontraintes sont générées par la pression de disjonction, ainsi que par des variations volumiques importantes et fortement localisées induites par l'hydratation ou le séchage. La relaxation des micro-précontraintes se situe à l'échelle des nanopores de la pâte de ciment. Les liaisons entre les surfaces solides, localement et instables, sont susceptibles de se rompre [Wittmann 82]. Elles se reforment dans des zones adjacentes de moindres surtensions du fait du glissement des feuillets de CSH (figure 1.48, Partie 1, paragraphe III.2.1.2). Les forces de liaison se relaxent dans le temps, et ce sont d'autres sites qui seront alors le siège de ruptures potentielles. Ce processus en chaîne épuise successivement les sites de fluage qui ont été activés par le chargement mécanique. Cet épuisement conduit au vieillissement observé au niveau de la cinétique du fluage en fonction de l'âge du matériau. Il est à noter qu'à priori, la contrainte macroscopique, du fait de son ordre de grandeur bien inférieur à celui de la pression de disjonction ne modifierait pas, de façon significative, l'amplitude des forces de liaison au niveau des nanopores [Bazant 72]. Ce processus de « quasi-dislocation » résulte de l'instabilité intrinsèque aux hydrates. La température va jouer un rôle crucial dans les possibilités de redistribution de ses quasidislocations. En augmentant l'agitation thermique et en réduisant la viscosité de l'eau, les glissements de feuillets de CSH vont être facilités, d'où les amplitudes de fluage propre en augmentation.

De nombreuses évidences expérimentales suggèrent que le fluage propre à long terme soit lié au glissement des feuillets de CSH :

- Des valeurs de surface d'adsorption d'azote différentes ont été mesurées entre des pâtes de ciment chargées et non chargées, ce qui n'est pas le cas avec de l'eau ou de l'hélium. Contrairement à ces deux dernières molécules de taille plus petite, la molécule d'azote ne peut pas accéder à la nanoporosité. Cette observation est donc compatible avec le mécanisme de glissement des feuillets de CSH dans le sens où la déformation de cisaillement créerait de nouvelles surfaces accessibles aux molécules d'azote [Bentur 79, Guénot-Delahaie 97].
- Si l'eau contenue dans un spécimen en béton est remplacée par du méthanol (après que le matériau ait été désaturé), le matériau présente une déformation de fluage importante [Tamtsia 00]. Or, le méthanol est adsorbé physiquement sur les feuillets de CSH. De plus, il forme un complexe en réagissant avec les CSH. Ces deux processus induisent une diminution de l'intensité des forces entre les feuillets de CSH et donc une augmentation de la mobilité au glissement (entre ces feuillets).
- L'analyse cinétique des déformations montre que la cinétique de fluage à long terme est indépendante du rapport E/C [Ulm 98]. Or, la structure de la nanoporosité est identique pour les différentes formulations des bétons, ce qui corrobore que cette déformation se produit à l'échelle de la nanoporosité.

Il apparaît donc que les mécanismes de fluage propre à long terme, résultat d'un cisaillement progressif des feuillets de CSH, sont susceptibles d'expliquer l'augmentation de l'amplitude de retrait de dessiccation à humidité relative fixée, lorsque la température augmente. Remarquons qu'à mesure que l'humidité relative décroit, la pression capillaire augmente donc l'amplitude de fluage propre devrait augmenter. De nombreux résultats expérimentaux montrent que, globalement, il y a proportionnalité entre la déformation de fluage propre et le niveau de contrainte appliquée (ramené à la résistance du béton) [Neville 96]. Mais comme cette contrainte s'applique sur des zones du matériau de plus en plus petites (on déplace le front de séchage vers les pores de plus petit diamètre, le taux de saturation chutant très rapidement), la déformation visqueuse ralentit progressivement. Ce phénomène est particulièrement visible sur la figure 3.50 où est proposée l'évolution du retrait de dessiccation en fonction de la pression capillaire. A 20°C, on constate une linéarité entre le retrait et la pression capillaire : les déformations visqueuses sont très peu activées, bien que présentes. A 50°C et plus nettement à 80°C, les déformations de retrait de dessiccation varient de manière non linéaire, en « ralentissant » avec l'augmentation de pression capillaire. Notons qu'il existe, comme évoqué précédemment, un vieillissement des phénomènes de fluage : le potentiel de déformation des CSH est borné par leur état thermodynamique le plus stable. Il est raisonnable de penser que la température va permettre d'atteindre cet état avec une cinétique accélérée.

# II.3.2.2.2 Influence des paramètres de composition

a) Evolutions des retraits de dessiccation à 20°C

La figure 3.52, présente les retraits des matériaux en fonction du temps et de l'humidité relative imposée à 20°C. Les valeurs maximales de ces retraits, atteintes à l'équilibre hydrique, sont reportées en fonction de l'humidité relative figure 3.53 et en fonction de la pression capillaire figure 3.54.



Fig. 3. 52 : Retrait de dessiccation des matériaux à 20°C en fonction du temps et de l'humidité relative imposée



Fig. 3. 53 : Retrait de dessiccation maximum des matériaux en fonction de l'humidité relative à 20°C



Fig. 3. 54: Retrait de dessiccation maximum des matériaux en fonction de la pression capillaire à 20°C

Les évolutions des retraits de dessiccation à 20°C montrent que, globalement, le CEM I se rétracte moins que le CEM V, qui lui-même a des déformations différées inférieures au CEM V\*. Comme évoqué précédemment, les déformations de retrait de dessiccation sont principalement induites par les variations de la pression capillaire au cours de la diminution de l'humidité relative. Les évolutions de pertes de masse ont montré que le CEM I est le matériau qui a perdu le plus d'eau pour les fortes humidités relatives (paragraphe II.3.1.2). Les bétons à base de CEM V/A, qui présentent une porosité plus fine que celle du CEM I, sont donc plus sensibles aux variations de pression capillaire qui règne dans la porosité des hydrates. De plus, nous avons montré que la rigidité des bétons à base de CEM V/A est plus faible que celle du CEM I, ce qui induit que leur matrice cimentaire se contractera plus sous l'effet des variations de la pression capillaire. Ceci est particulièrement visible sur la figure 3.54 où on constate une linéarité du retrait en fonction de la pression capillaire, et l'évolution des pentes correspond à l'évolution de la raideur des matériaux. Par ailleurs, en comparant les matériaux à base de CEM V/A entre eux, on constate que le CEM V\* a un plus fort retrait, la microstructure du CEM V présente un volume poreux plus faible (lié principalement à un rapport E/C plus faible) dans lequel la pression capillaire est répartie sur moins « d'endroits » qui induit une raideur plus faible.

## b) Evolutions des retraits de dessiccation à 50°C

L'évolution des retraits de dessiccation des matériaux soumis à la dessiccation à 50°C est présentée en fonction du temps et de l'humidité relative imposée (figure 3.55). Les valeurs de retrait de dessiccation atteintes à l'équilibre hydrique pour chaque humidité relative imposée sont données figures 3.56 et 3.57 en fonction de l'humidité relative et de la pression capillaire.



Fig. 3. 55 : Retrait de dessiccation des matériaux à 50°C en fonction du temps et de l'humidité relative imposée



Fig. 3. 56: Retrait de dessiccation maximum des matériaux en fonction de l'humidité relative à 50°C



Fig. 3. 57 : Retrait de dessiccation maximum des matériaux en fonction de la pression capillaire à 50°C

A 50°C, les déformations de retrait de dessiccation sont tout autant qu'à 20°C influencées par la variation de la pression capillaire. Comme nous l'avons déjà vu précédemment, cette augmentation est linéaire avec la température absolue. La figure 3.15 présente l'évolution de la pression capillaire (suivant la loi de Kelvin : équation (6)), en fonction de l'humidité relative et de la température. On constate alors que cette seule augmentation de pression capillaire ne peut expliquer l'augmentation de retrait de dessiccation entre 20°C et 50°C. En effet, si on trace pour un matériau donné le retrait à 20°C et 50°C en fonction de la pression capillaire (figure 3.50 pour le CEM V), on constate qu'il existe un décalage en amplitude du retrait à 50°C par rapport à celui à 20°C et ceci quelle que soit l'humidité relative imposée. L'augmentation de température implique une diminution de la viscosité du béton, ce qui conduit à une augmentation des déformations différées sous l'effet d'une pression interne. Les évolutions des bétons confectionnés à partir de ciment CEM V/A ont des évolutions parallèles, mais décalées vers les plus grandes valeurs de retrait de dessiccation pour le CEM V\*. Alors que l'écart des retraits de dessiccation des bétons à CEM V/A à 20°C était d'environ 100 µm/m à 60 % de HR, à 50°C, cet écart est d'environ 300 µm/m pour les mêmes conditions d'humidité relative. Le fluage propre du CEM V\* est donc plus fort que celui du CEM V: l'effet du rapport E/C est donc bien mis en évidence. Notons que l'effet de l'augmentation du rapport E/C sur les valeurs asymptotiques de fluage propre a déjà été mis en évidence : la figure 1.46 de gauche (Partie 1, paragraphe III.2.1) présente l'évolution de la déformation de fluage pour différents bétons dont seul le rapport E/C évolue [Hummel 59 cité par Benboudjema 02]. On constate que la valeur asymptotique du fluage propre (effet à long terme) est largement influencée par l'augmentation du rapport E/C. Ceci est à mettre en relation avec la porosité du matériau : plus le rapport E/C est élevé, plus la porosité est importante. Pour une même contrainte mécanique macroscopique appliquée, la diffusion de cette contraint à l'échelle des CSH se fera donc sur une matrice plus poreuse. Localement, la contrainte « vue » en sera d'autant plus importante, et comme le fluage augmente avec le niveau de charge, le fluage propre d'un matériau cimentaire augmentera avec sa porosité initiale. Dans notre cas, l'effet est similaire et rejoint celui rencontré pour le retrait de dessiccation à  $20^{\circ}$ C : la mise en compression de la matrice se fait par l'intermédiaire de la pression capillaire sur une matrice plus ou moins poreuse. Non seulement la déformation est liée à la raideur de la matrice (retrait), mais cette pression capillaire sera compensée par une compression matricielle de fraction volumique de plus en plus petite à mesure que le rapport E/C augmente. Globalement, les déformations différées à 50°C seront en augmentation.

## c) Evolutions des retraits de dessiccation à 80°C

La figure 3.58 présente le retrait de dessiccation des matériaux en fonction du temps et de l'humidité relative imposée, à 80°C. Les figures 3.59 et 3.60 montrent les valeurs maximales du retrait de dessiccation atteintes à l'équilibre, respectivement en fonction de l'humidité relative et de la pression capillaire, et ce pour les trois matériaux de l'étude.



Fig. 3. 58 : Retrait de dessiccation des matériaux à 80°C en fonction du temps et de l'humidité relative imposée

La figure ci-dessus montre tout d'abord que les valeurs atteintes par le retrait de dessiccation à  $80^{\circ}$ C sont très importantes par rapport à celles obtenues à  $20^{\circ}$ C, et ce même à 60% d'humidité relative. En effet, le CEM V atteint une valeur de  $800 \ \mu m/m$  de retrait, environ  $600 \ \mu m/m$  pour le CEM I et  $900 \ \mu m/m$  pour le CEM V\*.



Fig. 3. 59 : Retrait de dessiccation maximum des matériaux en fonction de l'humidité relative à 80°C



Fig. 3. 60 : Retrait de dessiccation maximum des matériaux en fonction de la pression capillaire à 80°C

On peut noter que ces évolutions présentent un ordonnancement similaire aux évolutions à 20°C et 50°C. Le CEM I est le matériau qui présente le retrait le plus faible, tandis que celui du CEM V\* a le retrait le plus fort. La microstructure plus fine des bétons à CEM V/A induisent un effet de pression capillaire plus intense pour ces matériaux, en comparaison avec le CEM I, dont la porosité est moins importante dans la porosité des hydrates, conduisant ainsi à un retrait plus faible que ceux des CEM V/A. De plus, le dosage en eau plus élevé pour le

CEM V\* a induit un volume poreux plus important, ce qui « étale » plus la pression capillaire dans sa microstructure et conduit ainsi à des retraits plus fort que celui du CEM V. Les évolutions se différencient toutefois des précédentes à 20°C et 50°C par leurs caractères fortement non linéaires. Ceci est particulièrement remarquable sur la figure 3.60 où le retrait est mis en relation avec la pression capillaire. Après une évolution linéaire, où les mécanismes décrits précédemment (retrait sous pression capillaire et fluage propre sous pression capillaire) sont affectés par l'augmentation de température, les courbes d'évolution de retrait fléchissent et une baisse de l'humidité relative (augmentation de la pression capillaire) semble ne plus avoir le même effet que pour les paliers précédents d'humidité. Deux mécanismes complémentaires sont donc activés à ce niveau de température et d'humidité relative :

- Le potentiel de dessiccation des matériaux devient faible : à 80°C et 60 % HR les matériaux ont perdu 72 %, 73 % et 90 % de leurs eaux évaporables respectivement pour le CEM I, le CEM V et CEM V\*. Moins le matériau contient d'eau, moins le fluage propre est important [Wittmann 70 cité par Benboudjema 02]. Du fait du mécanisme de fluage à long terme décrit plus haut, il est aisément compréhensible que sans eau, les feuillets de CSH auront une stabilité dimensionnelle bien plus élevée.
- Une microfissuration importante peut être générée : en effet, seule la matrice cimentaire se rétracte et les granulats sont stables : cette incompatibilité de déformation va induire une fissuration qui contrebalance le retrait macroscopique. Cet effet sera particulièrement visible dans la suite où seront présentées les évolutions des retraits en fonction de la variation de masse des échantillons. Des essais mécaniques complémentaires devraient également mettre en évidence cet effet de microfissuration.

# II.3.3 Evolution du retrait de dessiccation en fonction de la perte de masse

Les évolutions de pertes en masse, ainsi que celles du retrait de dessiccation peuvent être reliées et sont significatives de l'évolution, souvent linéaire, du retrait de dessiccation en fonction de la perte en masse. L'apparition de la microfissuration induite par la dessiccation, est causée par l'effet de structure (gradients hydriques) et par l'effet local (effet des granulats), elle peut également être mise en évidence grâce à ces évolutions **[Yurdtas 04a ; 04b, Yurtdas 06]**.

Il est possible de considérer trois phases dans l'évolution du retrait de dessiccation en fonction de la perte en poids relative (par rapport à l'eau évaporable), quand la dessiccation du matériau est terminée (figure 3.61).



Fig. 3. 61 : Relation perte de masse relative et retrait total de deux mortiers avec différents E/C en fonction de la perte en masse [Yurtdas 04]

La première phase est appelée phase dormante et correspond à la perte d'eau en surface de l'échantillon, ainsi qu'à une fissuration de la peau de l'échantillon qui conduit à contrebalancer le retrait [Granger 96, Torrenti 97, Khelidj 98, Benboudjema 02, Turcry 04, Yurtdas 04].

La seconde phase relie linéairement la variation de masse à celle de retrait et est significative de l'évolution des déformations de retrait en fonction de l'augmentation de la pression capillaire.

La dernière phase peut s'expliquer soit par le fait que la contraction de la matrice cimentaire devient infime par épuisement de l'eau évaporable, soit par le passage d'un comportement linéaire à un comportement non linéaire sous contrainte hydrique [Meftah 00, Benboudjema 02]. Ce phénomène peut également être dû à l'apparition de microfissures supplémentaires, générées par la dessiccation [Khelidj 98, Bisschop 01] et à la présence de granulats [Bisschop 01, Yurtdas 04]. Les microfissures ainsi formées s'opposent au retrait et facilitent la dessiccation [Bazant 86, Khelidj 98].

Notons que ces trois phases se retrouvent également dans le cas de la dessiccation des argiles **[Colina 00]**, où la dernière phase est interprétée par les auteurs comme étant due à un niveau suffisant d'écrouissage de la matrice, permettant au matériau de résister au surplus de contrainte généré par l'augmentation de dépression capillaire due au séchage. Notons que cette dernière notion est très parallèle à la notion de vieillissement en fluage **[Bazant 72]** : les sites où se produisent les micro-glissements s'épuisent progressivement, ce qui tend à ralentir la cinétique de fluage, équivalent à l'écrouissage dans le cadre d'un chargement quasistatique.

Il faut noter que sur la figure 3.61, les résultats sont présentés en valeurs absolues ; en revanche, dans notre cas nous avons décidé de considérer la perte de masse et le retrait en valeurs négatives, pour éviter toute confusion possible. En outre, les valeurs des variations de masse sont présentées en relatif, par rapport à la quantité maximale d'eau évaporable possible (mesurée à  $60^{\circ}$ C).

## II.3.3.1 Influence de la température

La figure 3.62 présente la relation entre et le retrait de dessiccation et la perte de masse relative du CEM V en fonction de la température imposée. L'annexe 6 fournit les évolutions du CEM I et du CEM V\*.



Fig. 3. 62 : Relation perte de masse relative et retrait total de dessiccation du CEM V en fonction de la température

Les résultats présentés figure 3.62 mettent en évidence l'influence de la température sur le comportement hydrique du CEM V. Tout d'abord, tant que le retrait n'est pas significatif (phase dormante), la température conditionne les transports d'eau, en induisant une accélération de la perte de masse. En effet, la phase dormante est faible à 20°C et atteint environ 0,5% de la variation de masse à 50°C et 0,75% à 80°C. Ainsi, à 50°C et 80°C, la phase dormante plus importante est liée à l'activation de la dessiccation de surface ne donnant pas de retrait significatif (diminution de la viscosité de l'eau, augmentation de la pression de vapeur), et à la présence d'une fissuration de peau. La seconde phase, entre une perte en poids relative de 10 % et une de 55 %, fait apparaitre globalement la proportionnalité de l'évolution du retrait de dessiccation avec la perte en masse, tout en mettant en évidence le rôle de la température qui joue un rôle cinétique majeur quand la porosité concernée par la dessiccation est la plus grossière. La déformation maximale atteinte est d'environ 300  $\mu$ m/m à 20°C, 500  $\mu m/m$  à 50°C et atteint environ 900  $\mu m/m$  à 80°C. De plus, en ne considérant que la seconde phase des courbes, il est possible de déterminer les pentes des droites moyennes (exemple de droite considérée pour 80°C en pointillés sur le graphique) par la méthode des moindres carrés, dont les valeurs sont regroupées dans le tableau de la figure 3.62. Notons que plus la pente est faible, moins le matériau présentera de retrait, et inversement. Il apparait que mis à part le retrait à 50°C qui paraît fort, les pentes sont semblables, confirmant la proportionnalité du retrait de dessiccation avec la perte en poids. Cette proportionnalité est donc due aux propriétés élastiques des matériaux, mais également aux propriétés visqueuses. Il est possible de postuler la chose suivante : en supposant que cette phase se poursuivrait jusqu'au séchage complet du matériau, et en supposant que la dessiccation n'engendrerait aucune microfissuration, la déformation maximale atteinte serait représentative du potentiel maximal à une température donnée. Si on admet ces suppositions, alors on s'aperçoit que ce retrait théorique serait environ 5 fois celui de 20°C, pour la même humidité relative imposée. Cette proportion entre les évolutions à 20°C et 80°C se retrouve dans l'analyse des pertes de masse du CEM V en fonction du temps et de la température (paragraphe II.3.1.1). C'est également vrai pour la proportion entre 20°C et 50°C. Cela met en évidence, qu'en admettant qu'aucune microfissuration induite par la dessiccation ne se produit, l'influence de la température est similaire sur les variations de masses et les déformations de retrait. Cependant, en considérant à nouveau la figure 3.62, en particulier pour 80°C, il y a une troisième phase en plateau qui est significative de l'apparition de microfissuration autour des granulats. Au-delà d'une perte en masse relative de 55 %, la fissuration devient très importante et contrebalance à l'échelle macroscopique le retrait. Notons que cette valeur de 55 % est similaire à celle trouvée par Yurtdas sur des mortiers (figure 3.61). Toutefois, la comparaison s'arrête là car cette microfissuration sera influencée principalement par le diamètre du granulat, le type de granulat, la fraction volumique de granulat et la qualité de la pâte de ciment.

# **II.3.3.2** Influence des paramètres de composition

En comparant les matériaux dans les mêmes conditions de dessiccation, nous pouvons ainsi les positionner en termes de rigidité et de viscosité de la matrice cimentaire. Les figures 3.63, 3.64 et 3.65 illustrent les relations entre pertes de masse relative et retrait de dessiccation des matériaux respectivement à 20°C, 50°C et 80°C.



## a) <u>Evolutions à 20°C</u>

Fig. 3. 63 : Relation perte de masse relative et retrait de dessiccation des matériaux à 20°C

Les évolutions à 20°C confirment que le CEM I présente la matrice cimentaire la plus rigide, ce qui a été également constaté avec la mesure du module d'incompressibilité en conditions drainées (paragraphe I.3). Ainsi, à pression capillaire équivalente, la matrice cimentaire des

variation de masse relative

matériaux à base de CEM V/A se déforment plus que celle du CEM I, donnant ainsi un plus fort retrait de dessiccation. Notons que le risque de microfissuration par dépassement des déformations admissibles est alors accentué dans les matériaux à base de CEM V/A. En outre, ces matériaux présentent une phase dormante et une perte de masse maximale inférieures à celle du CEM I : ce dernier étant plus rigide, lors des premiers stades de dessiccation, une faible déformation de la peau du béton induira des contraintes de traction qui vont rapidement croître. Les microfissurations de peau seront ainsi inéluctables et importantes, conduisant à une phase dormante plus importante que pour le CEM V. Lors de la seconde phase, on constate encore la proportionnalité entre retrait de dessiccation et perte en masse, quel que soit le béton. En ce qui concerne l'influence du rapport E/C, l'augmentation de ce rapport amplifie les pertes de masses et les retraits, à cause d'une porosité plus importante. Il est toutefois remarquable de constater que ces deux matériaux, CEM V et CEM V\*, suivent la même évolution (retrait/perte en masse relative) à 20°C.



*b)* Evolutions à 50°C

Fig. 3. 64 : Relation perte de masse relative et retrait de dessiccation des matériaux à 50°C

A 50°C, les évolutions constatées figure 3.64 du CEM I et des bétons à base de CEM V/A rejoignent celles à 20°C. La matrice cimentaire plus rigide du CEM I induit moins de retrait. En revanche la microstructure plus grossière du matériau favorise les pertes de d'eau. Le CEM I développe plus de microfissuration de peau. De plus, les évolutions des matériaux à base de CEM V/A se distinguent l'un de l'autre dès lors que la déformation de retrait est supérieure à environ 300  $\mu$ m/m. Ceci est révélateur de l'influence du rapport E/C, qui amène un décalage dans la cinétique de dessiccation et dans les amplitudes de retrait.

d) Evolutions à  $80^{\circ}C$ 



Fig. 3. 65 : Relation perte de masse relative et retrait de dessiccation des matériaux à 80°C

A 80°C, la comparaison avec la nature du ciment (CEM I ou CEM V/A) recoupe celles des autres températures. Les matériaux à base de CEM V/A sont moins sensibles à la microfissuration de peau, comme le montre leur plus faible phase dormante. En revanche, ils présentent plus de microfissuration autour des granulats induite par la dessiccation, ce que prouve la dernière phase de la courbe qui est plus importante que celle du CEM I.

Enfin, nous pouvons également confirmer, des trois figures précédentes, que l'influence de la température est équivalente pour tous les matériaux. En effet, la proportion entre les pentes des parties linéaires entre 20°C et 50°C est environ d'1,5 fois, pour tous les matériaux et se réduit entre 20°C et 80°C (entre 1 et 0,8). Ces valeurs nous confortent dans l'idée qu'à 80°C, des mécanismes supplémentaires sont activés.

# II.4 Conclusions de l'analyse du couplage thermo-hydromécanique

L'analyse du couplage thermo-hydro-mécanique met en exergue les conséquences de différentes méthodes de dessiccation sur la microstructure des bétons. La dessiccation a été ainsi reproduite soit par un séchage dans une étuve à 60°C, soit en enceintes climatiques en fonction de l'humidité relative et de trois températures (20°C, 50°C et 80°C).

Pour rendre compte des changements de microstructure des matériaux, il faut tout d'abord s'assurer qu'aucune évolution de la microstructure due à la poursuite de l'hydratation n'intervienne. Ainsi, les matériaux ont été conservés sous eau dans un bain thermostaté à 20°C durant six mois, avant d'être soumis à la dessiccation. L'évolution des prises de masses a montré le lien entre la porosité des matériaux et l'écoulement d'eau liquide. Le CEM I, qui a la plus petite porosité (8,1% après un séchage à  $60^{\circ}$ C, 11,9% et 14,1% respectivement pour le

CEM V et le CEM V\* (tableau 3.1 au paragraphe I.1)), est le matériau qui reprend le moins d'eau, suivi du CEM V, lui-même de reprise de masse inférieure au CEM V\*. De plus malgré l'apport d'eau « continu », les matériaux présentent un retrait, attribué à l'autodessiccation. La formation progressive de la microstructure, due à la poursuite de l'hydratation, amène un réseau poreux dans lequel l'eau s'écoule de plus en plus difficilement et des ménisques se forment. Cela conduit à l'apparition d'une dépression capillaire dans la microstructure du matériau, qui oblige la matrice solide à se contracter localement. Enfin, les évolutions de pertes de masses et de retraits montrent une stabilisation au-delà de 120 jours, confirmant qu'une éventuelle évolution de la microstructure par poursuite de l'hydratation est « écartée ».

L'étude du séchage des matériaux à 60°C a mis en évidence deux observations :

- la validation de l'état sec de référence après un séchage à 60°C : pour analyser les évolutions de la microstructure, il convient de mesurer la porosité à l'eau à partir d'un état sec de référence. La valeur de porosité ainsi calculée est utilisée dans l'estimation des saturations en eau et permet la construction des isothermes de désorption. L'état sec de nos matériaux a été obtenu par un séchage jusqu'à poids constant dans une étuve à 60°C. Cette température a été retenue pour éviter d'endommager la microstructure des matériaux par microfissuration, en comparaison à un séchage à 105°C, généralement utilisé. Notre référence d'état sec (60°C) a été validée par une discussion prouvant que les tendances des isothermes se retrouvent dans d'autres études.
- le fluage thermique à l'échelle des CSH : les évolutions des pertes de masses et de retrait ont montré qu'un mécanisme de fluage thermique s'enclenche une fois que la saturation des matériaux est homogène. Dès lors que la dépression capillaire n'induit plus de perte de masse, le retrait des matériaux se poursuit, confirmant un réarrangement des CSH sous l'effet de la température.

L'analyse de la dessiccation contrôlée en enceintes climatiques en fonction de la température a confirmé l'hypothèse d'un fluage des CSH et a montré les différences microstructurales induites.

- La hausse de la température conduit à une diminution de l'eau liquide et une dilatation de la phase solide, ce qui accélère la cinétique des mécanismes de dessiccation (perméation d'eau liquide, perméation et diffusion de la vapeur d'eau). Par voie de conséquence, pour la même condition d'humidité relative, les pertes de masses sont amplifiées par la température et les évolutions des isothermes passent d'un comportement linéaire à 20°C et 50°C à un comportement non linéaire à 80°C. En outre, la hausse de température augmente la dépression capillaire, la variation de pression de disjonction et celle des tensions superficielles des couches d'eau adsorbée, conduisant à une amplification des retraits avec la température. Cependant, les écarts de retraits constatés en fonction de la température sont attribués à un fluage propre à long terme des CSH, induit par la compression interne qu'est le retrait. Enfin, l'étude des retraits en fonction de la perte de masse a mis en évidence que l'augmentation des pertes de masse et des retraits avec la hausse de température accroît le risque de microfissuration induite par les gradients hydriques et les inclusions rigides.
- En conditions de température et d'humidité relative constantes, les évolutions de pertes de masse et de retrait des matériaux sont reliées à leur microstructure. Le CEM I présente une porosité capillaire plus importante que celle des bétons à base de CEM V/A, qui ont une porosité des hydrates plus développée. Ainsi, le front de séchage évoluant conditionne les cinétiques de pertes de masses : les pertes de masses du CEM I sont importantes quand la perméation de l'eau liquide est le mécanisme

prépondérant ; tandis que les bétons à CEM V/A perdent plus d'eau quand le front de séchage atteint la porosité des hydrates. En outre, l'augmentation du rapport E/C du CEM V\* conduit à un volume poreux et une quantité d'eau libre plus importants que dans le CEM V, ce qui accroît les pertes de masse du CEM V\*. En termes de retraits, le principal paramètre microstructural est la distribution de porosité qui conditionne la pression capillaire. L'effet de la dépression capillaire est plus fort dans la microstructure des bétons CEM V/A, qui présentent une distribution de porosité plus fine que le CEM I, conduisant à des retraits plus importants que celui du CEM I. Par ailleurs, l'évolution des retraits en fonction des pertes de masse a mis en évidence que la microfissuration induite par la dessiccation dans la microstructure du CEM I est principalement de la microfissuration de peau ; alors que les bétons à base de CEM V/A développent plutôt de la microfissuration autour des inclusions rigides.

Les mécanismes mis en jeu par la dessiccation de matériaux cimentaires sont donc conditionnés par la température, qui induit du fluage à long terme des CSH. De plus, les effets de structure induits par la dessiccation sont également dépendants de la microstructure des matériaux.

# III Couplage hydro-mécanique

Le couplage hydro-mécanique rend compte de l'influence de l'état de saturation des matériaux sur les performances mécaniques. Nous avons vu dans ce qui précède que la désaturation conduisait à deux effets en compétition l'un par rapport à l'autre :

- un effet principalement lié à l'augmentation de la pression capillaire, ayant pour conséquence macroscopique le retrait de dessiccation ;
- un effet endommageant lié aux gradients hydriques et aux hétérogénéités locales, causant de la microfissuration.

Le fluage propre à long terme des CSH, induits par la dessiccation (paragraphe II.3.2.2.1) peut également induire un effet endommageant dans la microstructure et conditionne aussi le comportement mécanique des matériaux.

L'objectif de ce chapitre est de montrer comment l'état de contrainte à court et à long terme peut activer l'un ou l'autre de ces mécanismes. Pour rappel, dans ce travail le comportement à court terme est étudié par divers essais ponctuels et à long terme, c'est l'essai de fluage sous dessiccation qui est considéré. Ces données sont essentielles pour le modélisateur qui doit injecter, dans ses modélisations, la physique pertinente pour rendre compte des phénomènes liés aux couplages hydro-mécaniques. Notons par ailleurs que tous les essais présentés dans la suite ont été réalisés à une température de  $20^{\circ}$ C. Des essais complémentaires réalisés ultérieurement permettront d'identifier les évolutions des propriétés mécaniques à 50°C et  $80^{\circ}$ C.

# **III.1** Comportement à court terme

Les essais mécaniques à court terme sont effectués en fonction de quatre états de saturation (saturé, Sw=0,6 et Sw=0,8 et sec). Après une maturation de six mois sous eau dans un bain thermostaté à 20°C, les matériaux sont considérés comme matures et saturés. Excepté les éprouvettes qui doivent conserver cet état saturé, les échantillons sont soumis à une dessiccation, pour obtenir la saturation en eau visée. Les échantillons représentant l'état sec sont séchés jusqu'à poids constant dans une étuve à 60°C, alors que les états de saturation intermédiaires sont obtenus sous dessiccation contrôlée dans l'enceinte climatique à 20°C. Le

suivi régulier des variations de masse des échantillons, ainsi que la construction des isothermes des matériaux avec l'analyse de la désaturation, permet de s'assurer des états de saturation de chacun d'eux. Le détail de la méthodologie suivie dans ce chapitre est présenté au paragraphe II.2 de la Partie 2. L'étude du comportement à court terme, présentée ici, concerne uniquement les matériaux CEM I et CEM V, sous sollicitations de compression et de traction. Le tableau 3.6 résume les conditions des essais étudiés dans l'analyse à court terme.

	Echantillons	Nombre d'échantillons pour chaque état de saturation et chaque matériau	Vitesse de la presse	Observations
Compression	Cylindres (Φ=37,5 mm ; H=75 mm)	2	2 µm/s	jauges
Simple	Prismes $(4*4*16)$ cm <sup>3</sup>	6	500 µm/s	
Compression Triaxiale	Cylindres (Φ=37,5 mm ; H=75 mm)	2	2 µm/s	P <sub>conf</sub> =5 MPa jauges
Traction par Fendage	Cylindres (Φ=37,5 mm ; H=75 mm)	2	200 N/s	
Traction par Flexion	Cylindres (Φ=37,5 mm ; H=75 mm)	3	10 N/s	

 Tab. 3. 6 : Rappel des conditions d'essais à court terme

# **III.1.1** Sous sollicitation de compression

L'étude en compression regroupe deux types de chargement et deux formes d'échantillons :

- la compression uniaxiale sur cylindres ;
- la compression uniaxiale sur prismes ;
- la compression triaxiale sur cylindres.

Les bilans de chacun des essais sont présentés dans ce paragraphe, afin de confirmer le respect des protocoles suivis.

## a) <u>Compression uniaxiale sur cylindres</u>

La compression uniaxiale a été réalisée avec des cycles de chargement/déchargement sur des éprouvettes cylindriques ( $\Phi$ = 37,5 mm et H=75 mm), munies de jauges d'extensométrie. Il faut préciser que les essais de compression réalisés présentaient l'effet de frettage, expliqué au paragraphe IV.2 de la Partie 2, puisque après la rupture de l'échantillon il ne restait plus que deux cônes de matériau (figure 3.66). Nous rappelons que cela ne remet pas en cause nos résultats, puisque le même protocole d'essai est reconnu dans la littérature et il a été suivi pour chacun des échantillons. Notre principal objectif est de comparer les bétons de référence de l'Andra entre eux.



Fig. 3. 66 : Cône de rupture d'une éprouvette de CEM V après l'essai de compression uniaxiale



Fig. 3. 67 : Evolution des déformations dans le temps (1 éprouvette CEM V état sec) en compression uniaxiale

Lors de l'essai, les déformations sont enregistrées (figure 3.67), ainsi que la force appliquée par la presse. Les valeurs moyennes des jauges permettent de construire la courbe de comportement de l'échantillon comme le montre la figure 3.68 où est présentée l'évolution de la contrainte axiale appliquée en fonction des déformations axiale et radiale d'une éprouvette

du CEM V à l'état sec. Les contraintes et déformations en compression sont présentées en valeurs positives. L'annexe 7 regroupe toutes les courbes de comportement de l'étude, en compression uniaxiale sur cylindres.



Fig. 3. 68 : Courbe contrainte axiale en fonction des déformations axiale et radiale d'une éprouvette de CEM V (état sec) en compression uniaxiale avec cycles de charge/décharge

Le comportement du CEM V en compression uniaxiale est classique des comportements de bétons : après une phase élastique jusqu'environ 55 MPa (environ 70 % de la résistance au pic), le comportement du matériau devient non linéaire. On remarquera que cette non linéarité est plus prononcée sur les déformations radiales, ce qui traduit le fait que le comportement devient dilatant. Après la phase élastique, des microfissures se développent rapidement pour conduire à la ruine du matériau.

Les courbes charge/décharge faites dans la phase élastique présentent une hystérésis faible traduisant bien le fait que la viscosité du matériau est très faible à l'état sec. En effet, ces hystérésis sont caractéristiques d'une dissipation d'énergie dans le matériau. Ici, cette dissipation ne peut se faire que sous forme visqueuse. Lors de la décharge, une légère décharge élastique de la presse se produit dans l'échantillon, faisant augmenter la vitesse de déplacement de manière importante durant un faible instant. Cet effet, qu'il est difficile d'éviter sauf à avoir une rigidité de la machine la plus élevée possible, implique une variation de vitesse qui se traduit souvent par une hystérésis plus ou moins marquée en fonction de la teneur en eau des matériaux cimentaires. A titre de comparaison, la figure 3.69 présente la courbe de comportement du CEM V d'une éprouvette à l'état saturé et une à l'état sec.



Fig. 3. 69 : Courbe contrainte axiale en fonction des déformations axiale et radiale d'une éprouvette de CEM V en compression uniaxiale avec cycles de charge/décharge, à l'état saturé et sec

L'influence de la saturation en eau est visible sur les courbes de comportement : pour une même contrainte imposée, les déformations de l'éprouvette à l'état sec est supérieure à celle de l'état saturé. En outre, la phase élastique est identique pour les deux états de saturation, cependant les boucles d'hystérésis sont moins marquées à l'état saturé, confirmant que la part visqueuse de la phase solide est moins mise à contribution à l'état saturé. La résistance obtenue en compression uniaxiale à l'état saturé est supérieure (81 MPa) à celle de l'état sec (75 MPa). Le fluage des CSH et la microfissuration induits par la dessiccation peuvent expliquer la diminution de la résistance à l'état sec.

Par ailleurs, la compression uniaxiale a été réalisée sur les bétons CEM I et CEM V. La figure 3.70 suivante montre les courbes de comportement de chacun des matériaux à l'état sec (1 éprouvette par matériau).



Fig. 3. 70 : Courbe contrainte axiale en fonction des déformations axiale et radiale d'une éprouvette de CEM V et d'une éprouvette de CEM I (état sec) en compression uniaxiale avec cycles de charge/décharge

Les boucles d'hystérésis des CEM I et CEM V sont similaires, ce qui montre que les matériaux présentent la même déformation visqueuse en compression uniaxiale. Les phases élastiques des matériaux atteignent environ les mêmes amplitudes de contraintes (55 MPa), cependant la phase plastique du CEM I est plus importante que celle du CEM V. Ceci s'explique par la rigidité du CEM I plus importante que celle du CEM V et conduit à une résistance plus élevée pour le CEM I à l'état sec.

## b) <u>Compression uniaxiale sur prismes</u>

La compression uniaxiale a également été étudiée sur des prismes. Les échantillons sont testés après l'essai de traction par flexion sur prisme (4\*4\*16) cm<sup>3</sup>. Les prismes sont comprimés dans un bâti sollicitant une section de (4\*4) cm<sup>2</sup>. Au cours de l'essai, l'acquisition des données de la presse permet l'enregistrement de la force et du déplacement de la traverse, données utiles à la construction de la courbe d'effort-déplacement (figure 3.71). L'ensemble des courbes de comportement de compression sur prismes est présenté dans l'annexe 8. Notons que la vitesse de sollicitation utilisée est très importante, et celle-ci peut conduire à des effets dynamiques non négligeables et une rupture brutale des échantillons (figure 3.68), en particulier une augmentation de la résistance apparente du matériau [**Burlion 97**]. Encore une fois, nous nous intéressons ici à comprendre l'évolution du comportement mécanique du matériau en fonction de l'état de saturation : les comparaisons faites seront toujours objectives car les protocoles utilisés sont toujours les mêmes sur des matériaux matures.



Fig. 3. 71 : Rupture d'un prisme de CEM V après l'essai de compression uniaxiale



Fig. 3. 72 : Courbe effort-déplacement d'un prisme de CEM V (état sec) en compression uniaxiale

La figure 3.72 montre clairement un comportement non linéaire : ce comportement est dû principalement à la déformabilité du bâti utilisé pour ces mesures. A partir de cette courbe, nous pouvons déduire la résistance du matériau en fonction du degré de saturation.

## c) <u>Compression triaxiale sur cylindres</u>

La compression triaxiale sous faible confinement (5 MPa) a pour objet de faire évoluer le trajet de chargement des échantillons depuis la compression simple vers une sollicitation où

l'effet de microfissuration sera moindre, afin de mieux mettre en évidence l'effet de la pression capillaire sur le comportement des bétons. Par ailleurs, les sollicitations appliquées aux ouvrages de stockage seront souvent multiaxiales. Il convient donc d'avoir une idée précise de l'évolution des propriétés mécaniques des bétons sous ce type de sollicitation.

L'analyse de la compression triaxiale est effectuée sur des éprouvettes cylindriques de mêmes dimensions que celles de la compression uniaxiale. A la fin de l'essai, l'échantillon montre une macrofissure le traversant, comme l'illustre la figure 3.73. Ce type de fissuration est caractéristique du comportement triaxial des bétons **[Van Mier 84]**.



Fig. 3. 73 : Eprouvette de CEM V (état sec) après l'essai de compression triaxiale



Fig. 3. 74 : Evolution des déformations dans le temps (1 éprouvette CEM V état sec) en compression triaxiale

Tout comme en compression uniaxiale, les éprouvettes sont munies de jauges d'extensométrie qui permettent de suivre les déformations du matériau durant l'essai (figure 3.74). L'évolution de la moyenne des jauges longitudinales et transversales dans le temps permet de déterminer les déformations du matériau en fonction de la contrainte appliquée. L'annexe 9 rassemble toutes les courbes de comportement de la compression triaxiale à 5 MPa.



Fig. 3. 75 : Courbe de contrainte axiale en fonction des déformations axiale et radiale d'une éprouvette de CEM V (état sec) en compression triaxiale (5 MPa) avec cycles de charge/décharge

La figure 3.75 présente l'évolution de la contrainte axiale appliquée sur l'échantillon en fonction des déformations axiale et radiale, d'un béton CEM V à l'état sec. On constate que la pression de confinement augmente de manière significative la résistance au pic du matériau : elle passe de 75 en compression simple à 135 MPa. L'augmentation de la pression de confinement conduit à réduire les déformations latérales possibles de l'échantillon, ce qui rend la microfissuration du matériau plus difficile. La zone élastique du matériau s'étend au délà de 100 MPa. La zone de non linéarité est moins prononcée et la rupture est plus fragile. Encore une fois ce comportement est classique d'un comportement de BHP.

Comme en compression uniaxiale, les essais ont été éffectués en fonction de l'état de saturation des matériaux. La figure 3.76 présente le comportement du CEM V à l'état sec et saturé (1 éprouvette).



Fig. 3. 76 : Courbe contrainte axiale en fonction des déformations axiale et radiale d'une éprouvette de CEM V en compression triaxiale avec cycles de charge/décharge, à l'état saturé et sec

Les évolutions du CEM V aux états sec et saturé sont similaires durant la phase élastique et présentent les mêmes boucles d'hystérésis. La résistance à l'état sec, plus élevée qu'à l'état saturée, s'explique par l'effet de la pression capillaire, qui a induit une contraction interne de la matrice solide en son cœur et a permis ainsi d'augmenter la résistance.

Enfin, la compression triaxiale a été étudiée sur le CEM V et le CEM I, dont la figure 3.77 suivante montre leur comportement respectif (1 éprouvette à l'état sec pour chaque matériau)



Fig. 3. 77 : Courbe contrainte axiale en fonction des déformations axiale et radiale d'une éprouvette de CEM V et d'une éprouvette de CEM I (état sec) en compression triaxiale avec cycles de charge/décharge

Les évolutions du CEM I et du CEM V présentent la même phase élastique jusqu'à 100 MPa. Cependant les boucles d'hystérésis sont plus marquées dans le cas du CEM V, ce qui laisse supposer que ce matériau dissipe plus d'énergie que le CEM I en conditions de compression triaxiale à l'état sec. La résistance est reliée à la porosité, qui est plus importante pour le CEM V et conduit ainsi à une résistance plus élevée que celle du CEM I.

La figure 3.78 présente les courbes de comportement obtenues pour le CEM V à l'état sec, pour une éprouvette soumise à la compression uniaxiale et une autre en triaxiale.



Fig. 3. 78 : Courbe contrainte axiale en fonction des déformations axiale et radiale du CEM V (état sec) en compression uniaxiale ou triaxiale (1 éprouvette dans chaque cas)

Pour un même matériau, si l'on compare les essais en compression simple et en triaxiale, on note une augmentation à la fois de la résistance au pic et de l'importance des hystérésis (figures 3.77 et 3.78). Les cycles de charge/décharge apparaissent plus « développés » en compression triaxiale, les boucles d'hystérésis présentent une évolution plus importante dans le cas des essais triaxiaux. Le confinement imposé en compression triaxiale (5 MPa) a permis de retenir la propagation de la microfissuration, augmentant ainsi la résistance déviatorique et la raideur du matériau. On remarque d'ailleurs que la rupture de l'échantillon est différente dans le cas uniaxial ou triaxial. En compression uniaxiale, la propagation de la microfissuration est un effet désavantageux qui accélère la rupture. Les différences d'hystérésis entre les deux cas sont également attribuées au confinement du matériau durant l'essai triaxial. Excepté pour l'état sec, la mise en charge du matériau met en pression son liquide interstitiel dans le réseau poreux et inversement lors de la décharge, le fluide se « relache » en se répartissant dans la porosité. Ainsi, plus le liquide est visqueux, plus ces mouvements sont lents et plus la boucle d'hystérésis entre la charge et la décharge est marquée. En compression triaxiale, cet effet de mise en pression du liquide interstitiel est accentué par le confinement, par rapport au cas uniaxial.

Dans ce qui suit, l'analyse du comportement à court terme en compression renvoie donc aux essais uniaxiaux réalisés sur des éprouvettes cylindriques et des prismes. De plus, une comparaison entre le chargement uniaxial et triaxial est présentée. Enfin, les évolutions des coefficients élastiques en fonction de l'état de saturation sont également étudiées.
# III.1.1.1 Evolution de la résistance uniaxiale en fonction de la forme des échantillons

Les essais de compression uniaxiale ont été effectués sur des cylindres de diamètre égal à 37,5 mm et d'élancement de 2, mais également sur des prismes. Pour mémoire, les détails des protocoles d'essais sont présentés dans la Partie 2, aux paragraphes IV.2 et IV.3. Notons tout de suite que la littérature, ainsi que la norme utilisée pour les essais de compression simple, **[norme EN 196-1]** indiquent que les résistances obtenues sur éprouvettes cubiques sont systématiquement supérieures à celles obtenues sur cylindres (d'environ 20%), à cause du faible élancement des cubes par rapport aux échantillons cylindriques. Ce faible élancement induit une zone influencée par le frettage dans la quasi-totalité de l'éprouvette, ce qui augmente artificiellement les résistances. En revanche, pour des cylindres d'élancement 2, la zone centrale est sollicitée uniquement en compression uniaxiale, ce qui rend la valeur de résistance mesurée plus en accord avec la valeur réelle. Les essais de compression présentés dans la suite ont donc été menés suivant le même protocole, pour des échantillons matures, dont seul le degré de saturation en eau évolue depuis l'état saturé jusque l'état sec à 60°C.

Les figures 3.79 et 3.80 représentent les évolutions des résistances uniaxiales en fonction de l'état de saturation et du type d'échantillons, respectivement pour le CEM I et le CEM V. Ces valeurs sont issues de l'analyse de l'ensemble des résultats obtenus sur chaque matériau en compression uniaxiale.



#### a) Effet de la désaturation sur le béton CEM I :

Fig. 3. 79 : Variations de la résistance en compression uniaxiale du CEM I en fonction de l'état de saturation et du type d'échantillon

Tout d'abord, nous constatons que la résistance, obtenue sur nos échantillons cylindriques à l'état sec, est équivalente à la valeur de référence à trois mois, connue avant l'étude et

présentée dans le tableau 2.2 de la Partie 2 (65 MPa). Ceci nous conforte sur l'hypothèse de la stabilisation de la microstructure après six mois de maturation sous eau. Comme attendu, les résistances obtenues sur prismes sont supérieures à celles des cylindres, d'environ 19% à l'état sec et de 16% à l'état saturé.

En ce qui concerne l'évolution de la résistance en fonction de l'état de saturation, de manière générale, la dessiccation améliore notablement la résistance du CEM I. Nous constatons que les évolutions des résistances des deux formes d'échantillons présentent environ la même augmentation (10% et 14%) entre l'état saturé et l'état sec. Cette augmentation est attribuée à l'état de précontrainte de la matrice cimentaire qui augmente avec la variation de pression capillaire, causée par le séchage du matériau. L'effet de la pression capillaire pourrait certainement être amplifié si les microfissurations d'origine hydrique étaient contenues. Un effet compétitif se crée alors : d'une part la pression capillaire conduit à une amélioration des performances mécaniques du CEM I ; d'autre part, la microfissuration induite par les effets structuraux et locaux conduit à une détérioration de ces performances. Notons enfin que les essais sur échantillons saturés conduisent à un couplage hydro-mécanique. En effet, le fluide interstitiel est mis en compression, ce qui conduit à une déformation latérale plus importante, amenant la rupture du matériau.





Fig. 3. 80 : Variations de la résistance en compression uniaxiale du CEM V en fonction de l'état de saturation et du type d'échantillon

La figure 3.80 présente l'évolution de la résistance en compression uniaxiale du CEM V en fonction de l'état de saturation. En comparaison à la valeur de référence à trois mois (tableau 2.2 de la Partie 2 : 68,3 MPa), la résistance du CEM V obtenue à l'état sec ou à l'état saturé sur nos cylindres est supérieure. Du fait d'une maturation plus longue, et des ajouts qui favorisent la réaction pouzzolanique, la microstructure de nos échantillons est donc plus

compacte que celles des échantillons âgés de trois mois, conduisant à des résistances plus fortes.

Les résistances des éprouvettes cylindriques sont légèrement supérieures à celles des prismes (à l'état saturé, la résistance des cylindres est supérieure à celle des prismes de 2% et la tendance s'inverse à l'état sec où la résistance des prismes est supérieure à celle des cylindres de 5%). Bien que l'évolution semble globalement inchangée, elle présente une très faible diminution (-2%) avec les éprouvettes cylindriques, entre l'état saturé et l'état sec. Une des causes possibles est l'apparition de microfissuration, causée par le conditionnement du matériau en séchage (dessiccation contrôlée pour l'état Sw=0,8 et séchage jusqu'à poids constant à l'état sec). En comparaison avec le CEM I, les phénomènes physiques sont les mêmes (compétition entre microfissuration et pression capillaire), en revanche, la matrice cimentaire du CEM V est plus sensible à la microfissuration induite par la dessiccation (paragraphe II.3) : quand celle-ci reste faible pour des saturations supérieure à 0,7, la pression capillaire joue effectivement son rôle bénéfique. Au dessous de cette valeur, la pression capillaire ne compense plus l'effet de microfissuration, ce qui tend à réduire la résistance. Ce type de résultats a été déjà mis en évidence sur des mortiers normaux ayant des E/C différents [Yurtdas 04] : le matériau ayant le plus fort E/C, c'est-à-dire la matrice la plus faible en traction, présente d'abord une augmentation de la résistance avec la désaturation puis une diminution ensuite ; le matériau ayant le plus faible E/C présente une croissance monotone de la résistance avec le séchage. Une seconde hypothèse peut également être avancée : le fluage des CSH, induit également par la dessiccation, peut amener un réarrangement de la microstructure qui affecte la résistance et conduit à la diminution de la résistance avec la dessiccation. Il est difficile à l'heure actuelle de quantifier l'un ou l'autre de ces effets de la dessiccation endommageant la résistance.

### **III.1.1.2** Evolution des résistances uniaxiales et déviatoriques

Afin de statuer sur l'effet de l'un ou l'autre des processus concomitants au séchage (effet de la pression capillaire ou microfissuration), des essais de compression triaxiale à faible confinement ont été réalisés ( $P_{conf}=5$  MPa). Ce confinement aura tendance à contenir l'effet de la microfissuration, si celui-ci est prépondérant. Par ailleurs, cette sollicitation permet de confirmer le rôle actif de la pression capillaire. Pour rappel, les conditions d'essais sont résumées dans le tableau 3.6 et les courbes de comportement sont présentées figure 3.78. Les protocoles complets de compression uniaxiale et triaxiale sur cylindres sont donnés dans les paragraphes IV.2 et IV.4 de la Partie 2.

La comparaison des résistances uniaxiales et déviatoriques sont présentées de deux façons distinctes. Tout d'abord, nous estimons l'influence du type de chargement, ensuite, l'influence des paramètres de composition est étudiée.

### **III.1.1.2.1** Influence du type de chargement

Les figures 3.81 et 3.82 présentent les évolutions des résistances en compression uniaxiale (notation CS) et triaxiale (notation CT) des matériaux en fonction de l'état de saturation respectivement pour le CEMI et le CEMV.

a) Effet de la désaturation sur le béton CEM I :



Fig. 3. 81 : Variations des résistances en compression uniaxiale et déviatorique (5 MPa) du CEM I en fonction de l'état de saturation

Les évolutions des résistances déviatoriques et uniaxiales du CEM I, présentées figure 3.81, sont, de manière générale améliorées par la dessiccation. Cependant, nous constatons que l'écart entre l'état saturé et l'état sec est plus important en compression triaxiale, par rapport au cas uniaxial. Comme attendu, le confinement imposé en compression triaxiale a empêché la propagation de la microfissuration, amenant un gain de résistance supérieur à celui obtenu en compression uniaxiale. Notons que ce type de comportement est modélisable au moyen d'un modèle poroplastique couplé à l'endommagement [Burlion 05 ; Chen 07].

b) Effet de la désaturation sur le béton CEM V :



Fig. 3. 82 : Variations des résistances en compression uniaxiale et déviatorique (5 MPa) du CEM V en fonction de l'état de saturation

Les évolutions des résistances du CEM V, présentées figure 3.82, sont différentes selon le type de chargement. La très faible diminution, entre l'état saturé et l'état sec en compression simple (-2%), semble montrer qu'il y a compensation entre l'effet de la pression capillaire et l'effet de microfissuration sur les résistances mécaniques uniaxiales de ce type de matériaux. Cependant, en compression triaxiale, l'augmentation de la résistance de 8 %, entre l'état sec et l'état saturé met en évidence l'influence de la pression capillaire : à l'état sec, son effet est important car la vidange des pores a atteint la microporosité, très importante dans ce matériau. La diminution de 24 % lors du début de la désaturation (Sw=0,8) est différent par rapport à l'ensemble des autres évolutions, et peut être attribuée à plusieurs phénomènes : une fissuration importante des échantillons en cours de dessiccation, une variabilité importante des résistances des échantillons, une résistance surestimée à l'état saturé. Il convient donc de prendre avec précautions cette évolution qui n'est pas en accord avec le reste de l'étude ni avec la littérature.

#### III.1.1.2.2 Influence des paramètres de composition

La figure 3.83 présente les évolutions des résistances des matériaux en compression uniaxiale en fonction du degré de saturation et la figure 3.84 montre ces mêmes évolutions, mais normalisées par rapport à la résistance moyenne à l'état saturé, ce qui permet de positionner graphiquement les matériaux en termes de gain/perte de résistance avec la dessiccation.

a) <u>Compression uniaxiale :</u>



Fig. 3. 83 : Variations des résistances en compression uniaxiale du CEM V et du CEM I en fonction de l'état de saturation



Fig. 3. 84 : Variations des résistances relatives en compression uniaxiale du CEM V et du CEM I en fonction de l'état de saturation

Bien que le CEM V soit globalement plus résistant que le CEM I (figure 3.83), la dessiccation apparaît plus bénéfique pour le CEM I (figure 3.84). Nous avons vu, au paragraphe II.2, que le CEM V est plus sensible au séchage, en termes de retrait de dessiccation. Le CEM I, malgré une résistance plus faible, bénéficie de l'influence de la pression capillaire avec la dessiccation du matériau, avec un risque de microfissuration qui semble plus faible, une

perméabilité plus forte et des déformations différées également plus faibles. Le CEM V semble lui plus insensible aux effets de la dessiccation en terme de résistance, il possède une perméabilité plus faible mais présente des déformations différées plus importantes. La microfissuration développée et/ou le fluage des CSH, induits par la dessiccation, conduisent à un plus faible gain de résistance avec la dessiccation pour le CEM V.

#### b) <u>Compression triaxiale :</u>

La même analyse est effectuée en compression triaxiale à l'aide des figures 3.85 et 3.86, illustrant l'évolution des résistances déviatoriques du CEM I et du CEMV en fonction de la saturation en eau, respectivement absolues et relatives aux résistances à l'état saturé.



Fig. 3. 85 : Variations des résistances en compression triaxiale (5 MPa) du CEM V et du CEM I en fonction de l'état de saturation



Fig. 3. 86 : Variations des résistances relatives en compression triaxiale du CEM V et du CEM I en fonction de l'état de saturation

De manière identique à la compression uniaxiale, les gains de résistance déviatoriques, induits par la dessiccation des matériaux, sont plus élevés pour le CEM I et cela malgré une valeur de résistance à l'état saturé plus faible que celle du CEM V. L'effet de la pression capillaire, conduisant à une précontrainte interne du matériau, est plus significatif dans la microstructure du CEM I, à cause de sa distribution de pores plus étendue. De plus, pour les mêmes conditions de dessiccation, la microfissuration, induite par les effets locaux et de structures, est moins développées dans le CEM I, ce qui améliore encore le gain de résistance avec la dessiccation, en comparaison au CEM V.

#### **III.1.1.3** Evolution des coefficients élastiques

L'étude de l'évolution des coefficients élastiques est effectuée selon le type de chargement (uniaxial ou déviatorique). Une comparaison entre les matériaux est également réalisée. Encore une fois, la compétition des effets de dessiccation va induire une variation des propriétés élastiques, et donc nous donner des informations complémentaires par rapport aux évolutions de résistances. La figure 3.87 montre un zoom de la courbe de comportement d'une éprouvette de CEM V à l'état sec en compression triaxiale (zoom de la figure 3.75). La détermination des coefficients élastiques s'effectue pour chacun des cycles grâce à la pente de la droite passant par les points d'intersection du cycle considérée.



Fig. 3. 87 : Zoom de la courbe de comportement d'une éprouvette de CEM V (état sec) en compression triaxiale (5 MPa) pour la détermination des coefficients élastiques

La méthode, schématisée figure 3.87, permet d'estimer les pentes des droites du dernier cycle de chargement (noté i). Ainsi, la pente des déformations longitudinales du cycle i donne le module de Young E; le coefficient de Poisson se calcule par l'équation (27) à l'aide des pentes des déformations longitudinales et transversales du même cycle. L'évolution des coefficients élastiques avec l'état de saturation est effectuée sur les valeurs initiales ( $E_0$  et  $v_0$ ) du premier cycle de charge/décharge considéré (figure 3.87, contrainte allant de 10 MPa à 20 MPa). Notons qu'un cycle initial, dont la contrainte atteinte est de 10 MPa, est répété 3 fois selon les recommandations du LCPC pour une bonne mise en place du matériau [**Boulay 99**; **Toutlemonde 99**; **Torrenti 99**]. Le cycle considéré alors pour le calcul de  $E_0$  et  $v_0$  est le cycle suivant à ces trois cycles. L'analyse de l'évolution de ces paramètres élastiques en fonction de l'état de saturation est présentée selon le type de chargement pour comparer les matériaux sous mêmes conditions.

a) <u>Compression uniaxiale</u>

Les figures 3.88 et 3.89 présentent les évolutions du module de Young initial  $E_0$  et du coefficient de Poisson initial  $v_0$  des matériaux soumis à la compression uniaxiale, en fonction de l'état de saturation.



Fig. 3. 88 : Variations des modules de Young initiaux  $E_0$  du CEM V et CEM I obtenus en compression uniaxiale en fonction de l'état de saturation

Tout d'abord, les résultats aux états saturés et secs rejoignent les mesures du module d'incompressibilité présentées dans le paragraphe I.3 : le CEM V apparait plus souple que le CEM I, ce qui le conduit en particulier à avoir des déformations de retrait plus importantes que le CEM I. Les évolutions du module de Young du CEM I et du CEM V se décomposent en deux parties : depuis l'état saturé, les modules restent quasiment constants jusqu'aux états de saturation intermédiaires testés (Sw = 0.6 pour le CEM I et Sw = 0.8 pour le CEM V), suivie d'une diminution jusqu'à la valeur de  $E_0$  à l'état sec. Ces deux parties illustrent encore une fois la compétition existante entre les effets de la dessiccation (pression capillaire et microfissuration). Tant que l'augmentation de la pression capillaire compense l'augmentation de la microfissuration, son module ne s'en trouve pas affecté. En revanche, une fois que la microfissuration, induite par les gradients hydriques et l'effet des inclusions rigides, devient trop importante, la raideur du matériau diminue de plus de 20 %. Les baisses des matériaux sont équivalentes, cependant le CEM V présente toujours des modules de Young inférieurs à ceux du CEM I. Ceci confirme encore une fois que la dessiccation l'affecte plus, par rapport au CEM I. La microfissuration doit donc être plus importante dans la microstructure du CEM V, malgré une valeur de résistance plus forte.



Fig. 3. 89 : Variations des coefficients de Poisson initiaux  $v_0$  du CEM V et CEM I obtenus en compression uniaxiale en fonction de l'état de saturation

De manière générale, la dessiccation des matériaux conduit à une diminution du coefficient de Poisson initial des matériaux (figure 3.89). Une chute est observée entre les états saturé et sec : de 16% pour le CEM V et 20% pour le CEM I. La microfissuration, développée par l'effet structurel des gradients hydriques, affecte ce paramètre dès le début du séchage, en comparaison au module de Young qui se maintient constant sur une gamme de saturations élevées, avant de diminuer aux plus faibles valeurs de saturation.

#### b) <u>Compression triaxiale</u>

Les variations du module de Young initial et du coefficient de Poisson initial des matériaux soumis à une compression déviatorique, en fonction de l'état de saturation sont présentées respectivement figures 3.90 et 3.91. Il faut avant tout noter que certains états de saturation ne sont pas représentés, à cause d'un défaut de capteurs.



Fig. 3. 90 : Variations du module de Young initial E<sub>0</sub> du CEM V et CEM I obtenu en compression déviatorique (5 MPa) en fonction de l'état de saturation

Les variations du module de Young en fonction de l'état de saturation diffèrent de l'évolution constatée en compression uniaxiale. Les valeurs obtenues à l'état saturé et à l'état sec sont équivalentes pour le CEM I et présentent une augmentation de 9% pour le CEM V. De plus, un gain de raideur est noté pour les deux matériaux aux saturations intermédiaires (+14% pour le CEM I à Sw~0,6 et +45% pour le CEM V à Sw~0,8). De manière analogue aux évolutions de résistance, le confinement empêche la microfissuration d'origine hydrique d'avoir un effet significatif lors d'une désaturation relativement légère (HR<70%) : il s'ensuit la mise en avant de l'éffet de pression capillaire, qui par son rôle de précontrainte interne du matériau, le rend plus raide. Une fois que la dessiccation est suffisamment intense, pour qu'une microfissuration importante se soit développée, les propriétés élastiques des matériaux chutent de nouveau. Seule une modélisation, où sont couplés l'effet de la pression capillaire et celui de l'endommagement, sera capable de décrire ces évolutions.



Fig. 3. 91 : Variations du coefficient de Poisson initial  $v_0$  du CEM V et CEM I obtenu en compression déviatorique (5 MPa) en fonction de l'état de saturation

Tout comme en compression uniaxiale, la dessiccation affecte le coefficient de Poisson initial (figure 3.91). La diminution est de 14% pour le CEM I entre l'état Sw=0,6 et l'état sec. Une fois encore, la microfissuration induite par le séchage est la cause de cette diminution. Pour le CEM V, la dispersion trop importante des coefficients obtenus à l'état sec ne permet pas de dégager une tendance.

#### **III.1.2** Sous sollicitation de traction

De manière complémentaire aux essais menés en compression, le couplage hydro-mécanique a été étudié sous sollicitation de traction. Ainsi, des essais de traction par fendage et de traction par flexion sont effectués en fonction de l'état de saturation. Ces deux essais sont de fait des essais de traction indirecte. L'essai de traction directe, très difficile à réaliser en pratique du fait de la fragilité des bétons en traction, n'a pas été entrepris. L'essai de traction et compression. Il est donc possible de solliciter le béton en compression pour induire un état de traction : lors de l'essai de fendage, l'état de traction est au centre de l'échantillon tandis que pour l'essai de flexion 3 points, la sollicitation de traction est maximale sur le bord inférieur de l'éprouvette. L'influence respective de la pression capillaire devrait être encore une fois mise en évidence en comparant les résultats donnés par ces essais sur des bétons en cours de désaturation. Les protocoles des essais de traction sont développés dans la Partie 2 aux paragraphes IV.2.4 et IV.2.5. Le résumé des conditions d'essais est donné dans le tableau 3.6 et le bilan des essais de traction par flexion.

a) <u>Traction par fendage</u>

L'essai de traction par fendage est effectué sur des cylindres, de 37,5 mm de diamètre et de hauteur égale 75 mm, placés diamétralement entre deux bandes en bois, au centre de la presse, dont la vitesse utilisée est de 200 N/s **[norme NF EN 12390-6]**. On notera que la vitesse de sollicitation est élevée, conduisant sans doute à des effets dynamiques. La figure 3.92 montre l'éprouvette après rupture, à la fin de l'essai de traction par fendage : la courbe effort-déplacement obtenue avec ce type d'essai est donnée par la figure 3.93 (annexe 10).



Fig. 3. 92 : Rupture d'une éprouvette de CEM V (état saturé) après l'essai de traction par fendage



Fig. 3. 93 : Courbe effort-déplacement d'une éprouvette de CEM V (état sec) en traction par fendage

Les résistances obtenues ont toutes des valeurs *supérieures à 6 MPa*, ce qui est supérieur aux valeurs antérieures à notre étude et qui sont reportées dans le tableau 2.2 de la Partie 2. De plus, les échantillons présentaient parfois trois morceaux après rupture, au lieu de deux. Nous pensons alors que ces essais de traction par fendage ont été fortement influencés par la vitesse de sollicitation choisie. Il se peut également que les bandes en bois n'étaient pas aux bonnes dimensions (b= 9 mm; d= 3 mm) pour des échantillons de diamètre égale à 37,5 mm et de hauteur de 75 mm. Cependant, puisque le même protocole fut suivi pour tous les échantillons, la comparaison en fonction de l'état de saturation est possible.

#### b) <u>Traction par flexion</u>

La traction par flexion est effectué sur des prismes (4\*4\*16) cm<sup>3</sup>, placés dans un bâti de flexion. La presse, évoluant à une vitesse de 10 N/s **[norme NF EN 12390-5]**, exerce un effort sur la face supérieure des échantillons. La rupture s'initie en face inférieure simplement posés sur deux appuis. La figure 3.94 illustre un échantillon de CEM V après rupture et la courbe effort-déplacement est présentée figure 3.95 (annexe 11). L'idée est de créer un moment dans la poutre, donc de solliciter la fibre inférieure en traction, la fibre supérieure étant comprimée. Les conditions aux limites utilisées sont de type appuis à rouleaux aux extrémités de la poutre, pour laisser libre son raccourcissement au cours de l'application de l'effort. Le problème de ces essais est que la contrainte de traction n'est pas homogène dans le corps d'épreuve, à l'image de l'essai de fendage, d'où une interprétation délicate des résultats obtenus **[Sao 88]**. Toutefois, il est possible de déterminer la loi de comportement en traction du béton par analyse inverse, en flexion trois points, du fait de la simplicité de la répartition des contraintes normales dans la section médiane de la poutre.



Fig. 3. 94 : Faciès de rupture d'un prisme de CEM V (état Sw=0,8) après l'essai de traction par flexion



Fig. 3. 95 : Courbe effort-déplacement d'un prisme de CEM V (état sec) en traction par flexion

L'analyse qui suit concerne tout d'abord les différents matériaux sous un même chargement puis une comparaison des évolutions de chacun des matériaux en fonction du chargement est présentée.

#### **III.1.2.1** Résultats obtenus en traction par fendage

La figure 3.96 présente l'évolution des résistances des matériaux obtenues en traction par fendage selon l'état de saturation du matériau. On constate une nouvelle fois que la dessiccation améliore plutôt les résistances du CEM I en comparaison avec le CEM V, qui ne présente qu'une légère augmentation. Le gain de résistance entre l'état sec et saturé du CEM I représente 38%. Ces résultats mettent en évidence l'effet de la pression capillaire. La rupture démarrant au cœur de l'échantillon, l'augmentation de pression capillaire avec la dessiccation est avantageuse pour la résistance en traction par fendage, puisque cela implique une précontrainte du cœur de l'échantillon qui s'oppose aux contraintes de traction. Les évolutions de résistances montrent que le fluage à l'échelle des CSH et que la microfissuration, causée par les gradients hydriques et les inclusions rigides que sont les granulats, sont plus développés dans la microstructure du CEM V, conduisant ainsi à un plus faible gain de résistance, en comparaison au CEM I. La possibilité que le fluage des CSH soit plus important dans la microstructure du CEM V provient de la réaction pouzzolanique des additions du ciment CEM V/A et qui donne plus de CSH dans la microstructure du CEM V en comparaison au CEM I. La plus grande sensibilité du CEM V à la microfissuration est due à la plus grande souplesse de sa matrice cimentaire en comparaison à celle du CEM I, même si les données macroscopiques obtenues ne font pas état d'un fort écart entre les deux matériaux. Globalement et à l'image de la compression uniaxiale, il est possible de statuer que le CEM I voit sa résistance en traction augmenter avec la désaturation, tandis que le CEM V y est moins sensible.



Fig. 3. 96 : Variations de la résistance en traction du CEM V et du CEM I en fonction de l'état de saturation en traction par fendage

#### **III.1.2.2** Résultats obtenus en traction par flexion

La figure 3.97 présente l'évolution des résistances des matériaux obtenues en traction par flexion sur des prismes en fonction de l'état de saturation. Rappelons ici que la valeur de la contrainte maximale est calculée conformément à la norme **[norme NF EN 12390-5]**. Les résistances en traction par flexion sont, de manière générale, affectées par la dessiccation. Le fluage à l'échelle des CSH et la microfissuration, induite par les gradients hydriques et les effets locaux, sont donc les moteurs du processus de rupture du matériau dans ce cas. Ainsi, le CEM V, plus sensible à ces phénomènes que le CEM I, à cause de sa microstructure plus fine et de sa matrice solide plus souple, présente une évolution de résistance dont la chute est importante avec la dessiccation (*-18%, puis -27%* par rapport à l'état saturé). Quant au CEM I, bien que la dessiccation affecte l'évolution de sa résistance, la diminution, entre l'état saturé et sec, est plus faible que le CEM V et présente même un gain de 6% aux états de saturation intermédiaires. Cela prouve une nouvelle fois, que ce matériau développe moins de microfissuration et de fluage lors de son séchage.



Fig. 3. 97 : Variations de la résistance en traction du CEM V et du CEM I en fonction de l'état de saturation en traction par flexion

#### III.1.2.3 Analyse/interprétation des résultats obtenus en traction

Nous avons vu dans les paragraphes précédents qu'en fonction du type de chargement imposé, la rupture en traction est pilotée par trois phénomènes distincts et intimement liés au processus de dessiccation :

- l'influence de la pression capillaire qui tend à améliorer les performances des matériaux cimentaires ;
- la microfissuration induite par le séchage, qui endommage le matériau ;
- le fluage à l'échelle des CSH induit par la dessiccation, qui affecte la microstructure du matériau.

Dans le cas de l'estimation des résistances en traction par fendage de l'échantillon, les résistances augmentent au cours de la dessiccation, tandis que lors des essais de traction par flexion, les résistances décroissent. Cela est dû principalement à la répartition des contraintes développées dans les échantillons durant les essais, leurs orientations et leurs intensités à échelle microstructurale et leurs interactions avec l'état de microfissuration et l'effet de la pression capillaire. Ceci est particulièrement illustré figure 3.98. Lors de l'essai de traction par fendage, la répartition des contraintes (haut de la figure 3.98) est relativement binaire : les bords de l'échantillon au droit de l'axe de sollicitation, sont comprimés. En parcourant l'échantillon vers son cœur, on constate que la répartition de contraintes conduit à une mise en traction quasi-uniforme du cœur de l'échantillon. Parallèlement, l'état de microfissuration sera principalement caractérisé par de la fissuration qui va croître depuis la surface, vers le cœur de l'échantillon [**Bisshop 02**]. De fait la compression va conduire à une refermeture des fissures surfaciques, tandis que l'effet de pression capillaire va conduire à précontraindre le cœur sain, sollicité lui en traction. Un effet positif de la dessiccation est alors constaté sur l'évolution des résistances (figures 3.96 et 3.97), même si cet effet se traduit

macroscopiquement par une faible variation de résistance du CEM V, certainement influencée par le fluage à l'échelle des CSH.



Fig. 3. 98 : Illustration de la répartition des contraintes dans l'éprouvette pendant les essais de traction

Lors d'un essai de traction par flexion, au contraire de l'essai brésilien, la sollicitation de traction maximale se situe en fibre inférieure de l'échantillon (Fig. 3.98 en bas), et va donc conduire à solliciter au maximum une partie du matériau sévèrement microfissuré par le processus de dessiccation. On constate donc une prédominance du processus de la microfissuration sur le processus de rupture, et donc une décroissance de la résistance en traction par flexion (figure 3.97)

Les figures 3.99 et 3.100 montrent les résistances relatives de traction par fendage et traction par flexion, respectivement pour le CEM I et le CEM V. Ces résistances sont normalisées par rapport à la résistance moyenne à l'état saturé. Ces courbes traduisent ce qui a été dit plus haut, et montrent l'importance relative des deux processus principaux sur l'évolution des résistances des matériaux.



Fig. 3. 99 : Variations de la résistance en traction du CEM I en fonction de l'état de saturation et du type de chargement imposé



Fig. 3. 100 : Variations de la résistance en traction du CEM V en fonction de l'état de saturation et du type de chargement imposé

#### **III.2** Comportement à long terme : le fluage de dessiccation

Après avoir examiné l'effet des contraintes mécaniques sur le comportement des bétons CEM I et CEM V en statique, il convient également de s'intéresser au comportement sous contrainte constante. Les essais de fluage sont effectués sur les trois matériaux de l'étude avec des échantillons cylindriques de diamètre égal à 37,5 mm et de 120 mm de hauteur. Le fluage propre est mesuré sur deux éprouvettes (par matériaux) protégées de la dessiccation par trois couches d'aluminium autocollant, tandis que le fluage de dessiccation est estimé à partir de deux échantillons soumis au séchage. La contrainte imposée est de 30 MPa, correspondant à environ la moitié de la contrainte de rupture moyenne des matériaux. Le détail du protocole est présenté au paragraphe IV.3 de la Partie 2. Rappelons que les essais se font en ambiance contrôlée à  $20^{\circ}C$  et 40 % d'humidité relative.

Classiquement, l'analyse du fluage est en partie basée sur l'hypothèse de découplage des déformations de retrait et de fluage, autorisant ainsi la soustraction du retrait correspondant au fluage concerné. Compte-tenu de ce que nous avons montré précédemment, ce découplage peut être remis en question et nous ne présenterons ici que les valeurs « brutes » obtenues sous sollicitation de fluage, à savoir le fluage propre et le fluage total.



Fig. 3. 101 : Déformations de fluage en conditions endogènes et de dessiccation (HR=40%) des matériaux

La figure 3.101 présente l'évolution des déformations de fluage pour les trois matériaux en fonctions du temps. Les déformations de fluage propre sont notée « en conditions endogènes » et les déformations de fluage de dessiccation « en conditions de dessiccation ». Notons que pour le fluage propre du CEM V\* après 300 jours, une dessiccation additionnelle a certainement eu lieu (changement notoire de régime dans les déformations). Par conséquent, nous ne considérons que les mesures de fluage propre du CEM V\* qu'avant 300 jours.

a) Evolution des déformations de fluage propre

Le fluage propre se différentie par un comportement distinct à court terme et à long terme. Le fluage propre à court terme dure moins de 25 jours. La comparaison des matériaux sous fluage propre à court terme montre que les bétons à base de ciment CEM V/A fluent environ deux fois moins que le CEM I. La microstructure des CEM I, présentant une proportion plus importante de pores capillaires et ayant une perméabilité supérieure au CEM V, favorise le transport d'eau et autorise des déformations immédiates en rapport avec le volume poreux disponible (agissant, mécaniquement parlant, comme un degré de liberté dans la matrice), sous l'effet de l'humidité relative imposée. A long terme, les déformations de fluage propre du CEM I sont toujours supérieures à celles des bétons à base de CEM V/A. Cette répartition a déjà été rapportée par G. Camps **[Camps 08]**.

#### b) Evolution des déformations de fluage de dessiccation

Les résultats de fluage de dessiccation, que l'on peut déduire des déformations de fluage total présentées figure 3.101, mettent en évidence l'effet Pickett. Les déformations de fluage de dessiccation sont supérieures à la somme du fluage propre et du retrait de dessiccation. Durant la dessiccation, des déformations, dont l'origine n'est pas encore complètement comprise aujourd'hui, se surajoutent aux déformations de fluage propre et de retrait. La pression capillaire étant en augmentation au sein du matériau, la valeur de la contrainte locale appliquée sur les CSH est bien plus importante que la contrainte macroscopique, induisant un surplus de fluage ; la fissuration générée par la dessiccation implique que la surface résistante de l'échantillon décroit au cours de la dessiccation. La contrainte dans la microstructure du matériau est donc en augmentation, d'où une accentuation des déformations de fluage de dessiccation. D'autres explications sont répertoriées dans la littérature [Ulm 01, Pijaudier-Cabot 05, Tanabe 08] mais les deux précédentes sont les plus en accord avec les constatations expérimentales faites dans les précédents paragraphes. Il est encore difficile de trancher aujourd'hui sur l'un ou l'autre des phénomènes. Une analyse inverse, basée sur un modèle poromécanique couplant visco-élasticité, viso-plasticité et endommagement permettrait sans doute de mieux comprendre les résultats expérimentaux.

L'analyse du fluage total (ou de dessiccation) peut se partager en deux parties et les résultats sont concordants avec ceux obtenus en retrait de dessiccation en température, que ce soit en considérant la valeur maximale ou la cinétique. La première partie s'effectue sur une durée inférieure à 100 jours et se caractérise par une cinétique de fluage plus rapide pour le CEM I. La seconde partie de fluage de dessiccation couvre une période supérieure à 100 jours et se distingue par la stabilisation des déformations du CEM I, en comparaison avec la poursuite du fluage des bétons CEM V. Le CEM I est un matériau qui aura un fluage de dessiccation ayant une cinétique élevée, du fait de sa porosité dont la taille est plus importante que celle des deformations de fluage ralentissent. Par contre, le CEM V et le CEM V\* se désaturent plus lentement, mais finissent par dépasser celles du CEM I du fait d'une « déformabilité » plus importante en relation avec les quantités respectives de CSH dans les différents matériaux.

### III.3 Conclusions du couplage hydro-mécanique

Les essais mécaniques réalisés en fonction de la saturation ont permis d'analyser les effets de la dessiccation, sous diverses sollicitations à court et à long terme. La dépression capillaire amène une compression interne du matériau dont la conséquence est une augmentation des résistances mécaniques. Cependant, la dessiccation induit également un fluage des CSH et de la microfissuration causée par la non-uniformité des gradients hydriques, qui règnent dans le

matériau. La prépondérance d'un mécanisme par rapport à l'autre est dépendante de l'état de saturation, du type de chargement, ainsi que de la microstructure du matériau.

L'analyse de la compression a mis en exergue un endommagement hydrique, qui conditionne la rupture du matériau.

- La résistance du CEM I est améliorée par la dessiccation : l'effet de la pression capillaire est dominant sous chargement uniaxial et triaxial. Cependant, l'analyse des coefficients élastiques a montré que la microfissuration induite par le séchage : la diminution des modules de Young et coefficients de Poisson initiaux à l'état sec par rapport à l'état saturé en est révélatrice.
- Le CEM V présente une variation de résistance en fonction de la saturation plus mesurée : en fonction du type de chargement, la tendance est différente. La microfissuration et le fluage des CSH, dus au séchage du matériau, se sont rapidement développés, ce qui affecte la résistance. Les coefficients élastiques initiaux ont d'ailleurs confirmé l'accentuation de la microfissuration et du fluage des CSH avec la diminution de la saturation. Le rôle de la pression capillaire est moindre dans ce matériau.
- La comparaison des évolutions de résistances des matériaux pour un même chargement montre que la dessiccation joue donc un rôle positif pour le CEM I. A saturation fixée, la matrice cimentaire du CEM I, plus rigide et moins endommagée par la dessiccation que celle du CEM V, se déforme moins sous chargement mécanique.

Les deux essais de traction (fendage et flexion) effectués en fonction de l'état de saturation des matériaux ont mis en évidence l'effet de compétition existant entre la dépression capillaire, la microfissuration de séchage et le fluage des CSH.

- En traction par fendage, la dépression capillaire induit une contraction du cœur de l'échantillon. Ainsi, avec la diminution de la saturation, la précontrainte locale amène une augmentation de résistance.
- Le profil de contraintes induit par la traction par flexion conduit à une rupture par traction aux bords de l'échantillon. La microfissuration de séchage, précurseur de celle initiée mécaniquement, va donc faciliter la propagation des fissures, ce qui accélère la rupture. La résistance en traction par flexion diminue donc avec la désaturation.
- Les évolutions de matériaux sous un même type de chargement montrent une nouvelle fois que la microfissuration de séchage et le fluage des CSH sont plus développés dans la microstructure du CEM V, plus sensible à la dessiccation en termes de retrait. Ainsi, même si les amplitudes de résistance sont supérieures pour le CEM V, la dessiccation lui apporte un gain de résistance moindre à celui du CEM I.

A long terme, comme attendu, les déformations de fluage sous dessiccation sont plus importantes que celles obtenues en conditions endogènes. Les gradients hydriques régnant dans la microstructure du matériau en dessiccation induisent un effet de structure qui accentue les déformations de fluage. Par ailleurs, les cinétiques de déformations sont influencées par la microstructure. En conditions endogènes, le CEM I flue plus que les bétons à base de CEM V/A. A cause de sa perméabilité plus élevée, les mouvements de l'eau, induit par l'application de la charge, sont accentués dans la microstructure du CEM I à court terme. En dessiccation, le front de séchage progressant dans la microstructure des matériaux induit une forte déformation du CEM I jusqu'à environ 100 jours, car les transports d'eau ont lieu dans la macroporosité, plus importante pour ce matériau, en comparaison des bétons à CEM V/A.

progressivement, ce qui indique que le séchage implique des tailles de pores de plus en plus petites jusqu'à atteindre celle des hydrates. Les processus de transferts d'eau se font donc de plus en plus lentement et se reflètent sur des cinétiques plus faibles que dans le cas des CEM I.

Le modélisateur doit donc prendre en compte ces différents paramètres (type de chargement, saturation du matériau et composition) pour pouvoir rendre compte le plus précisément possible du comportement mécanique des matériaux en fonction de la dessiccation. En outre, l'histoire hydrique est également essentielle aux modélisations, puisque la microfissuration et le fluage des CSH induits par le séchage influencent les résistances et coefficients élastiques.

## **CONCLUSION GENERALE**

Ce travail de thèse contribue à l'étude du couplage thermo-hydro-mécanique des matériaux cimentaires dans le contexte du stockage souterrain de déchets radioactifs. Trois bétons ont été étudiés : les bétons de référence de l'Andra, fabriqués à base de ciment CEM I à E/C=0,43 (béton CEM I) ou de ciment CEM V/A à E/C=0,39 (béton CEM V), ainsi qu'un béton à base de CEM V/A présentant un E/C=0,48 (béton CEM V\*). Un programme expérimental a été développé en plusieurs étapes (maturation longue, dessiccation, resaturation, essais mécaniques) pour permettre l'analyse des effets des processus de désaturation/resaturation sur les matériaux cimentaires.

L'étude des propriétés microstructurales et macroscopiques des matériaux a mis en évidence deux comparaisons possibles en prenant le béton CEM V comme référence :

- une comparaison selon la nature du ciment avec le CEM V et le CEM I : le CEM V présente une distribution de porosité plus fine que celle du CEM I, malgré un volume poreux plus important. De plus, le CEM I est plus perméable et a une matrice solide plus rigide que le CEM V. Ainsi, lors d'une dessiccation, les variations de masse du CEM I sont amplifiées, du fait de sa plus forte perméabilité et de sa distribution de porosité, tout en présentant des variations dimensionnelles moindres car sa matrice solide se déforme moins que celle du CEM V.
- une comparaison en fonction du rapport E/C à l'aide du CEM V et du CEM V\* : le CEM V\* présente une porosité totale et une perméabilité plus élevées que le CEM V, à cause de l'eau libre présente de manière plus importante dans sa microstructure. Ceci va conduire à une accentuation des variations de masses et retraits du CEM V\* pour les mêmes conditions thermiques et hydriques.

L'analyse du couplage thermo-hydro-mécanique a été analysée en dessiccation contrôlée, après avoir défini un état sec de référence.

- L'état sec des matériaux a été considéré comme obtenu après un séchage en étuve à 60°C jusqu'à poids constant. Trois arguments ont permis de valider ce choix. L'analyse des pertes de masses obtenues aux équilibres de saturation ont montré que les tendances restent inchangées si on considère la porosité estimée après un séchage à 105°C. Les tendances des isothermes estimées dans une autre étude [Poyet 09] en fonction de la température sont semblables aux nôtres. L'évolution à 80°C est non linéaire, tandis qu'aux températures inférieures la linéarité est constatée. Enfin, l'analyse de la resaturation directe (matériaux plongés dans l'eau osmosée sous différentes températures après un séchage à 60°C) a confirmé que la microfissuration développée durant ce séchage ne modifie pas significativement la microstructure du matériau. Ainsi, notre référence de porosité à 60°C est valable dans cette étude. De plus, l'étude du séchage à 60°C a mis en évidence un retrait des matériaux sans perte de masse. La dépression capillaire n'agissant plus dès lors que les masses sont stabilisées, le retrait mesuré sans perte de masse est alors attribué au fluage thermique des feuillets de CSH, induit par leur déshydratation à température constante.
- La dessiccation contrôlée des matériaux a été étudiée en fonction de la température et de l'humidité relative imposées. Trois températures ont été considérées 20°C, 50°C et 80°C, afin de constater l'influence de la température sur le comportement en dessiccation et plusieurs observations ont pu être faites :
  - Les cinétiques de séchage sont amplifiées par la hausse de température, à cause du changement de propriétés des phases fluides (diminution de la viscosité de

l'eau liquide, vaporisation), des propriétés de transfert plus élevées et de l'augmentation de la pression vapeur saturante agissant sur des pores de plus en plus fins.

Les retraits des matériaux (en conditions endogènes et de dessiccation) sont • également influencés par la température imposée. L'augmentation des déformations de retrait avec la hausse de température est en partie attribuée à l'augmentation des pressions capillaires dans le réseau poreux, à la diminution de la pression de disjonction dans les zones d'adsorption empêchée, ainsi que la variation des tensions superficielles des CSH. Ces trois mécanismes sont accentués par la hausse de la température et par voie de conséquence les retraits augmentent. Cependant ces phénomènes ne peuvent pas rendre totalement compte des écarts d'amplitudes de retrait constatés entre 20°C et les températures supérieures. Ainsi, un mécanisme supplémentaire, équivalent à du fluage propre à long terme à l'échelle des CSH, doit être pris en compte. L'augmentation de température conduit à une diminution de la viscosité de la matrice solide et le cisaillement des feuillets de CSH induit une déformation visqueuse dans la microstructure, expliquant l'augmentation du retrait avec la température quand l'humidité relative est fixée.

De nombreuses perspectives apparaissent à la fin de l'étude de la dessiccation contrôlée en fonction de la température. Tout d'abord, la dessiccation contrôlée dans les différentes enceintes climatiques peut être poursuivie jusqu'aux plus faibles humidités relatives. Les isothermes de désorption en fonction de la température seront ainsi complétées. Ensuite, il sera possible d'effectuer la resaturation progressive des matériaux, en suivant la même méthodologie que pour la dessiccation contrôlée. De plus en resaturation progressive, il sera intéressant de comparer les évolutions des matériaux en fonction de plusieurs états de saturation initiaux. Enfin, en utilisant le protocole développé en resaturation directe avec différentes compositions d'eau (par exemple l'eau du Callovo-Oxfordien), l'étude de l'influence de la composition de l'eau sur le comportement hydrique des matériaux sera possible.

Les essais mécaniques réalisés à 20°C en fonction de la saturation ont permis de mettre en avant l'influence de la dessiccation sur le comportement mécanique.

- Les essais de compression ont montré une augmentation de la résistance avec la dessiccation, ainsi qu'un endommagement hydrique qui affecte la raideur du matériau. L'augmentation de la résistance est attribuée à la dépression capillaire qui amène une compression interne du matériau en son cœur et le rend plus résistant. Cependant, la dessiccation induit également un fluage à l'échelle des CSH et de la microfissuration qui affectent le comportement mécanique. Enfin, le type de chargement (uniaxial et triaxial) induit également des différences de comportement : en compression triaxiale, le confinement retient la propagation des fissures, induisant ainsi une résistance plus importante que dans le cas uniaxial.
- Les essais de traction ont mis en exergue un effet de compétition des effets de la dessiccation (dépression capillaire, microfissuration, fluage des CSH), qui conditionne la rupture du matériau. La résistance obtenue en traction par fendage est améliorée par la dessiccation, car la dépression capillaire induit une contraction locale du cœur de l'échantillon, lieu où démarre la rupture. En traction par flexion, la rupture est conditionnée par les effets endommageants de la dessiccation (microfissuration, fluage des CSH), car elle démarre sur les fibres inférieures de l'échantillon.
- La comparaison entre le CEM I et le CEM V sous divers sollicitations a confirmé que le CEM V est plus endommagé par la dessiccation que le CEM I. Ainsi, même si les

résistances du CEM V sont supérieures à celles du CEM I, l'effet bénéfique de la dessiccation est plus important pour le CEM I.

En termes de perspectives, une étude de ces mêmes essais à 50°C et 80°C sera intéressante. Elle apportera des compléments sur l'influence des effets de la dessiccation sur le comportement mécanique des matériaux et permettra de répondre à ces questions: la hausse de température est –elle endommageante pour le comportement mécanique ? Un des effets de la dessiccation devient-il prépondérant sur le comportement mécanique avec la hausse de température ?

L'essai de fluage a mis en exergue l'influence de la dessiccation et de la microstructure des matériaux sur les déformations de fluage. Les déformations obtenues en conditions endogènes sont fonction des propriétés microstructurales : le CEM I flue plus que les bétons CEM V/A à cause de sa distribution de porosité plus grossière. En condition de dessiccation, les cinétiques de déformations sont influencées par l'avancée du front de séchage. Tant que les transports d'eau ont lieu dans la porosité capillaire, le CEM I flue plus que les bétons CEM V/A. Une fois la porosité des hydrates atteinte par le front de séchage, les déformations du CEM I se stabilisent, tandis que celles des bétons CEM V/A progressent encore. En termes de perspectives, la recouvrance (décharge progressive de la contrainte de fluage imposée) sera quantifiée et des essais de perméabilité permettront de définir l'état endommagé de la microstructure des matériaux. Les perspectives de l'essai de fluage concernent également un essai de fluage en dessiccation contrôlée. Les déformations différées seront quantifiées en fonction conditions thermiques et hydriques imposées.

Dans le contexte du projet de stockage souterrain des déchets radioactifs, ce travail, purement expérimental, est donc source, pour le modélisateur, à la fois de données pour les problèmes mettant en jeu le couplage thermo-hydro-mécanique des matériaux cimentaires, mais également explique un grand nombre de phénomènes qui permettent de mieux comprendre les implications de la dessiccation dans le comportement au combien complexe de matériaux à matrices cimentaires.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

## A

[Acker 01] P. Acker, F. J. Ulm, Creep and shrinkage of concrete: physical origins and practical measurements, Nuclear Engineering and Design, 203, 2001, p 143-158

[Acker 04] P. Acker, Swelling, shrinkage and creep: a mechanical approach to cement hydration, Materials and Structures, 37, 2004, p 237-243

[Aitcin 01] P. C. Aitcin, Bétons Haute Performance, éditions Eyrolles, 2001

[Al-Saleh 06] S. Al-Saleh, R. Z. Al-Zaid, Effects of drying conditions, admixtures and specimen size on shrinkage strains, Cement and Concrete Research, 36, 2006, p 1985-1991

[Altoubat 01] S. A. Altoubat, D. A. Lange, Creep, shrinkage and cracking of restrained concrete at early age, Materials Journal, 88, 2001, p 323-331

[Andra 01a] Andra, CEBTP, Choix des formulations de référence : ciment CPA-CEM I, caractéristiques mécaniques et de durabilité, document interne Andra n° C RP 0 CTP 01-002/A, 2001

[Andra 01b] Andra, LERM, Choix des formulations de bétons de référence, document interne Andra n° C RP 0 LER 01-004/A, 2001

[Andra 05] Andra, Dossier 2005 : référentiel des matériaux d'un stockage de déchets à haute activité et à vie longue, Tome 2 : matériaux cimentaires, document interne à l'Andra n° CRPASCM040015T2\_A, 2005, 2005

[Andra 08] Andra, BRGM, Estimation de la composition de l'eau porale du Callovo-Oxfordien à 50, 70, 80 et 90°C, document interne Andra n° BRGM/RP-56171-FR, 2008

[Anwar 93] M. Anwar, H. Soghair, M. Ahmed, M. Fujii, New aspects affecting the mutual relation between strength and permeability of concrete, 15, 1, 1993

[Arliguie 07] G. Arliguie, Grandubé, grandeurs associées à la durabilité du béton, Presses Nationale des Ponts et Chaussées

[Atkinson 84] A. Atkinson, A.K. Nickerson, The diffusion of ions through water-saturated cement, Journal of Materials Sciences, 19, 1984, p 3068-3078

[Ayano 02] T. Ayano, F. H. Wittmann, Drying, moisture, and shrinkage of cement-based materials, Materials and Structures, 35, 2002, p 134-140

B

**[Baroghel Bouny 94]** V. Baroghel Bouny, Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances, thèse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1994

[Baroghel Bouny 99] V. Baroghel Bouny, M. Mainguy, T. Lassabatère, O. Coussy, Characterization and identification of equilibrium and transfer moisture properties for ordinary and high-performance cementitious materials, Cement and Concrete Research, 29, 1999, p 1225-1238

**[Baroghel Bouny 06]** V. Baroghel Bouny, P. Mounanga, A. Khelidj, A. Loukili, N. Rafaï, Autogenous deformations of cement pastes, Part II: W/C effects, micro-macro correlations, and threshold values, Cement and Concrete Research, 36, 2006, p 123-136

[**Baron 92**] J. Baron, J.P. Ollivier, La durabilité des bétons, Presses de l'école nationale des Ponts et Chaussées, 1992

**[Barr 03]** B. Barr, S.B. Hoseinian, M.A. Beygi, Shrinkage of concrete stored in natural environments, Cement and Concrete Composites, 25, 2003, p 19-29

**[Bartlett 94]** F. M. Bartlett, J. G. MacGregor, Effect of moisture condition on concrete core strengths, ACI Materials Journal, 91, 1994, p 227-236

**[Basheer 05]** L. Basheer, P. A. M. Basheer, A. E. Long, Influence of coarse aggregate on the permeation, durability and the microstructure characteristics of ordinary Portland cement concrete, Construction and Building Materials, 19, 2005, p 682-690

[Bazant 71] Z. P. Bazant, L. J. Najjar, Drying of concrete as a nonlinear diffusion problem, Cement and Concrete Research, 1, 1971, p 461-473

**[Bazant 86]** Z.P. Bazant, S. Sener, J.K. Kim, effect of cracking on drying permeability and diffusivity of concrete, ACI Materials Journal, 7, 1986, p 351-357

**[Bazant 93]** Z. P. Bazant, I. Carol, Creep and shrinkage of concrete, Proceedings of the Fifth International RILEM Symposium, Barcelona, Spain, 1993, p 77-82

**[Bazant 97]** Z. P. Bazant, A. B. Hauggaard, S. Baweja, F. J. Ulm, Microprestresssolidification theory for concrete creep. I: Aging and drying effects, Journal of engineering mechanics, 123, 1997, n° 11

**[Belaribi 97]** N. Belaribi, G. Pons, B. Perrin, Delayed behaviour of concrete: influence of additions and aggregate characteristics in relation to moisture variations, Cement and Concrete Research, 27, 1997, p 1429-1438

**[Benboudjema 02]** F. Benboudjema, Modélisation des deformations différées du béton sous sollicitations biaxiales. Application aux enceintes de confinement de bâtiments réacteurs de centrales nucléaires, thèse de l'Université de Marne La Vallée, 2002

[Bentur 79] A. Bentur, R.L.Berger, F.V. Lawrence, N.B. Milestone, S. Mindess, J.F. Young, Creep and Drying Shrinkage of Calcium Silicate Pastes: III. A Hypothesis of Irreversible Strains, Cement and Concrete Research, 9, 1979, p. 83-96

**[Berthollet 03]** A. Berthollet, Contribution à la modélisation du béton vis-à-vis du vieillissement et de la durabilité : interaction des efforts de fluage et du comportement non-linéaire du matériau, thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2003

[**Bisschop 01**] J. Bisschop, J. G. M. Van Mier, Effect of aggregates on drying shrinkage microcracking in cement-based composites, Materials and Structures, 35, 2002, p 453-461

[**Bisschop 02a**] J. Bisschop, J. G. M. Van Mier, Effect of aggregates on drying shrinkage microcracking in cement-based composites, Materials and Structures, 35, 2002, p 453-461

**[Bisschop 02b]** J. Bisschop, J. G. M. Van Mier, How to study drying shrinkage microcracking in cement-based materials using optical and scanning electron microscopy?, Cement and Concrete Research, 32, 2002, p 279-287

[Bisschop 08a] J. Bisschop, J. G. M. Van Mier, Effect of aggregates and microcracks on the drying rate of cementitious composites, Cement and Concrete Research, 38, 2008, p 1190-1196

**[Bisschop 08b]** J. Bisschop, Size and boundary effects on desiccation cracking in hardened cement paste, International Journal of Fracture, 154, 2008, p 211-224

[**Bissonnette 99**] B. Bissonnette, P. Pierre, M. Pigeon, Influence of key parameters on drying shrinkage of cementitious materials, Cement and Concrete Research, 29, 1999, p 1655-1662

**[Bouikni 09]** A. Bouikni, R.N. Swamy, A. Bali, Durability properties of concrete containing 50% and 65% slag, Construction Building Materials, 2009

[Boulay 99] C. Boulay, F. Le Maou, S. Renwez, Quelques pièges à éviter lors de la détermination de la résistance et du module en compression sur cylindres de béton, bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, 220, 1999, p 63-74

**[Bourbon 94]** X. Bourbon, Etude de la mobilisation, par des complexants organiques, des radionucléides contenus dans les déchets radioactifs de faible et moyenne activité, thèse de l'Université Pierre et Marie Curie, 1994

**[Burlion 97]** N. Burlion, compaction des bétons : éléments de modélisation et caractérisation expérimentale, thèse de l'ENS de Cachan, 1997

**[Burlion 02]** N. Burlion, Technique d'essais et caractérisation expérimentale, chapitre 2 du livre comportement mécanique du béton, édité par Hermès, 2002

[**Burlion 03a**] N. Burlion, I. Yurtdas, F. Skoczylas, Comportement mécanique et séchage de matériaux à matrice cimentaire, comparaison mortier-béton, Revue française de Génie Civil, 7, 2, 2003, p 145-165

**[Burlion 03b]** N. Burlion, F. Skoczylas, T. Dubois, Induced anisotropic permeability due to drying shrinkage, Cement and Concrete Research, 33, 2003, p 679-687

[Burlion 05] N. Burlion, F. Bourgeois, J.F. Shao, Effects of desiccation on mechanical behaviour of concrete, Cement and Concrete Composites, 27, 2005, p 367-379

#### С

**[Camps 08]** G. Camps, Etude des interactions chemo-mécaniques pour la simulation du cycle de vie d'un élément de stockage en béton, these de l'Université de Toulouse, 2008

**[Caré 08]** S. Caré, Effect of temperature on porosity and chloride diffusion in cement pastes, Construction and Building Materials, 22, 2008, p 1560-1573

[Chen 04] J.J. Chen, J.J. Thomas, H.F.W. Taylor, H.M. Jennings, solubility and structure of calcium silicate hydrate, Cement and Concrete Research, 34, 2004, p 1499-1519

**[Chen 09a]** X.T. Chen, Effet du chauffage sur le comportement mécanique et poromécanique de matériaux cimentaires – propriétés hydrauliques et changements morphologiques, thèse de l'Ecole Centrale de Lille, 2009

[Chen 09b] X. T. Chen, T. Rougelot, C. A. Davy, W. Chen, F. Agostini, F. Skoczylas, X. Bourbon, Experimental evidence of a moisture clog effect in cement-based materials under temperature, Cement and Concrete Research, in correction

[Choinska 06] M. Choinska, Effets de la temperature, du chargement mécanique et de leurs interactions sur la perméabilité du béton de structure, thèse de l'Ecole Centrale de Nantes, 2006

[Colina 00] Colina H., Acker P. (2000), Drying cracks: kinematics and scale laws, Materials and Structures, 33, 2000, p. 101-107

[Collins 00] F. Collins, J.G. Sanjayan, Effect of pore size distribution on drying shrinkage of alkali-activated slag concrete, Cement and Concrete Research, 30, 2000, p 1401-1406

[Coussy 04] O. Coussy, Poromechanics, livre publié aux éditions Wiley, 2004

[Crausse 96] P. Crausse, J. P. Laurent, B. Perrin, Influence des phénomènes d'hystérésis sur les propriétés hydriques des matériaux poreux, Revue du Génie Thermique, 35, 1996, p 95-106

### D

[Dehghanian 97] C. Dehghanian, M. Arjemandi, Cement and Concrete Research, 27, 6, 1997, p 937-945

[**De Schutter 04**] G. De Schutter, Applicability of degree of hydration concept and the maturity method for thermo-visco-elastic behaviour of early age concrete, Cement and Concrete Composites, 26, 2004, p437-443

[**Diamond 00**] S. Diamond, Mercury porosimetry an inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials, Cement and Concrete Research, 30, 2000, p 1517-1525

[**Di Maio 96**] A. Di Maio, G. Giaccio, R. Zerbino, Failure mechanism of concrete, combined effects of coarse aggregates and specimen geometry, Construction and Building Materials, 10, 8, 1996, p 571-575

[**Dupain 95**] R. Dupain, R. Lanchon, J-C. Saint-Arroman, Granulats, sols, ciments et bétons, livre publié chez Castelle, 1995

#### E

## $\mathbf{F}$

**[Faucon 98]** P. Faucon, F. Adenot, J. F. Jacquinot, J. C. Petit, R. Cabrillac, M. Jorda, Longterm behaviour of cement pastes used for nuclear waste disposal: review of physico-chemical mechanisms of water degradation, Cement and Concrete Research, 28, 1998, p 847-857

**[Feldman 86]** R.F. Feldman, Pore structure, Permeability and diffusivity as related to Durability, reprinted from 8<sup>th</sup> International congress on the Chemistry of Cement, Rio de Janeiro, Brazil, September 22-27 1986, p 1-21, édité par l'Institut de Recherche en construction, Canada

**[Felekoglu 07]** B. Felekoglu, S. Turkel, B. Baradan, Effect of water/cement ratio on the fresh and hardened properties of self-compacting concrete, Building and Environment, 42, 2007, p 1795-1802

### G

**[Galle 00]** C. Gallé, J.F. Daian, Gas permeability of unsaturated cement based materials: application of a multi-scale network model, Magazine of Concrete Research, 52, p 251-263

**[Galle 03]** C. Gallé, M. Pin, G. Ranc, S. Rodrigues, Effect of the heating rate on residual thermo-hydro-mechanical properties of a high-strength concrete in the context of nuclear waste storage, Transactions of the 17th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology (SMiRT 17), Prague, Czech Republic, August 17–22, 2003

**[Garcia Boivin 01]** S. Garcia Boivin, Retrait au jeune âge du béton : Développement d'une méthode expérimentale et contribution à l'analyse physique du retrait endogène, livre publié par les Presses des Ponts et Chaussées, 2001

**[Garci Juenger 02]** M. C. Garci Juenger, H. M. Jennings, Examining the relationship between the microstructure of calcium silicate hydrate and drying shrinkage of cement pastes, Cement and Concrete Research, 32, 2002, p 289-296

[Gmira 04] A. Gmira, M. Zabat, R. J. M. Pellenq, H. M. Van Damme, Microscopic physical basis of the poromechanical behaviour of cement-based materials, Materials and Structures, 37, 2004, p 3-14

[Granger 96] L. Granger, Comportement différé du béton dans les enceintes de centrales nucléaires. Analyse et modélisation, thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1996

**Guénot-Delahaie I. (1997)**, I. Guénot-Delahaie, Contribution à l'analyse physique et à la modélisation du fluage propre du béton, Thèse de doctorat de l'ENPC, 1997.

## Η

**[Hearn 99]** N. Hearn, Effect of shrinkage and load-induced cracking on water permeability of concrete, ACI Materials Journal, 96, 1999, p 234-241

**[Hotta 95]** H. Hotta, K. Takiguchi, Influence of drying and water supplying after drying on tensile strength of cement mortar, Nuclear Engineering and Design, 156, 1995, p 219-228

**[Hua 95]** C. Hua, P. Acker, A. Ehrlacher, Analyses and models of autogenous shrinkage of hardening cement paste: I. Modelling at macroscopic scale, Cement and Concrete Research, 25, 1995, p 1457-1468

**[Huet 82]** C. Huet, P. Acker, J. Baron, Fluage et autres effets rhéologiques différés du béton, chapitre du livre Le béton hydraulique : connaissance et pratique, édité par les Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1982, p 335-364

### I

**[Igarashi 00]** S. Igarashi, A. Bentur, K. Kovler, Autogenous shrinkage and induced restraining stresses in high-strength concretes, Cement and Concrete Research, 30, 2000, p 1701-1707

**[Ishida 07]** T. Ishida, K. Maekawa, T. Kishi, Enhanced modelling of moisture equilibrium and transport in cementitious materials under arbitrary temperature and relative humidity history, Cement and Concrete Research, 37, 2007, p 565-578

**[Ismail 08]** M. Ismail, A. Toumi, R. François, R. Gagné, Effect of crack opening on the local diffusion of chloride in cracked mortar samples, Cement and Concrete Research, 38, 2008, p 1106-1111

## J

[Jamet 86] P. Jamet, A. Millard, G. Nahas, Triaxial behaviour of a micro-concrete complete stress-strain for confining from 0 to 100 MPa, Proceeding of International Conference on Concrete under Multiaxial Conditions, Presses de l'Université Paul Sabatier, Toulouse, 36, 1986, p 17-30

[Jennings 00a] H.M. Jennings, A model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste, Cement and Concrete Research, 30, 2000, p 101-116

[Jennings 00b] H.M. Jennings, Reply to the discussion of the paper by Ivan Odler "A model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste", Cement and Concrete Research, 30, 2000, p 1339-1341

[Jennings 08] H.M. Jennings, Refinements to colloid model of CSH in cement: CM-II, Cement and Concrete Research, 38, 2008, p 275-289

[Jia 06] Y. Jia, Contribution à la modélisation thermo-hydro-mécanique des roches partiellement saturées : application au stockage de déchets radioactifs, thèse de l'université des Sciences et Technologie de Lille, 2006

[Jianyong 01] L. Jianyong, Y. Yan, A study on creep and drying shrinkage of high performance concrete, Cement and Concrete Research, 31, 2001, p 1203-1206

[Jooss 02] M. Jooss, H. W. Reinhardt, Permeability and diffusivity of concrete as function of temperature, Cement and Concrete Research, 32, 2002, p 1497-1504

### K

**[Kanna 98]** V. Kanna, R. A. Olson, H. M. Jennings, Effect of shrinkage and moisture content on the physical characteristics of blended cement mortars, Cement and Concrete Research, 28, 1998, p 1467-1477

**[Kheder 05]** G. F. Kheder, S. A. Al-Windawi, Variation in mechanical properties of natural and recycled aggregate concrete as related to the strength of their binding mortar, Materials and Structures, 38,2005, p 701-709

**[Khelidj 98]** A. Khelidj, A. Loukili, G. Bastian, Etude expérimentale du couplage hydrochimique dans les bétons en cours de maturation : incidence sur les retraits, Materials and Structures, 31, 1998, p. 588-594

**[Klinkenberg 41]** L.J. Klinkenberg, The permeability of porous media to liquid and gas, American Petroleum Institut, Drilling and Production Practice, 1941, p200-213

**[Kockal 07]** N. U. Kockal, F. Turker, Effect of environmental conditions on the properties of concretes with different cement types, Construction and Building Materials, 21, 2007, p 634-645

**[Kourounis 07]** S. Kourounis, S. Tsivilis, P.E. Tsakiridis, G.D. Papadimitriou, Z. Tsibouki, Properties and hydration of blended cements with steelmaking slag, Cement and Concrete Research, 37, 2007, p 815-822

[Kovler 06] K. Kovler, S. Zhutovsky, Overview and future trends of shrinkage research, Materials and Structures, 39, 2006, p 827-847

#### L

**[Lafhaj 06]** Z. Lafhaj, M. Goueygou, A. Djerbi, M. Kaczmarek, Correlation between porosity, permeability and ultrasonic parameters of mortar with variable water/cement ratio and water content, Cement and Concrete Research, 36, 2006, p 625-633

**[Lam 97]** L. Lam, Y.L. Wong, C.S. Poon, Effect of fly ash and silica fume on compressive and fracture behaviors of concrete, Cement and Concrete Research, 28, 2, 1998, p 271-283

[Lawrence 86] C.D. Lawrence, Measurements of permeability, 8ème Congrès International de la Chimie des Ciments, Rio de Janeiro, 5, 1986, p 29-34

**[Leng 00]** F. Leng, N. Feng, X. Lu, An experimental study on the properties of resistance to diffusion of chloride ions of fly ash and blast furnace slag concrete, Cement and Concrete Research, 30, 2000, p 989-992

[Lion 04] M. Lion, Influence de la température sur le comportement poromécanique ou hydraulique d'une roche carbonatée et d'un mortier. Etudes expérimentales, thèse de l'Ecole Centrale de Lille, 2004

[Lobet 03] A. Lobet, Influence des parameters de composition des matériaux cimentaires sur les propriétés de transfert, these de l'INSA de Toulouse, 2003

[Lohtia 70] R.P. Lohtia, Mechanism of creep in concrete, Roorkee University Research Journal, 1-2 (12), 1970, p. 37-47

**[Loosveldt 02]** H. Loosveldt, Z. Lafhaj, F. Skoczylas, Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar, Cement and Concrete Research, 32, 2002, p 1357-1363

**[Lydon 95]** F.D. Lydon, Effect of coarse aggregate and water/cement ratio on intrinsic permeability of concrete subject to drying, Cement and Concrete Research, 25, 1995, p 1737-1746

### Μ

[Ma 07] B.G. Ma, X.D. Wen, M.Y. Wang, J.J. Yan, X.J. Gao, Drying shrinkage of cementbased materials under conditions of constant temperature and varying humidity, Journal of China University of Mining & Technology, 17, 3, 2007, p 428-431

[Mainguy 01] M. Mainguy, F.J. Ulm, F.H. Heukamp, Similarity properties of demineralization and degradation of cracked porous materials, International Journal of Solids and Structures, 38, 40-41, 2001, p 7079-7100

[Mazloom 04] M. Mazloom, A. A. Ramezanianpour, J. J. Brooks, Effect of silica fume on mechanical properties of high-strength concrete, Cement and Concrete Composites, 26, 4, 2004, p 347-357

[Meftah 00] Meftah F., Torrenti J.-M., Nechnech W., Benboudjema F., de Sa C., An elastoplastic damage approach for the modeling of concrete submitted to the mechanical induced effects of drying, Shrinkage 2000 Proceedings, Rilem Publications, Paris, France, 16 – 17, October 2000.

[Mokarem 05] D. Mokarem, R. E. Weyers, D. S. Lane, Development of a shrinkage performance specifications and prediction model analysis for supplemental cementitious material concrete mixtures, Cement and Concrete Research, 35, 2005, p 918-925

[Moro 02] F. Moro, H. Böhni, Ink-bottle effect in mercury intrusion porosimetry of cementbased materials, Journal of Colloid and Interface Science, 246, 2002, p 135-149

[Mounanga 03] P. Mounanga, Etude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés thermophysiques, thèse de de l'Université de Nantes, 2003

[Mounanga 06] P. Mounanga, V. Baroghel Bouny, A. Khelidj, A. Loukili, Autogenous deformations of cement pastes, Part I: Temperature effects at early age and micro-macro correlations, Cement and Concrete Research, 36, 2006, p 110-122

### Ν

[Neville 00] A. M. Neville, Propriétés des bétons, éditions Eyrolles, 2000

[Nguyen 09] T.S. Nguyen, S. Lorente, M. Carcasses, Effect of the environment temperature on the chloride diffusion through CEM-I and CEM-V mortars: An experimental study, Construction and Building Materials, 23, 2009, p 795-803

[Niu 01] Q. Niu, N. Feng, J. Yang, X. Zheng, Effect of superfine slag powder on cement properties, Cement and Concrete Research, 32, 2002, p 615-621

[Noumouwe 96] A.N. Noumowé, P. Clastres, G. Debicki et J.L Costaz, Thermal stresses and water vapour pressure of high performance concrete at high temperature, Proceedings 4th International Symp. On the utilization of high strength/high performance concrete, Paris, 1996, p 561-570

#### 0

[Odeh 06] A. M. Odeh, W. Abu-El-Sha'r, R. Al-Ruzouq, Gas transport through concrete slabs, Building and Environment, 41, 2006, p 492-500

**[Okajima 80]** T. Okajima, T. Ishikawa, K. Ishise, Moisture effect on the mechanical properties of cement mortar, Transaction of Japan Concrete Institut, 2, 1980, p 125-132

**[Ozturk 08]** A. U. Ozturk, B. Baradan, A comparison study of porosity and compressive strength mathematical models with image analysis, Cement and Concrete Research, 43, 2008, p 974-979

### P

**[Perlot 06]** C. Perlot, J. Verdier, M. Carcassès, Influence of cement type on transport properties and chemical degradation: Application to nuclear waste storage, Materials and Structures, 39, 2006, p 511-523
**[Perrin 98]** B. Perrin, V. Baroghel Bouny, L. Chemloul, Méthodes de détermination de la diffusivité hydrique de pâtes de ciment durcies, Matériaux et Constructions, 31, 1998, p 235-241

[**Persson 97**] B. Persson, Self-desication and its importance in concrete technology, Materials and Structures, 30, 1997, p 293-305

**[Persson 01]** B. Persson, Correlating laboratory and field tests of creep in high-performance concrete, Cement and Concrete Research, 31, 2001, p 389-395

**[Picandet 01]** V. Picandet, A. Khelidj, G. Bastian, Effect of axial compressive damage on gas permeability of ordinary and high-performance concrete, Cement and Concrete Research, 31, 2001, p 1525-1532

[Pihlajavaara 74] S. E. Pihlajavaara, A review of some of the main results of the research of the ageing phenomena of concrete, effects of moisture conditions of strength, shrinkage and creep of mature concrete, Cement and Concrete Research, 4, 1974, p 761-771

**[Popovics 86]** S. Popovics, Effect of curing method and moisture condition on compressive strength of concrete, ACI Journal, 83, 1986, p 650-657

**[Popovics 05]** S. Popovics, Effects on uneven moisture distribution on the strength of and wave velocity in concrete, Ultrasonics, 43, p 429-434

[**Poyet 09**] S. Poyet, Experimental investigation of the effect of temperature on the first desorption isotherm of concrete, Cement and Concrete Research, Article in press, 2009

# Q

# R

[Reinhardt 03] H.W. Reinhardt, M. Jooss, Permeability and self-healing of cracked concrete as a function of temperature and crack width, Cement and Concrete Research, 33, 2003, p 981-985

[Richardson 08] I. G. Richardson, The calcium silicate hydrates, Cement and Concrete Research, 38, 2008, p 137-158

**[Richet 04]** C. Richet, P. Le Bescop, C. Gallé, H. Peycelon, S. Bejaoui, I. Pointeau, V. L'Hostis, B. Bary, Dossier de synthèse sur le comportement à long terme des colis : dossier de référence phénoménologique « colis béton » 2004, Document du CEA, RT-DPC/SCCME 04-679-A

**[Rougelot 08]** T. Rougelot, Etude expérimentale multi-échelles des couplages hydriques, mécaniques et chimiques dans les matériaux cimentaires, thèse de l'université des Sciences et Technologie de Lille, 2008

[**Ruetz 68**] W. Ruetz, An hypothesis for the creep of the hardened cement paste and the influence of simultaneous shrinkage, Proceedings of the Structure of Concrete and its Behaviour under Load, Londres, 1968, p 365-387

[Rutland 97] C. A. Rutland, M. L. Wang, The effects of confinement on the failure orientation in cementitious materials: experimental observations, Cement and Concrete Composites, 19, 1997, p 149-160

# S

**[de Sa 08]** C. de Sa, F. Benboudjema, M. Thiery, J. Sicard, Analysis of microcracking induced by differential drying shrinkage, Cement and Concrete Composites, 30, 2008, p 947-956

[Saito 95] M. Saito, H. Ishimori, Chloride permeability of concrete under static and repeated compressive loading, Cement and Concrete Research, 25, 1995, p 803-808

[Samaha 92] H.R. Samaha, K.C. Hover, Influence of microcracking on the transport properties of concrete, ACI Materials Journal, 89, 1992, p 416-424

**[Sercombe 07]** J. Sercmbe, R. Vidal, C. Gallé, F. Adenot, Experimental study of gas diffusion cement paste, Cement and Concrete Research, 37, 2007, p 579-588

**[Skoczylas 03]** F. Skoczylas, O. Coussy, Z. Lafhaj, Sur la fiabilité des mesures des perméabilités hétérogènes par injection de gaz. Micro-pulse tests, Revue française de Génie Civil, 7, 4, 2003, p 451-469

**[Skoczylas 07]** F. Skoczylas, N. Burlion, I. Yurtdas, About drying effects and poromechanical behavioiur of mortar, Cement and Concrete Composites, 29, 2007, p 383-390

#### Т

**[Tamtsia 00a]** B. T. Tamtsia, J. J. Beaudoin, Basic creep of hardened cement paste: A reexamination of the role of water, Cement and Concrete Research, 30, 2000, p 1465-1475

**[Tamtsia 00b]** B. T. Tamtsia, J. J. Beaudoin, J. Marchand, The early age short-term creep of hardening cement paste: load-induced hydration effects, Cement and Concrete Composites, 26, 2004, p 481-489

**[Tazawa 95a]** E. Tazawa, S. Miyazawa, Influence of cement and admixture on autogenous shrinkage of cement paste, Cement and Concrete Research, 25, 2, 1995, p 281-287

**[Tazawa 95b]** E. Tazawa, S. Miyazawa, T. Kasai, Chemical shrinkage and autogenous shrinkage of hydrating cement paste, Cement and Concrete Research, 25, 2, 1995, p 288-292

**[Tazawa 95c]** E. Tazawa, S. Miyazawa, Experimental study on mechanism of autogenous shrinkage of concrete, Cement and Concrete Research, 25, 8, 1995, p 1633-1638

**[Tennis 00]** P.D. Tennis; H.M. Jennings, A model for two types of calcium silicate hydrate in the microstruture of Portland cement pastes, Cement and Concrete Research, 30, 2000, p 855-863

[base Thermexcel] http://www.thermexcel.com/english/tables/eau\_atm.htm

[**Thomas 98**] M.D.A. Thomas, P. B. Bamforth, Modelling chloride diffusion in concrete: effect of fly ash and slag, Cement and Concrete Research, 29, 1999, p 487-495

[**Torrenti 87**] J. M. Torrenti, Comportement multiaxial du béton : aspects expérimentaux et modélisation, thèse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1987

[**Torrenti 99**] J.M. Torrenti, P. Dantec, C. Boulay, J.F. Semlat, Projet d'un processus pour la détermination du module de déformation longitudinale du béton, bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, 220, 1999, p 79-81

[**Torrenti 97**] J.M. Torrenti, L. Granger, M. Diruy, P. Genin, Modélisation du retrait du béton en ambiance variable, Revue Française de Génie Civil, 1 (4), 1997, p. 687-698

**[Torrenti 99]** J.M. Torrenti, P. Dantec, C. Boulay, J.F. Semlat, Projet d'un processus pour la détermination du module de déformation longitudinale du béton, bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, 220, 1999, p 79-81

[**Toutlemonde 99**] F. Toutlemonde, Quelques réflexions sur la détermination du module d'élasticité du béton, en vue de l'élaboration d'un mode opératoire LCP, bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, 220, 1999, p 75-78

[Toutanji 03] H. Toutanji, N. Delatte, S. Aggoun, R. Duval, A. Danson, Effect of supplementary cementitious materials on the compressive strength and durability of short-term cured concrete, Cement and Concrete Research, 34, 2004, p 311-319

**[Turcry 04]** P. Turcry, Retrait et fissuration des bétons autoplaçants : influence de la formulation, thèse de l'Ecole Centrale de Nantes, 2004

### U

**[Ulm 98]** F. J. Ulm, P. Acker, Le point sur le fluage et la recouvrance des bétons, Bulletin de liaison des Ponts et Chaussées, spécial XX, 1998, p 73-82

#### V

**[Vandewalle 00]** L. Vandewalle, Concrete creep and shrinkage at cyclic ambient conditions, Cement and Concrete Composites, 22, 2000, p 201-208

**[Van Mier 84]** J. G. M. van Mier, Strain softening of concrete under multiaxial loading conditions, these de Hogeschool, Eindhoven, 1984

**[Vejmelkova 08]** E. Vejmelkova, M. Pavlikova, Z. Kersner, P. Rovnanikova, M. Ondracek, M. Sedlmajer, R. Cerny, High performance concrete containing lower slag amount: a complex view of mechanical and durability properties, Construction Building Materials, 2008

**[Vlahinic 08]** I. Vlahinic, H.M. Jennings, J.J. Thomas, A constitutive model for drying of a partially saturated porous material, Internation Journal of Mechanics of Materials, 2008, doi:10.1016/j.mechmat.2008.10.011

### W

[Wang 97] K. Wang, D.C. Jansen, S.P. Shah, Permeability study of cracked concrete, Cement and Concrete Research, 27, 1997, p 381-393

[Wittmann 70], Einflu $\beta$  des feuchtigkeitsgehaltes auf das kriechen des zementsteines, Rheologica Acta, 9 (2), 1970, p. 282-287, en allemand

[Wittmann 70] F.H Wittmann, P. Roelfstra, Total deformation of loaded drying creep, Cement and Concrete Research, 10, 1980, p. 601-610

# Х

[Xi 92] Y. Xi, H. M. Jennings, Relationships between microstructure and creep and shrinkage of cement paste, Materials Sciences of Concrete, III, 1992, p 37-69

### Y

[**Yigitier 07**] H. Yigitier, H. Yazici, S. Aydin, Effects of cement type, water/cement ratio and cement content on sea water resistance of concrete, Building and Environment, 42, 2007, p 1770-1776

**[Yurtdas 03]** I. Yurtdas, Couplage comportement mécanique et desiccation des matériaux à matrice cimentaire: etude expérimentale sur mortiers, thèse de l'Université des Sciences et Technologie de Lille, 2003

**[Yurtdas 04a]** I. Yurtdas, N. Burlion, F. Skoczylas, Experimental characterisation of the drying effect on uniaxial mechanical behaviour of mortar, Materials and Structures, 37, 2004, p 170-176

**[Yurtdas 04b]** I. Yurtdas, N. Burlion, F. Skoczylas, Triaxial mechanical behaviour of mortar: effects of drying, Cement and Concrete Research, 34, 2004, p 1131-1143

**[Yurtdas 06]** I. Yurtdas, H. Peng, N. Burlion, F. Skoczylas, Influences of water by cement ratio on mechanical properties of mortars submitted to drying, Cement and Concrete Research, 36, 2006, p 1286-1293

### Ζ

[**Zhitnikov 02**] Y. Z. Zhitnikov, N. A. Mozhegov, Y. N. Matrosova, Physicochemical measurements: determining the porosity of concrete, Measurement Techniques, 45, 3, 2002, p 305-310

# ANNEXE 1 : DETAILS DES MODES OPERATOIRES DU TABLEAU 2.2

Paramètre mesuré	Béton concerné	Conditionnement du matériau	Age du matériau	Taille de l'échantillon	Protocole suivi	Observations
Retrait endogène et retrait de dessiccation	CEM I	Protection : 2 couches d'aluminium autocollant <u>Conditionnement :</u> salle sèche (T= 20+/-2°C ; HR= 50+/-5%)	<u>Mesures</u> <u>effectuées</u> <u>aux jours :</u> 1, 2, 7, 14, 28, 56, 90	Prismes (7*7*28) cm <sup>3</sup>	Règles de calcul BAEL et BPEL	<u>Cure :</u> 24 h en salle humide (T= 20°C ; HR> 95%)
	CEM V	Protection : 2 couches d'aluminium autocollant Conditionnement : salle sèche (T= 20°C ; HR= 50%)	<u>Mesures</u> <u>effectuées</u> <u>aux jours :</u> 0, 7, 14, 21, 28, 35, 42, 49, 56, 63, 69, 84, 90		RILEM : Measurement of time- dependent strains of concrete, Materials and Structures, 31, 1998, p 507- 512	-
Porosité et masse volumique apparente	CEM I	Etuve 105°C	3 mois	_	Détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau, AFPC- AFREM- Durabilité des bétons	
	CEM V		_	_		_
	CEM I	Etuve 105°C	3 mois	$\emptyset$ = 150 mm et h= 50 mm		
Perméabilité à l'oxygène	CEM V	<u>1<sup>ère</sup> mesure :</u> séchage à 80°C pendant 6 jours puis maintien à 20°C en sac étanche pendant 1 jour <u>2<sup>ème</sup> mesure :</u> 26 jours de séchage à 80°C <u>3<sup>ème</sup> mesure :</u> séchage à 105°C jusqu'à poids constant	$\frac{1^{\text{ère}}}{\text{mesure : }}7$ jours $\frac{2^{\text{ème}}}{\text{mesure : }}28$ jours $\frac{3^{\text{ème}}}{\text{mesure : }}$ après l'obtention du poids constant à 105°C	Ø= 95 mm et h= 50 mm	Essai de perméabilité aux gaz du béton durci, AFPC- AFREM- Durabilité des bétons	Echantillon soumis à une pression constante de gaz, perméabilité déterminée à partir de la mesure du flux en régime permanent

Tab. 1 : Détails des protocoles de mesures de retraits, porosité et perméabilité à l'oxygène du tableau 2.2

# ANNEXE 2: CARACTERISTIQUES TECHNIQUES DES APPAREILS DE CONDITIONNEMENT

La démarche expérimentale développée amène l'utilisation de différents moyens techniques pour conditionner les échantillons. Cinq conditionnements sont adoptés :

- Un bain thermostaté à 20°C pour conserver l'état saturé ;
- Une étuve fixée à 60°C pour obtenir les échantillons secs ;
- Trois enceintes climatiques pour contrôler le séchage des échantillons.

En outre, une petite étuve fut également utilisée pour l'essai de resaturation directe.

#### Les enceintes climatiques :

Trois enceintes climatiques, de la marque Vötsch<sup>®</sup>, sont utilisées pour chacune des températures imposées (20°C ; 50°C ; 80°C). Deux types de modèles sont utilisés, à savoir : le modèle VCL0010 et le modèle VCL 4010. La figure 1 illustre les plages d'hygrométrie et de température des enceintes climatiques.



**Fig. 1 : Plages d'hygrométrie et de température des enceintes climatiques Vötsch**<sup>®</sup> ( $A \Leftrightarrow$  température en °C ;  $B \Leftrightarrow$  humidité relative en % ;  $1 \Leftrightarrow$  plage du modèle VCL0010 ;  $2 \Leftrightarrow$  plage du modèle VCL4010)

Les enceintes climatiques doivent être alimentées en eau distillée. La quantité d'eau varie en fonction des conditions de température et d'humidité relative imposées.

La démarche expérimentale développée dans ce travail prend en compte des périodes de conditionnement très longues. Concernant la gestion des enceintes climatiques, ceci est un inconvénient, puisque l'apport en eau doit être continuellement assuré pour ne pas rompre le conditionnement imposé aux échantillons. La solution choisie fut d'utiliser des enceintes climatiques de la marque Binder<sup>®</sup>, de modèle KBF115 pour toutes les « périodes délicates ». Le terme « périodes délicates » regroupe les moments où une ou plusieurs enceintes climatiques sont en panne, ainsi que les périodes où l'approvisionnement en eau régulièrement est impossible. Les caractéristiques d'hygométrie et de température des enceintes climatiques de la marque Binder<sup>®</sup> sont présentées dans la figure 2.



**Fig. 2 : Plage d'hygrométrie et de température des enceintes climatiques Binder<sup>®</sup>** ( plage hachurée ⇔ réglage sans condensation à l'intérieur de l'enceinte climatique ; plage grise ⇔ réglage obtenu uniquement avec la déshumidification arrêtée)

Deux marques d'enceintes climatiques sont utilisées afin de conserver le conditionnement des matériaux sur de longues périodes de temps. Les conditions de séchage et/ou de température sont considérées comme équivalentes d'une marque à l'autre.

### <u>L'étuve fixée à 60°C :</u>

Afin d'obtenir des échantillons à l'état sec, nous avons choisi de leur faire subir un séchage à température constante et égale à 60°C dans une étuve de la marque Binder<sup>®</sup>. Le modèle utilisé est le ED115, dont la température maximale est de 300°C.

Une mesure d'humidité relative, réalisée dans l'étuve, indique une valeur de 10%. Ceci nous conduit à supposer que les échantillons subissent un séchage jusqu'à poids constant sans induire de microfissuration.

#### Le bain thermostaté 20°C :

L'étude du couplage hydrique-mécanique, ainsi que la phase de fabrication des échantillons oblige la conservation d'échantillon à l'état saturé. Pour permettre cela, nous avons utilisé un

bain thermostaté de la marque Controlab<sup>®</sup>, fixé à la température de 20°C. Une résistance, placée au fond du bain, permet de chauffer l'eau à la température désirée. Par ailleurs, l'eau fut sursaturée en chaux éteinte afin de préserver les échantillons de toute lixiviation.

#### L'étuve pour la resaturation directe :

L'étuve, utilisée pour l'essai de resaturation directe est le modèle ED53 de la marque Binder<sup>®</sup>. Le récipient, contenant l'eau osmosée ainsi que les échantillons, est placé à l'intérieur. Afin que l'eau ait une température proche de la température d'étude, l'étuve est fixée à une valeur très peu supérieure à celle ciblée, comme le montre le tableau 4 :

Température cible de l'eau	20°C	50°C	80°C
Température imposée à l'étuve	22°C	53°C	85°C

Tab. 2 : Température imposée à l'étuve Binder<sup>®</sup> durant l'essai de resaturation directe

Ces valeurs résultent de plusieurs jours de contrôle de la température de l'eau durant les mesures.

Par ailleurs, le protocole établit qu'il y a toujours la même proportion de vapeur d'eau dans le récipient, grâce au vide imposé pendant une période constante. Ainsi l'étuve permet de conforter cette hypothèse, puisqu'une fois close, cela se comporte comme un système fermé.

# ANNEXE 3 : ISOTHERMES DE DESORPTION DU CEM I ET DU CEM V\* EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

Les isothermes de désorption du CEM I et du CEM V\* en fonction de la température sont présentés en fonction de l'humidité relative en figures 3 et 5 et en fonction de la pression capillaire figures 4 et 6.



#### Résultats du CEM I :

Fig. 3 : Isothermes de désorption du CEM I en fonction de la température et de l'humidité relative



Fig. 4 : Isothermes de désorption du CEM I en fonction de la température et de la pression capillaire



#### Résultats du CEM V\* :

Fig. 5 : Isothermes de désorption du CEM V\* en fonction de la température et de l'humidité relative



Fig. 6 : Isothermes de désorption du CEM V\* en fonction de la température et de la pression capillaire

# ANNEXE 4 : VARIATION DE MASSE DES MATERIAUX EN FONCTION DU TEMPS DE SECHAGE A 60°C OU 105°C

Cette annexe regroupe les résultats de séchage à  $60^{\circ}$ C et  $105^{\circ}$ C des CEM I et CEM V\*. Pour chaque matériau, plusieurs formes d'échantillons sont utilisées pour les mesures : à  $60^{\circ}$ C, des cylindres de 37,5 mm de diamètre et une hauteur égale soit à 50 mm, soit à 75 mm et des prismes de volume égal à (4\*4\*16) cm<sup>3</sup> ; tandis qu'à  $105^{\circ}$ C, ce sont des rondelles de 37,5 mm et de 20 mm d'épaisseur. Les figures 7 et 8 représentent les pertes de masse en fonction du temps de séchage à  $60^{\circ}$ C ou  $105^{\circ}$ C et en fonction de la forme d'échantillon, respectivement pour le CEM I et le CEM V.

### Résultats du CEM I :



Fig. 7 : Perte de masse du CEM I en fonction du temps de séchage à 60°C ou 105°C et en fonction de la forme d'échantillon

### **Résultats du CEM V\* :**



Fig. 8 : Perte de masse du CEM V en fonction du temps de séchage à 60°C ou 105°C et en fonction de la forme d'échantillon

# ANNEXE 5 : RESULTATS EN RESATURATION DIRECTE DU CEM V ET DU CEM V\* EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

Les résultats de resaturation directe en fonction de la température sont présentés en figures 9 et 10 pour le CEM V et figures 11 et 12 pour le CEM V\*.



### **Résultats du CEM V :**

Fig. 9 : Variation de masse du CEM V en séchage dans une étuve à 60°C puis en resaturation directe sous différentes températures



Fig. 10 : Evolution du gonflement du CEM V en fonction de la prise de masse en resaturation en eau osmosée sous différentes températures



#### Résultats du CEM V\* :

Fig. 11 : Variation de masse du CEM V\* en séchage dans une étuve à 60°C puis en resaturation directe sous différentes températures



Fig. 12 : Evolution du gonflement du CEM V\* en fonction de la prise de masse en resaturation en eau osmosée sous différentes températures

### ANNEXE 6 : ISOTHERMES DE DESORPTION EN EAU DES MATERIAUX OBTENUS AVEC LA POROSITE A 105°C

Les isothermes de l'étude furent d'abord estimées à l'aide de la mesure de porosité à 60°C et des équations (14), (15) et (16). Cependant une discussion a mis en évidence l'importance du choix de la température à laquelle la porosité est estimée, grâce à une comparaison effectuée avec la porosité à 105°C. Cette discussion s'est appuyée sur les variations de masses maximales, parce que c'est graphiquement plus parlant. Les figures 13, 15 et 17 présentent les isothermes estimées avec la porosité moyenne obtenue à 105°C, respectivement pour les températures de 20°C, 50°C et 80°C. Chacune des pentes notées sur les graphiques correspond à la droite déterminée par la méthode des moindres carrés sur la gamme d'humidité relative allant de 98% à 60%. Les figures 14, 16 et 18 sont équivalentes aux figures précédentes, en termes de pression capillaire.



#### Evolutions à 20°C

Fig. 13 : Isothermes (déterminées avec la porosité à 105°C) des matériaux soumis à la dessiccation à 20°C, en fonction de l'humidité relative



Fig. 14 : Isothermes (déterminées avec la porosité à 105°C) des matériaux soumis à la dessiccation à 20°C, en fonction de la pression capillaire



Evolutions à 50°C

Fig. 15 : Isothermes (déterminées avec la porosité à 105°C) des matériaux soumis à la dessiccation à 50°C, en fonction de l'humidité relative



Fig. 16 : Isothermes (déterminées avec la porosité à 105°C) des matériaux soumis à la dessiccation à 50°C, en fonction de la pression capillaire



Evolutions à 80°C

Fig. 17 : Isothermes (déterminées avec la porosité à 105°C) des matériaux soumis à la dessiccation à 80°C, en fonction de l'humidité relative



Fig. 18 : Isothermes (déterminées avec la porosité à 105°C) des matériaux soumis à la dessiccation à 80°C, en fonction de la pression capillaire

# ANNEXE 7 : RETRAITS DE DESSICCATION DU CEM I ET DU CEM V\* EN FONCTION DE LA TEMPERATURE ET DE L'HUMIDITE RELATIVE

Les figures 19 et 20 suivantes présentent les retraits de dessiccation du CEM I et du CEM V\* en fonction de la température et de l'humidité relative imposée. Le retrait de dessiccation a été déterminé en soustrayant le retrait en conditions endogènes au retrait total.

### **Résultats du CEM I :**



Fig. 19 : Retrait de dessiccation du CEM I en fonction de la température et de l'humidité relative imposée

### Résultats du CEM V\* :



Fig. 20 : Retrait de dessiccation du CEM I en fonction de la température et de l'humidité relative imposée

# ANNEXE 8 : EVOLUTION DU RETRAIT DE DESSICCATION EN FONCTION DE LA PERTE DE MASSE ET DE LA TEMPERATURE IMPOSEE, POUR LE CEM I ET LE CEM V\*

L'évolution du retrait de dessiccation en fonction de la perte de masse correspondante est présentée figure 21 pour le CEM I et figure 22 pour le CEM V\*, en fonction de la température.

### **Résultats du CEM I :**



variation de masse relative

Fig. 21 : Relation perte de masse relative et retrait total de dessiccation du CEM I en fonction de la température

### Résultats du CEM V\* :



variation de masse relative

Fig. 22 : Relation perte de masse relative et retrait total de dessiccation du CEM V\* en fonction de la température

# ANNEXE 9 : COURBES DE COMPORTEMENT DE COMPRESSION UNIAXIALE SUR CYLINDRES

Les dimensions des échantillons testés en compression simple sont des cylindres carottés de diamètre égal à 37,5 mm et de hauteur 50 mm. La presse, de la marque Zwick<sup>®</sup>, est pilotée en déplacement à une vitesse de  $2\mu$ m/m et des cycles de charge/décharge sont imposés. Le détail du protocole suivi est présenté au paragraphe IV.2.1.1. Pour chacun des matériaux (CEM I et CEM V) deux éprouvettes sont testés et les figures suivantes représentent les courbes de comportement de chacune d'elles en fonction de l'état de saturation et du matériau.

#### **Etat de saturation : sec**



#### CEM I

Fig. 23 : Courbe de comportement de la première éprouvette de CEM I à l'état sec en compression uniaxiale

#### CEM V



Fig. 24 : Courbe de comportement de la première éprouvette de CEM V à l'état sec en compression uniaxiale



Fig. 25 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette de CEM V à l'état sec en compression uniaxiale

Etat de saturation : Sw=0.6

CEM I



Fig. 26 : Courbe de comportement de la première éprouvette de CEM I à l'état Sw=0,6 en compression uniaxiale



Fig. 27 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette de CEM I à l'état Sw=0,6 en compression uniaxiale

Etat de saturation : Sw=0.8

CEM I



Fig. 28 : Courbe de comportement de la première éprouvette de CEM I à l'état Sw=0,8 en compression uniaxiale



Fig. 29 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette de CEM I à l'état Sw=0,8 en compression uniaxiale

#### CEM V



Fig. 30 : Courbe de comportement de la première éprouvette de CEM V à l'état Sw=0,8 en compression uniaxiale



Fig. 31 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette de CEM V à l'état Sw=0,8 en compression uniaxiale

Etat de saturation : Saturé

```
CEM I
```



Fig. 32 : Courbe de comportement de la première éprouvette de CEM I à l'état saturé en compression uniaxiale



Fig. 33 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette de CEM I à l'état saturé en compression uniaxiale

#### CEM V



Fig. 34 : Courbe de comportement de la première éprouvette de CEM V à l'état saturé en compression uniaxiale



contrainte-déf par JAUGES

Fig. 35 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette de CEM V à l'état saturé en compression uniaxiale

# ANNEXE 10 : COURBES DE COMPORTEMENT DE COMPRESSION UNIAXIALE SUR PRISMES

Des prismes furent testés en compression uniaxiale sur une section de (40\*40) mm<sup>2</sup> à l'aide d'un bâti de compression Controlab<sup>®</sup> et de la presse Zwick<sup>®</sup>, pilotée à une vitesse de 500  $\mu$ m/s. Les figures suivantes présentent les courbes effort-déplacement des différents prismes en fonction du déplacement de la traverse.

#### **Etat de saturation : sec**



#### CEM I

Fig. 36 : Courbe effort-déplacement du premier prisme de CEM I (état sec) testé en compression uniaxiale



Fig. 37 : Courbe effort-déplacement du second prisme de CEM I (état sec) testé en compression uniaxiale



Fig. 38 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme de CEM I (état sec) testé en compression uniaxiale



Fig. 39 : Courbe effort-déplacement du quatrième prisme de CEM I (état sec) testé en compression uniaxiale





Fig. 40 : Courbe effort-déplacement du premier prisme de CEM V (état sec) testé en compression uniaxiale



Fig. 41 : Courbe effort-déplacement du second prisme de CEM V (état sec) testé en compression uniaxiale



Fig. 42 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme de CEM V (état sec) testé en compression uniaxiale



Fig. 43 : Courbe effort-déplacement du quatrième prisme de CEM V (état sec) testé en compression uniaxiale



Fig. 44 : Courbe effort-déplacement du cinquième prisme de CEM V (état sec) testé en compression uniaxiale


Fig. 45 : Courbe effort-déplacement du sixième prisme de CEM V (état sec) testé en compression uniaxiale



Etat de saturation : Sw=0,6

CEM I

Fig. 46 : Courbe effort-déplacement du premier prisme de CEM I (état *Sw*=0,6) testé en compression uniaxiale



Fig. 47 : Courbe effort-déplacement du second prisme de CEM I (état Sw=0,6) testé en compression uniaxiale



Fig. 48 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme de CEM I (état Sw=0,6) testé en compression uniaxiale



Fig. 49 : Courbe effort-déplacement du quatrième prisme de CEM I (état Sw=0,6) testé en compression uniaxiale



Fig. 50 : Courbe effort-déplacement du cinquième prisme de CEM I (état *Sw*=0,6) testé en compression uniaxiale



Fig. 51 : Courbe effort-déplacement du sixième prisme de CEM I (état Sw=0,6) testé en compression uniaxiale



Fig. 52 : Courbe effort-déplacement du premier prisme de CEM I (état Sw=0,8) testé en compression uniaxiale



Fig. 53 : Courbe effort-déplacement du second prisme de CEM I (état Sw=0,8) testé en compression uniaxiale



Fig. 54 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme de CEM I (état *Sw*=0,8) testé en compression uniaxiale



Fig. 55 : Courbe effort-déplacement du quatrième prisme de CEM I (état *Sw*=0,8) testé en compression uniaxiale



Fig. 56 : Courbe effort-déplacement du cinquième prisme de CEM I (état Sw=0,8) testé en compression uniaxiale



Fig. 57 : Courbe effort-déplacement du sixième prisme de CEM I (état Sw=0,8) testé en compression uniaxiale



Fig. 58 : Courbe effort-déplacement du premier prisme de CEM V (état Sw=0,8) testé en compression uniaxiale



Fig. 59 : Courbe effort-déplacement du second prisme de CEM V (état Sw=0,8) testé en compression uniaxiale



Fig. 60 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme de CEM V (état Sw=0,8) testé en compression uniaxiale



Fig. 61 : Courbe effort-déplacement du quatrième prisme de CEM V (état Sw=0,8) testé en compression uniaxiale



Fig. 62 : Courbe effort-déplacement du cinquième prisme de CEM V (état *Sw*=0,8) testé en compression uniaxiale

Etat de saturation : saturé



Fig. 63 : Courbe effort-déplacement du premier prisme de CEM I (état saturé) testé en compression uniaxiale



Fig. 64 : Courbe effort-déplacement du second prisme de CEM I (état saturé) testé en compression uniaxiale



Fig. 65 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme de CEM I (état saturé) testé en compression uniaxiale



Fig. 66 : Courbe effort-déplacement du quatrième prisme de CEM I (état saturé) testé en compression uniaxiale



Fig. 67 : Courbe effort-déplacement du cinquième prisme de CEM I (état saturé) testé en compression uniaxiale



Fig. 68 : Courbe effort-déplacement du sixième prisme de CEM I (état saturé) testé en compression uniaxiale



Fig. 69 : Courbe effort-déplacement du premier prisme de CEM V (état saturé) testé en compression uniaxiale



Fig. 70 : Courbe effort-déplacement du second prisme de CEM V (état saturé) testé en compression uniaxiale



Fig. 71 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme de CEM V (état saturé) testé en compression uniaxiale



Fig. 72 : Courbe effort-déplacement du quatrième prisme de CEM V (état saturé) testé en compression uniaxiale



Fig. 73 : Courbe effort-déplacement du cinquième prisme de CEM V (état saturé) testé en compression uniaxiale



Fig. 74 : Courbe effort-déplacement du sixième prisme de CEM V (état saturé) testé en compression uniaxiale

# ANNEXE 11 : COURBES DE COMPORTEMENT DE COMPRESSION TRIAXIALE SUR CYLINDRES

La compression triaxiale est effectuée sous un confinement de 5 MPa, au moyen d'une cellule triaxiale. Les éprouvettes sont des cylindres, qui ont pour dimensions un diamètre de 37,5 mm et une hauteur de 75 mm. La mise en place des jauges d'extensométrie a nécessité une l'application d'une pellicule de latex afin de les protéger d'une éventuelle intrusion de l'huile assurant le confinement dans la cellule. La protection devant sécher durant quelques heures avant l'essai, cela postule que l'état de saturation reste inchangé durant cette période. La presse est pilotée en déplacement à la vitesse de 2  $\mu$ m/m. Les figures suivantes présentent les courbes de comportement de chacune des deux échantillons testés en fonction de l'état de saturation et du matériau.

### **Etat de saturation : sec**



Fig. 75 : Courbe de comportement de la première éprouvette du CEM I à l'état sec en compression triaxiale



Fig. 76 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette du CEM I à l'état sec en compression triaxiale





Fig. 77 : Courbe de comportement de la première éprouvette du CEM V à l'état sec en compression triaxiale



Fig. 78 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette du CEM V à l'état sec en compression triaxiale



Fig. 79 : Courbe de comportement de la première éprouvette du CEM I à l'état Sw=0,6 en compression triaxiale



Fig. 80 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette du CEM I à l'état Sw=0,6 en compression triaxiale



Fig. 81 : Courbe de comportement de la première éprouvette du CEM I à l'état Sw=0,8 en compression triaxiale



Fig. 82 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette du CEM I à l'état Sw=0,8 en compression triaxiale





Fig. 83 : Courbe de comportement de la première éprouvette du CEM V à l'état Sw=0,8 en compression triaxiale



Fig. 84 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette du CEM V à l'état Sw=0,8 en compression triaxiale

# Etat de saturation : Saturé



Fig. 85 : Courbe de comportement de la première éprouvette du CEM I à l'état saturé en compression triaxiale



Fig. 86 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette du CEM I à l'état saturé en compression triaxiale





Fig. 87 : Courbe de comportement de la première éprouvette du CEM V à l'état saturé en compression triaxiale



Fig. 88 : Courbe de comportement de la seconde éprouvette du CEM V à l'état saturé en compression

# ANNEXE 12 : COURBES DE COMPORTEMENT DE TRACTION PAR FENDAGE SUR CYLINDRES

La traction par fendage fut réalisée sur des cylindres (Ø=37,5 mm et H=75 mm) placés diamètralement sur le plateau de la presse. La presse était pilotée à une vitesse de 500 N/s. les courbes de comportement des matériaux sont présentées par les figures suivantes en fonction du déplacement de la traverse de la presse.

## Etat de saturation : sec



Fig. 89 : Courbe effort-déplacement de la première éprouvette de CEM I (état sec) en traction par fendage



Fig. 90 : Courbe effort-déplacement de la seconde éprouvette de CEM I (état sec) en traction par fendage



CEM V

Fig. 91 : Courbe effort-déplacement de la première éprouvette de CEM V (état sec) en traction par fendage



Fig. 92 : Courbe effort-déplacement de la seconde éprouvette de CEM V (état sec) en traction par fendage

CEM I



Fig. 93 : Courbe effort-déplacement de la première éprouvette de CEM I (état Sw=0,6) en traction par fendage



Fig. 94 : Courbe effort-déplacement de la seconde éprouvette de CEM I (état Sw=0,6) en traction par fendage



Fig. 95 : Courbe effort-déplacement de la première éprouvette de CEM I (état *Sw*=0,8) en traction par fendage



Fig. 96 : Courbe effort-déplacement de la seconde éprouvette de CEM I (état Sw=0,8) en traction par fendage



Fig. 97 : Courbe effort-déplacement de la première éprouvette de CEM V (état Sw=0,8) en traction par fendage



Fig. 98 : Courbe effort-déplacement de la seconde éprouvette de CEM V (état Sw=0,8) en traction par fendage

# Etat de saturation : saturé

## CEM I



Fig. 99 : Courbe effort-déplacement de la première éprouvette de CEM I (état saturé) en traction par fendage



Fig. 100 : Courbe effort-déplacement de la seconde éprouvette de CEM I (état saturé) en traction par fendage



Fig. 101 : Courbe effort-déplacement de la première éprouvette de CEM V (état saturé) en traction par fendage



Fig. 102 : Courbe effort-déplacement de la seconde éprouvette de CEM V (état saturé) en traction par fendage

# ANNEXE 13 : COURBES DE COMPORTEMENT DE TRACTION PAR FLEXION SUR PRISMES

La traction par flexion est réalisée sur des prismes de volume égal à (4\*4\*16) cm<sup>3</sup>, à l'aide d'un bâti de flexion Controlab<sup>®</sup>. La vitesse imposée à la presse, de la marque Zwick<sup>®</sup>, est égale 10 N/s. Chaque état de saturation est représenté par trois prismes dont les courbes de comportement sont présentées en fonction des matériaux.

## **Etat de saturation : sec**



Fig. 103 : Courbe effort-déplacement du premier prisme CEM I à l'état sec en traction par flexion



Fig. 104 : Courbe effort-déplacement du second prisme CEM I à l'état sec en traction par flexion



Fig. 105 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme CEM I à l'état sec en traction par flexion



Fig. 106 : Courbe effort-déplacement du premier prisme CEM V à l'état sec en traction par flexion



Fig. 107 : Courbe effort-déplacement du second prisme CEM V à l'état sec en traction par flexion



Fig. 108 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme CEM V à l'état sec en traction par flexion





Fig. 109 : Courbe effort-déplacement du premier prisme CEM I à l'état Sw=0,6 en traction par flexion


Fig. 110 : Courbe effort-déplacement du second prisme CEM I à l'état Sw=0,6 en traction par flexion



Fig. 111 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme CEM I à l'état Sw=0,6 en traction par flexion

Etat de saturation : Sw=0,8

CEM I



Fig. 112 : Courbe effort-déplacement du premier prisme CEM I à l'état Sw=0,8 en traction par flexion



Fig. 113 : Courbe effort-déplacement du second prisme CEM I à l'état Sw=0,8 en traction par flexion



Fig. 114 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme CEM I à l'état Sw=0,8 en traction par flexion

CEM V



Fig. 115 : Courbe effort-déplacement du premier prisme CEM V à l'état Sw=0,8 en traction par flexion



Fig. 116 : Courbe effort-déplacement du second prisme CEM V à l'état Sw=0,8 en traction par flexion



Fig. 117 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme CEM V à l'état Sw=0,8 en traction par flexion

Etat de saturation : saturé

CEM I



Fig. 118 : Courbe effort-déplacement du premier prisme CEM I à l'état saturé en traction par flexion



Fig. 119 : Courbe effort-déplacement du second prisme CEM I à l'état saturé en traction par flexion



Fig. 120 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme CEM I à l'état saturé en traction par flexion

CEM V



Fig. 121 : Courbe effort-déplacement du premier prisme CEM V à l'état saturé en traction par flexion



Fig. 122 : Courbe effort-déplacement du second prisme CEM V à l'état saturé en traction par flexion



Fig. 123 : Courbe effort-déplacement du troisième prisme CEM V à l'état saturé en traction par flexion