



HAL
open science

Étude de l'influence de l'échauffement subi par un béton sur le risque d'expansions associées à la Réaction Sulfatique Interne

Badreddine Kchakech

► **To cite this version:**

Badreddine Kchakech. Étude de l'influence de l'échauffement subi par un béton sur le risque d'expansions associées à la Réaction Sulfatique Interne. Matériaux. Université Paris-Est, 2015. Français. NNT : 2015PESC1101 . tel-01234288v2

HAL Id: tel-01234288

<https://theses.hal.science/tel-01234288v2>

Submitted on 10 Feb 2016

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.



Thèse de doctorat de l'Université Paris-Est

Ecole doctorale Sciences, Ingénierie et Environnement

Matériaux et Structures

Badreddine KCHAKECH

**Etude de l'influence de l'échauffement subi par un béton
sur le risque d'expansions associées à la Réaction Sulfatique Interne**

Version définitive

Thèse dirigée par François TOUTLEMONDE

Préparée à l'IFSTTAR (Département MAST)

Soutenue le 17 Septembre 2015

Devant le jury composé de :

Pr. Alain SELLIER	Rapporteur	Université Paul Sabatier
Dr. Benoît BARY	Rapporteur	CEA
Pr. Denis DAMIDOT	Examineur	Ecole des Mines de Douai
Pr. Arezki TAGNIT-HAMOU	Examineur	Université de Sherbrooke
Pr. Nicolas BURLION	Examineur	Université de Lille
Dr. Othman OMIKRINE-METALSSI	Examineur, Co-encadrant	IFSTTAR
Dr. Renaud-Pierre MARTIN	Examineur, Co-encadrant	IFSTTAR
Dr. François TOUTLEMONDE	Directeur de thèse	IFSTTAR
Alain JEANPIERRE	Invité	Electricité de France

Résumé

La Réaction Sulfatique Interne (RSI) est une pathologie endogène qui peut toucher les matériaux cimentaires ayant été exposés à des températures supérieures à environ 65°C. Elle est causée par une formation tardive de l'ettringite dans le matériau durci, induisant le développement de pressions de cristallisation et de gonflements importants. Au jeune âge, l'élévation de température peut être due soit à l'exothermie de l'hydratation du ciment, en particulier au cœur des pièces massives, soit à la préfabrication où un échauffement est appliqué au matériau au jeune âge pour accélérer la prise et permettre un décoffrage plus rapide. L'élévation de température sur un béton durci (incendie, stockage de déchets radioactifs, structures stratégiques) représente un autre cas potentiel de développement des expansions induites par la RSI. Lors du développement de cette réaction, on observe la formation de fissures et une dégradation des performances mécaniques nuisant à la capacité portante et aux fonctionnalités en service des structures touchées par cette pathologie.

L'objectif de cette recherche est de préciser et quantifier la relation entre l'histoire thermique subie (au jeune âge ou sur béton mature) et la courbe caractérisant le gonflement libre en fonction du temps (potentiel et cinétique de gonflement) afin de compléter les recommandations de prévention (basées le plus souvent sur la limitation de l'élévation de température) et de réparation des structures atteintes de cette pathologie et d'améliorer la prévision de l'état d'une structure endommagée dans le cadre d'un diagnostic. Pour les outils de calcul, tel le module RGIB du code CESAR, qui permettent de recalculer les structures atteintes de cette pathologie, la présente recherche a pour but de valider, améliorer ou élaborer la loi de couplage donnant l'expansion induite par la RSI en fonction de l'histoire thermique, au jeune âge ou lors d'échauffements tardifs.

Le programme expérimental s'est focalisé sur la compréhension de l'effet de l'histoire thermique (température et durée d'échauffement) au jeune âge sur le développement des expansions, en étoffant la base de données permettant de valider les modèles de prédiction proposés dans la littérature. Il a également étudié l'effet de différents traitements thermiques tardifs où peu de données sont disponibles dans la littérature. Ces effets ont été étudiés sur des corps d'épreuve en béton potentiellement sujets à la formation différée d'ettringite : des traitements thermiques à plusieurs températures (61, 66, 71, 81, 86°C) et pendant des durées de cure de 1 à 28 jours ont été appliqués. Le suivi massique et dimensionnel des corps d'épreuve a permis d'identifier l'existence d'un effet de *pessimum* vis-à-vis de la durée de cure.

Les caractéristiques des expansions ont été quantifiées et comparées aux histoires thermiques afin d'établir le couplage entre histoire thermique et gonflement. La pertinence du concept « d'énergie utile », associé à l'intégrale de la température en fonction du temps au-dessus d'une valeur seuil correspondant à la déstabilisation de l'ettringite, a été démontrée par la mise en évidence de courbes maîtresses. Une interprétation cohérente des résultats d'expansions (cinétiques et magnitudes) et des effets de la RSI sur les propriétés mécaniques en fonction des différentes histoires thermiques a été proposée, en lien avec une loi de prédiction des expansions.

Abstract

Delayed Ettringite Formation (DEF) is an internal swelling reaction that can affect concretes heated at a temperature higher than about 65°C. This phenomenon is related to a late formation of a normal hydrate (ettringite) of cement inducing crystallization pressure and significant expansions. This late formation of ettringite may affect concretes exposed to high temperatures at early age; it may be the case of precast elements, and massive concrete parts heated due to cement hydration (combination of the exothermic hydration and the low heat transfer conditions). Late in service exposure to high temperatures (fire, radioactive waste depositories and parts of structures of power plant) correspond to another situation that can induce expansion generated by DEF. In most cases, DEF leads to concrete swelling, cracking, decrease of the mechanical properties of the affected materials and thus potential problems in terms of serviceability and bearing capacity of the affected structures.

The objectives of this study are to quantify and predict the relation between thermal history and swelling characteristics (magnitude and kinetics) in order to propose recommendations for prevention of DEF (A critical condition for the development of this reaction consists in the temperature increase at early age. Thus, temperature limitation is recommended as one of the most efficient ways to avoid DEF expansions), and for assessment and repair of structures affected by this pathology. For numerical tools, such as RGIB module of the CESAR-LCPC F.E. software, which allow to re-assess the structures affected by this phenomenon, this research aims to validate, or improve, or develop a coupling law giving the expansion induced by DEF depending on a thermal history at early age or on mature concrete.

The investigations carried out were focused on the effect of temperature and curing duration of early age heat treatments on the risk of developing expansion. They also included effect of late heat treatments which correspond to scarce data in the literature. The experiments were performed on concrete specimens, using a sulfate, aluminate and alkali-rich cement, aiming to quantify the expansion magnitudes and kinetics due to different thermal histories and to identify the existence of an eventual pessimum effect with respect to the thermal energy, as mentioned in the literature. A number of heat treatments at 61, 66, 71, 81 and 86°C were applied for durations from 1 to 28 days. Monitoring of the specimens dimensions allowed identifying a pessimum effect with respect to the thermal curing duration.

The swelling characteristics (magnitude and kinetics) have been quantified, using a mathematical relation, and compared to thermal histories applied to determine a link between thermal history and swelling. The relevance of the concept of 'effective thermal energy' associated with the integral of the temperature as a function of time beyond a threshold value corresponding to the destabilization of ettringite was demonstrated by the identification of master curves. A consistent interpretation of the results of expansions (kinetics and magnitudes) and effects on the mechanical properties according to different thermal histories, has been proposed in connection with the law for predicting expansions.

Remerciements

Cette thèse a été réalisée à l'IFSTTAR Marne la Vallée, au sein du laboratoire EMMS (Expérimentation et modélisation des matériaux et des structures).

Au terme de ce travail, je remercie très sincèrement mon équipe encadrante : mon directeur de thèse François Toutlemonde et mes conseillers d'étude Renaud-Pierre Martin et Othman Omikrine-Metalssi tant au niveau scientifique qu'humain. Merci pour la confiance que vous m'avez accordée, votre disponibilité et votre soutien. Ce fut un réel plaisir de travailler avec vous durant ces trois ans. Cette thèse est finalement l'aboutissement de notre travail d'équipe.

Je tiens également à remercier l'ensemble des membres du jury qui ont accepté d'évaluer mon travail de thèse. Merci à Mr. Alain Sellier et à Mr. Benoît Bary d'avoir accepté d'être rapporteurs de ce manuscrit, ainsi qu'à Mr. Denis Damidot, Mr. Nicolas Burlion, Mr. Arezki Tagnit-Hamou et Mr. Alain Jeanpierre pour leur participation à mon jury.

Je remercie Pierre Marchand, chef du laboratoire EMMS, de m'avoir accueilli dans le laboratoire, de sa gentillesse ainsi que pour les moyens mis à ma disposition.

Cette thèse entre dans le cadre d'un partenariat entre l'IFSTTAR et EDF, de ce fait je remercie les participants à ce travail, Alain Jeanpierre (EDF ceidre), Eric Bourdarot et Etienne Grimal (EDF CIH).

Je remercie également l'ensemble des membres du comité de suivi de ma thèse :

IFSTTAR : Bruno Godart, Jean-Michel Torrenti, Loïc Divet, Jean-François Seignol.

- EDF Ceidre : Alain Jeanpierre
- EDF CIH : Eric Bourdarot et Etienne Grimal
- LMDC : Stéphane Multon

Par ailleurs, plusieurs personnes ont participé à l'aboutissement de ce travail.

- Equipe EMMS : Jean-Claude Renaud, Lénaïc Baron, Joël Billo, Marc Estivin, Franc Guirado ainsi que Cyril Massotte et Céline Bazin. Merci à vous tous d'avoir participé à toutes les phases du programme expérimental : rapatriements matériels, qualification des dispositifs, coulages, traitements thermiques, essais mécaniques, sciages, porosimétrie, étalonnages, suivis dimensionnels... Je remercie également Florent Baby et Sandrine Ramanich pour leur fort appui lors des essais mécaniques. Merci encore à vous tous !
- Soutien administratif : Valérie Fournier et Minh Orcési.
- Equipe CPDM : Gerard Platret, Julien Vincent, Mickael Saillio
- Equipe SDOA : André Orcési
- Equipe Navier : Gilles Foret et Christophe Bernard

Remerciements

Je tiens à exprimer ma gratitude à l'ensemble des membres des laboratoires EMMS et SDOA que j'ai eu le plaisir de côtoyer durant ces trois dernières années. Merci pour l'amabilité que l'équipe a manifestée à mon égard.

Je remercie tous mes amis qui m'ont soutenu durant ces trois ans : Youssef, Assim, Simo, Reda, Nafia, Taoufiq, Yassine, Mountassir, Ghoni, Smayli, Saad, Oussama, Imane, Nassima, Mouna, Fatima, Houda, Hind, ...

Un grand merci à ma maman (Iwalida), mes frères Rida et Zakaria, mes sœurs Hanane et Hanae et à ma tante Hinda de m'avoir soutenu dans les moments difficiles malgré la distance...

Enfin, j'ai une pensée particulière pour mon cher défunt père Abdelaziz avec qui j'aurais souhaité pouvoir partager cette expérience. Je lui dédie ce travail.

Sommaire

RESUME.....	3
ABSTRACT	5
REMERCIEMENTS	7
SOMMAIRE	9
LISTE DES FIGURES	15
INTRODUCTION	21
1 SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE.....	25
1.1 Définition de la réaction sulfatique interne.....	25
1.1.1 Définition	25
1.1.2 Structure cristalline.....	26
1.2 Stabilité	28
1.2.1 Stabilité de l'ettringite vis-à-vis de la température	28
1.2.2 Stabilité de l'ettringite vis-à-vis des alcalins	35
1.3 Adsorption des sulfates par les CSH.....	36
1.4 Mécanisme de gonflement.....	38
1.4.1 Gonflement de l'ettringite colloïdale	38
1.4.2 Phénomène de la double couche électrique	38
1.4.3 Gonflement localisé.....	39
1.4.4 Gonflement homogène	39
1.4.5 Mécanisme proposé par [Brunetaud 2005].....	40
1.5 Paramètres de composition influençant la RSI	41
1.5.1 Effet des alcalins	41
1.5.1.1 Effets de la teneur initiale en alcalins	41
1.5.1.2 Effet de la lixiviation des alcalins	42
1.5.2 Effets des sulfates.....	44
1.5.3 Effet des aluminates	45
1.5.4 Effet de la nature des granulats.....	46
1.5.5 Effet du rapport E/C.....	46
1.6 Effet de la température	47
1.6.1 Origine des échauffements.....	47
1.6.2 Effet de l'histoire thermique	48
1.6.3 Effet d'un échauffement tardif sur la RSI	49
1.6.4 Effet pessimum	51
1.6.5 Vitesse d'échauffement et de refroidissement	52
1.6.6 Température de conservation	52
1.6.7 Influence croisée de la température et de la teneur en alcalins	53

Sommaire

1.6.8	Influence croisée de la température et de la teneur en sulfates	54
1.6.9	Influence de l'histoire thermique sur la microstructure.....	55
1.7	Modélisation de la RSI.....	57
1.7.1	Flatt & Scherer 2008	57
1.7.2	Modèle de Baghdadi [Baghdadi et al. 2008].....	58
1.7.3	Modèle de Martin [Martin et al. 2012].....	59
1.7.4	Modélisation physico-chimique [Salgues 2013]	61
1.8	Conclusion de la revue de l'état de l'art.....	62
2	DESCRIPTION DES EXPERIMENTATIONS.....	65
2.1	Introduction.....	65
2.2	Programme expérimental.....	66
2.2.1	Echauffements appliqués	66
2.2.1.1	Influence de la température et de la durée d'échauffement au jeune âge	66
2.2.1.2	Influence de la température lors d'un échauffement tardif	67
2.2.1.3	Essais de validation des lois de couplage	68
2.2.2	Matériaux	70
2.2.2.1	Propriétés.....	70
2.2.2.2	Ciments	70
2.2.2.3	Granulats.....	71
2.2.2.4	Composition	73
2.2.3	Corps d'épreuve.....	73
2.2.3.1	Nomenclature	73
2.2.3.2	Conditions de cure	75
2.2.4	Matériels.....	76
2.2.4.1	Système de cure thermique.....	76
2.2.4.2	Conservation en eau des corps d'épreuves	77
2.3	Confection des corps d'épreuve.....	78
2.3.1	Fabrications	78
2.3.2	Traitements thermiques	83
2.4	Caractérisation mécanique.....	86
2.4.1	Déroulement des essais.....	86
2.4.2	Résultats mécaniques.....	88
2.4.2.1	Résultats mécaniques de la formule R1.....	88
2.4.2.2	Résultats mécaniques de la formule R0.....	89
2.4.2.3	Conclusion.....	89
2.5	Porosité accessible à l'eau.....	90
2.5.1	Protocole	90
2.5.2	Porosité avant traitement thermique tardif.....	92
2.5.1	Porosité avant et après traitement thermique tardif	93
2.5.2	Porosité dans le cas du traitement thermique au jeune âge.....	94
2.5.3	Gradient de porosité après un traitement thermique au jeune âge	95
2.6	Lixiviation des alcalins en phase de cure	96
2.7	Suivi des expansions	98
2.7.1	Suivi automatisé par bâtis	98
2.7.2	Suivi par extensométrie manuelle et suivi massique.....	101
2.7.3	Comparaison des suivis par bâtis automatisés et par extensométrie manuelle	102

Sommaire

2.7.4	Suivi de fissuration.....	103
2.7.5	Diffraction aux rayons X.....	105
2.8	Conclusion	106
3	RESULTATS.....	107
3.1	Introduction.....	107
3.2	Suivis dimensionnels et massiques	107
3.2.1	Effet du traitement thermique au jeune âge sur les expansions.....	107
3.2.1.1	Suivi dimensionnel du béton R1 traité au jeune âge	107
3.2.1.2	Suivi dimensionnel du béton R0 traité au jeune âge	113
3.2.2	Effet du traitement thermique tardif sur les expansions	117
3.2.2.1	Suivi dimensionnel du béton R1 traité tardivement	117
3.2.2.2	Suivi dimensionnel du béton R0 traité tardivement	119
3.2.3	Effet de la température pour une même durée d'échauffement sur les expansions	119
3.2.4	Comparaison des expansions suite aux traitements thermiques au jeune âge et tardif ..	122
3.2.5	Suivi massique	125
3.2.6	Comparaison des suivis massique et dimensionnel	126
3.2.7	Calage des paramètres de gonflement.....	128
3.2.7.1	Modèle Brunetaud 2005	128
3.2.7.2	Modèle proposé.....	131
3.2.8	Effet de la température et la durée d'échauffement sur les paramètres d'expansion	135
3.2.8.1	Expansion finale	135
3.2.8.2	Temps de latence.....	136
3.2.8.3	Temps caractéristique.....	136
3.2.9	Synthèse des résultats des suivis dimensionnels et massiques.....	137
3.3	Analyse par diffraction aux rayons X.....	139
3.4	Suivi de fissuration	141
3.4.1	Evolution du schéma de fissuration.....	141
3.4.2	Comparaison des états finaux suite aux traitements thermiques au jeune âge et tardif .	141
3.5	Conclusion	144
4	INTERPRETATIONS	147
4.1	Introduction.....	147
4.1.1	Histoire thermique.....	147
4.2	Effet de l'énergie thermique pour un traitement thermique appliqué au jeune âge sur les paramètres d'expansion.....	148
4.2.1	Effet de l'énergie thermique sur l'expansion finale.....	148
4.2.1.1	Béton R1.....	148
4.2.1.2	Béton R0.....	151
4.2.1.3	Résultats de la littérature.....	153
4.2.2	Effet de l'énergie thermique sur le temps de latence	156
4.2.2.1	Béton R1.....	156
4.2.2.2	Béton R0.....	157
4.2.2.3	Résultats de la littérature.....	160
4.2.3	Effet de l'énergie thermique sur le temps caractéristique.....	161
4.2.3.1	Béton R1.....	161
4.2.3.2	Béton R0.....	163

Sommaire

4.2.3.3 Résultats de littérature	164
4.3 Effet de l'énergie thermique d'un traitement tardif sur les paramètres d'expansion	165
4.3.1 Effet de l'énergie thermique d'un traitement tardif sur l'expansion finale	165
4.3.1.1 Béton R1.....	165
4.3.1.2 Béton R0.....	167
4.3.2 Effet d'un traitement thermique tardif sur le temps de latence	168
4.3.3 Effet d'un traitement thermique tardif sur le temps caractéristique.....	169
4.4 Comparaison des paramètres d'expansion lors d'une même histoire thermique subie au jeune âge et tardivement (béton R1)	169
4.5 Effet de l'histoire thermique au jeune âge sur les propriétés mécaniques	172
4.5.1 Effet de l'histoire thermique au jeune âge sur le module d'Young	173
4.5.1.1 Béton R1.....	173
4.5.1.2 Béton R0.....	175
4.5.2 Effet de l'énergie thermique sur les propriétés mécaniques	176
4.5.3 Couplage chimico-mécanique.....	180
4.6 Effets de l'histoire thermique sur la teneur en ettringite.....	182
4.6.1 Béton R1 traité au jeune âge	182
4.6.2 Béton R1 traité tardivement.....	184
4.7 Confrontation de l'énergie thermique utile aux modèles proposés dans la littérature	185
4.7.1 Confrontation de l'énergie thermique utile à l'indice de modification de la microstructure proposé par [Salgues 2013]	186
4.7.2 Confrontation de l'énergie thermique utile à un modèle de type Arrhenius.....	187
4.8 Interprétations et modélisation.....	189
4.9 Conclusions.....	197
CONCLUSIONS.....	199
REFERENCES	203
ANNEXE 1 CONTRÔLE DES PROTOCOLES DE TRAITEMENT THERMIQUE.....	209
A.1-1 Qualification de la cure thermique	209
A.1-2 Simulation accident R1_J_71_12.....	213
A.1-3 Traitements thermique appliqués.....	214
A.1-4 Température de conservation.....	234
ANNEXE 2 CALCUL D'INCERTITUDE	237
A.2-1 Incertitude de mesure par extensométrie à pointeaux.....	237
A.2-2 Incertitude de mesure par bâti	239

ANNEXE 3 MESURE D'EXPANSIONS : CONFRONTATION CAPTEURS DES BÂTIS / EXTENSOMÉTRIE À POINTEAUX241

A.3-1	R1_J_61_14.....	241
A.3-2	R1_J_66_14.....	242
A.3-3	R1_J_71.....	243
A.3-4	R1_J_81.....	246
A.3-5	R1_J_V.....	249
A.3-6	R1_J_V_BIS.....	250
A.3-7	R1_T_81.....	251
A.3-8	R1_T_86.....	253
A.3-9	R1_T_V.....	254
A.3-10	R1_T_V_BIS.....	255
A.3-11	R0_J_81.....	256
A.3-12	R0_J_V.....	259
A.3-13	R0_J_V_BIS.....	260
A.3-14	R0_T_81.....	261

ANNEXE 4 CONFRONTATION CAPTEURS DES BÂTIS / SUIVI MASSIQUE265

A.4-1	R1_J_66_14.....	265
A.4-2	R1_J_71.....	266
A.4-3	R1_J_81.....	269
A.4-4	R1_J_V.....	272
A.4-5	R1_J_V_BIS.....	273
A.4-6	R1_T_81.....	274
A.4-7	R1_T_86.....	276
A.4-8	R1_T_V.....	277
A.4-9	R1_T_V_BIS.....	278
A.4-10	R0_J_81.....	279
A.4-11	R0_J_V.....	282

Sommaire

A.4-12	R0_J_V_BIS	283
A.4-13	R0_T_81.....	284
ANNEXE 5	SUIVI D'ÉVOLUTION DES FISSURES	287
A.5-1	Cas R1_J_71_14 (face 2).....	287
A.5-2	Récapitulatif : Suivi de l'évolution des fissures: Cas R1_J_71_14.....	289
A.5-3	Récapitulatif : Suivi de l'évolution des fissures: Cas R1_J_81_1	293
ANNEXE 6	FACIÈS DE FISSURATION - ETATS FINAUX	297
A.6-1	R1_J_71.....	298
A.6-2	R1_J_81.....	300
A.6-3	R1_T_81.....	305
ANNEXE 7	DIFFRACTION AUX RAYONS X	311
A.7-1	Traitement thermique au jeune âge	312
A.7-2	Traitement thermique tardif.....	322
ANNEXE 8	INTÉGRATION DE LA LOI DE MARTIN ET AL. 2012	363
A.8-1	Hypothèses de calcul.....	364
A.8-2	Calcul thermique au jeune âge (TEXO)	365
A.8-3	Calcul thermique non-linéaire (DTNL)	366
A.8-4	Calcul hydrique non-linéaire (DTNL).....	367
A.8-5	Calcul RGIB.....	367
A.8-6	Résultats numériques.....	368
A.8-7	Comparaison entre les résultats numériques et analytiques	369
A.8-8	Interpolation de la durée d'exposition.....	370

Liste des figures

Figure 1 : Exemples d'ouvrages touchés par la RSI	21
Figure 2: Avancement de l'hydratation du C ₃ A seul et du mélange C ₃ A-gypse [Minard 2003]	26
Figure 3: Structure cristalline de l'ettringite [Hartman & Berliner 2005] (a. suivant l'axe c; b : dans le plan xy)	27
Figure 4: Diagramme de phases du système CaO-Al ₂ O ₃ -CaSO ₄ -H ₂ O à 25°C [Damidot & Glasser 1993].	29
Figure 5: Diagramme de phases du système CaO-Al ₂ O ₃ -CaSO ₄ -H ₂ O à 50°C [Damidot & Glasser 1992].	29
Figure 6: Diagramme de phases du système CaO-Al ₂ O ₃ -CaSO ₄ -H ₂ O à 85°C [Damidot & Glasser 1992].	30
Figure 7: Indice de saturation de l'ettringite (a), du monosulfate (b) et du gypse en fonction de la durée d'hydratation du ciment CPO [Thomas et al. 2003]	31
Figure 8: Comparaison de la modélisation (lignes) et de l'expérimentation (points) de l'hydratation d'un ciment à 5°C [Lothenbach et al. 2007-b]	32
Figure 9: Comparaison de la modélisation (lignes) et de l'expérimentation (points) de l'hydratation d'un ciment à 50°C [Lothenbach et al. 2007-b]	32
Figure 10: Calcul des volumes des hydrates en fonction de la température pour un ciment dont le rapport Al ₂ O ₃ /SO ₃ >1.3 [Lothenbach et al. 2007-b]	33
Figure 11: Calcul des volumes des hydrates en fonction de la température pour un ciment dont le rapport Al ₂ O ₃ /SO ₃ <1.3 [Lothenbach et al. 2007-b]	33
Figure 12: Solubilité de l'AfT, AFm et de la CH en fonction de la température [Salgues 2013]	34
Figure 13: Comparaison des diagrammes de phases du système CaO-Al ₂ O ₃ -CaSO ₄ -H ₂ O à 25°C en présence ou non de 500 mmol/kg de NaOH [Damidot & Le Bescop 2008]	35
Figure 14: Modèle de CSH selon Feldman & Sereda 1968 [Baroghel-Bouny 1994]	36
Figure 15: Structure cristalline du C-S-H et évolution de l'état de la surface des C-S-H en fonction du pH [Nonat et al. 2001]	36
Figure 16 : Potentiel zêta de particule de CSH dans une solution de sulfate de calcium [Nachbaur 1997]	37
Figure 17: Quantité de sulfates adsorbée par les CSH à 20°C et 85°C [Barbarulo 2002]	37
Figure 18 : Adsorption des sulfates dans les CSH à 20°C (a) et 85°C (b) [Barbarulo 2002]	38
Figure 19: Mécanisme d'expansion par formation différée d'ettringite d'après [Taylor et al. 2001]	39
Figure 20 : Ettringite recristallisée au niveau des fissures [Carles-Gibergues & Hornain 2007]	40
Figure 21: Effet de l'ajout des alcalins sur l'expansion après un échauffement à 90°C [Kelham 1995]	42
Figure 22: Effet des sulfates couplés ou non avec les alcalins sur l'expansion des mortiers après échauffement de 90°C pendant 12 heures [Lewis et al. 1995]	43
Figure 23 : Effet des conditions de conservation sur la désorption des sulfates [Famy et al. 2001]	43
Figure 24: Effet des sulfates sur l'expansion après échauffement de 90°C [Kelham 1995]	44
Figure 25 : Expansion des mortiers contenant du ciment : (a) +3% d'anhydrite (CaSO ₄) ; (b) +3.1% de sulfate de sodium Na ₂ SO ₄ [Escadeillas et al. 2007]	45
Figure 26 : Suivi dimensionnel des éprouvettes NR immergées (I), conservées à 100% et 30% d'humidité relative (respectivement H100 et H30) et scellées (S) [Martin 2010]	45
Figure 27: Effet pessimum du rapport SO ₃ /Al ₂ O ₃ [Zhang et al. 2002]	46
Figure 28: Elévation de la température au niveau d'un chevêtre 8.2x2.7x1.5 m [Divet & Pavoine 2002]	47
Figure 29: Profil de traitement thermique de préfabrication [Brunetaud 2005]	48
Figure 30 : Traitements thermiques appliqués sur les cylindres 11-22 au jeune âge (b) et après 938 jours d'exposition (a) [Martin et al. 2013]	49
Figure 31 : Expansion des cylindres 11-22 en béton traité thermiquement au jeune âge et après 938 jours [Martin et al. 2013]	49
Figure 32 : Expansion d'un mortier (traité ou non au jeune âge) traité après 1 an à 85°C pendant 1 mois [Barbarulo et al. 2005]	50
Figure 33 : Influence d'un échauffement tardif sur le développement des expansions (Les traits verticaux représentent la date du deuxième traitement thermique) [Brunetaud 2005]	50
Figure 34 : Résultats d'expansion de [Brunetaud 2005]	51
Figure 35 : Gonflement d'un mortier après un traitement thermique de cure thermique à 90°C pendant 12 h soumis à différentes températures de conservation (a. conservation continue à 20°C, b. conservation à 20°C durant 98 jours puis stockage à 38°C, c. conservation à 38°C durant 98 jours puis stockage à 20°C, d. conservation continue à 38°C) [Flatt & Scherer 2008]	52

Liste des figures

Figure 36 : Influence de la température de conservation pour un traitement thermique de 80°C pendant 1 jour [Baghdadi 2008]	53
Figure 37 : Courbes de gonflement des éprouvettes 85°C_3 jours conservées à 38°C et 20°C [Baghdadi 2008]	53
Figure 38: (a) évolution de la concentration des alcalins d'une pâte de ciment en fonction du temps d'hydratation pour plusieurs températures d'hydratations [Thomas et al. 2003] ; (b) évolution du pH d'une pâte de ciment en fonction du temps d'hydratation pour plusieurs températures d'hydratation [Thomas et al. 2003]	54
Figure 39: Evolution de la concentration de sulfates (a) et de l'indice de saturation de l'ettringite (b) d'une pâte de ciment en fonction du temps d'hydratation pour plusieurs températures d'hydratation [Thomas et al. 2003]	55
Figure 40 : (a)Densité relative des CSH mesurée par analyse d'image ; (b) : Effet de la température de cure sur la morphologie de la microstructure [Famy et al. 2002]	56
Figure 41 : Evolution de la résistance en compression à différentes températures d'hydratation [Gallucci et al. 2013]	56
Figure 42: Evolution de la contrainte de traction en fonction de la température de conservation et de la quantité d'ettringite formée [Flatt & Scherer 2008]	58
Figure 43 : Comparaison entre les prédictions du modèle numérique et les résultats expérimentaux [Baghdadi et al. 2008]	59
Figure 44 : Comparaison entre les prédictions du modèle numérique et les résultats expérimentaux [Martin et al 2012]	60
Figure 45 : Variation du paramètre $\alpha(t)$ selon les cas [Martin et al 2012]	60
Figure 46: (a) Evolution de la quantité d'AFt et AFm formées en fonction de temps ; (b) Comparaison entre la cinétique d'expansion et la cinétique de précipitation de l'ettringite [Salgues et al. 2012]	62
Figure 47: Enregistrement de la température d'une poutre 18x4,5x4,5 m ³	69
Figure 48 : Profil de température réaliste choisi pour les tests de validation	69
Figure 49 : Granulométrie des granulats NR (d'après [Martin 2010])	72
Figure 50 : Granulométries comparées des sables LN 0/4 et NR 0/2	72
Figure 51: Histoire thermique et hydrique lors des traitements thermiques au jeune âge et tardif + essais mécaniques	76
Figure 52 : Système de traitement thermique d'après [Martin 2010]	77
Figure 53 : Conservation des prismes dans les bacs	78
Figure 54 : Photos de coulage pour un traitement thermique tardif	80
Figure 55 : Photos coulage et traitement thermique jeune âge et tardif.	81
Figure 56 : Résultats d'affaissement des bétons R1 et R0 en fonction de la température ambiante	83
Figure 57 : Exemple du traitement thermique à 81°C pendant 1 jour.	84
Figure 58 : Profils de température enregistrés des deux tests de validation	85
Figure 59 : Matériel de surfacage au soufre (a : Pot chauffant + bâti de surfacage; b : éprouvettes surfacée)	86
Figure 60 : Mesure du module d'Young et du coefficient de Poisson (Presse MFL 100 kN) (a) : fixation de l'extensomètre J2P sur l'éprouvette et vérification des capteurs ; (b) : déroulement de l'essai	87
Figure 61 : Essai de traction par fendage (presse du laboratoire Navier)	87
Figure 62 : Coupe transversale cylindre 11-22 - Tranches à découper pour caractériser la porosité accessible à l'eau	90
Figure 63: Déroulement d'un essai de porosimétrie accessible à l'eau. (a) : Echantillons à tester ; (b) : Mise sous vide des échantillons dans les dessiccateurs ; (c) : séchage des échantillons dans une étuve à 105°C.	92
Figure 64 : Comparaison de la porosité accessible à l'eau pour les éprouvettes R1 avant et après un traitement tardif	93
Figure 65 : Comparaison de la porosité accessible à l'eau pour les éprouvettes R0 avant et après un traitement tardif	94
Figure 66 : Résultats de la porosité accessible à l'eau pour les éprouvettes R1 traitées au jeune âge	94
Figure 67 : Résultats de la porosité accessible à l'eau pour les éprouvettes R0 traitées au jeune âge	95
Figure 68 : Résultats de la porosité accessible à l'eau au niveau des tranches supérieures, centrales et inférieures des éprouvettes R1 traitées au jeune âge à 71°C pendant 2, 7, 14 et 28 jours	95
Figure 69 : Coupe transversale cylindre 11-22 - Tranches pour la caractérisation de la lixiviation	96
Figure 70 : Lixiviation des alcalins en phase de cure. (a) : cas d'un traitement thermique au jeune âge ; (b) : cas d'un traitement thermique tardif	97

Liste des figures

Figure 71 : Bâti de mesure. (a) : emplacement des inserts dans les prismes 11-11-22 ; (b) : bâtis de mesure des expansions ; (c) : mise à niveau du bâti et du prisme ; (d) : capteurs numériques d'enregistrement des expansions ; (e) : mesure des variations dimensionnelles des prismes 11-11-22	99
Figure 72 : Exemple des données enregistrées avant et après traitement	100
Figure 73 : Emplacement des plots sur les prismes pour les mesures d'extensométrie	101
Figure 74 : Extensomètre à pointeaux + barre étalon [Martin 2010]	101
Figure 75 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 28 jours	102
Figure 76 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 7 jours	103
Figure 77 : Exemple de relevé de fissures	104
Figure 78 : Etapes de traitement d'image	104
Figure 79 : Calcul de longueur totale et les orientations des fissures.	105
Figure 80 : Prisme 11-11-22 (cm ³) - Tranches à découper pour l'analyse DRX	105
Figure 81 : Expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 61°C pendant 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage)	108
Figure 82 : Expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 66°C pendant 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage)	108
Figure 83 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 61°C et 66°C pendant 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage)	109
Figure 84 : Expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 71°C pendant 2, 7, 12, 14 et 28 jours (J=Traitement thermique après le coulage)	109
Figure 85 : Expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 5, 7 et 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage)	110
Figure 86 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 5, 7 et 14 jours avec l'expansion du traitement de validation V_79 (J=Traitement thermique après le coulage)	111
Figure 87 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité dans la piscine et l'étuve (J=Traitement thermique après le coulage) (a : vue d'ensemble ; b : zoom)	112
Figure 88 : Expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R0 (béton peu réactif) traité à 61°C pendant 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage)	113
Figure 89 : Expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R0 (béton peu réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage) (a : vue d'ensemble ; b : zoom)	114
Figure 90 : Comparaison de l'expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R0 (béton peu réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours avec l'expansion suite au traitement thermique réaliste V_79 (J=Traitement thermique après le coulage)	115
Figure 91 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R0 (béton peu réactif) traité dans la piscine et l'étuve (J=Traitement thermique après le coulage) (a : vue d'ensemble ; b : zoom)	116
Figure 92 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à : 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours ; 86°C pendant 5 jours ; selon le traitement thermique réaliste V_79 (T=Traitement thermique après 100 jours)	117
Figure 93 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité dans la piscine et l'étuve (T=Traitement thermique après 100 jours) (a : vue d'ensemble ; b : zoom)	118
Figure 94 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R0 (béton peu réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 7 jours (T=Traitement thermique après 100 jours)	119
Figure 95 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité pendant 7 jours à 71 et 81°C (a : vue d'ensemble ; b : zoom)	120
Figure 96 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité pendant 14 jours à 61, 66, 71 et 81°C (a : vue d'ensemble ; b : zoom)	121
Figure 97 : Comparaison des expansions des éprouvettes R1 traitées au jeune âge et tardivement à 81°C pendant 1 jour	122
Figure 98 : Comparaison des expansions des éprouvettes R1 traitées au jeune âge et tardivement à 81°C pendant 3 jours	122
Figure 99 : Comparaison des expansions des éprouvettes R1 traitées au jeune âge et tardivement à 81°C pendant 7 jours	123

Liste des figures

Figure 100 : Comparaison des expansions des éprouvettes R1 traitées au jeune âge et tardivement à 81°C pendant 14 jours	123
Figure 101 : Comparaison des expansions des éprouvettes R1 suite au traitement thermique de validation dans la piscine (V_79)	124
Figure 102 : Comparaison des expansions des éprouvettes R1 suite au traitement thermique de validation dans l'étuve (V_74)	124
Figure 103 : Prise de masse des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 71°C pendant 2, 7, 12, 14 et 28 jours (J=Traitement thermique après le coulage)	125
Figure 104 : Prise de masse des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 5, 7 et 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage)	126
Figure 105 : Prise de masse des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 5, 7 et 14 jours (T=Traitement thermique après 100 jours)	126
Figure 106 : Déformation des éprouvettes en fonction de la prise de masse relative (a : cas jeune âge ; b : cas tardif)	127
Figure 107 : Comparaison avec les prédictions du modèle de Brunetaud (cas 1)	130
Figure 108 : Comparaison avec les prédictions du modèle de Brunetaud (cas 2)	130
Figure 109 : Comparaison des prédictions des modèles de Brunetaud 2005 et Larive 1998 aux résultats de suivi dimensionnel (R2_H100-H30_GL_28) [Martin 2010]	131
Figure 110 : Comparaison entre les prédictions de la loi proposée et les résultats expérimentaux R1_J_81_14	132
Figure 111 : Comparaison entre les prédictions de la loi proposée et les résultats expérimentaux du cas de concomitance RSI-RAG (R2_H100-H30_GL_28) [Martin 2010]	133
Figure 112 : Expansion finale en fonction de la durée d'échauffement pour le béton R1 traité au jeune âge à 71°C et à 81°C	135
Figure 113 : Temps de latence en fonction de la durée d'échauffement pour le béton R1 traité au jeune âge à 71°C et à 81°C	136
Figure 114 : Temps caractéristique en fonction de la durée d'échauffement pour le béton R1 traité au jeune âge à 71°C et à 81°C	137
Figure 115 : Résultat de DRX pour le béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours	140
Figure 116 : Résultat de DRX pour le béton R1 traité tardivement à 81°C pendant 1, 3 et 14 jours	140
Figure 117 : Comparaison de l'évolution de la longueur des fissures avec les expansions enregistrées	141
Figure 118 : Comparaison des relevés de fissures en fin d'expansion du béton R1 traité à 81°C pendant 3 jours (a) : au jeune âge ; (b) : après 100 jours	142
Figure 119 : Relevé de fissures de l'éprouvette R1_J_71_7 (face latérale)	143
Figure 120 : (a) : Energie thermique totale ($T_0=20^\circ\text{C}$) ; (b) Energie thermique utile	148
Figure 121 : Influence de l'intégrale du profil de température en fonction de temps lors de la phase de cure en prenant une température de référence de 20, 50, 61, 62, 63, 64 et 65°C	149
Figure 122 : Effet de l'énergie thermique utile sur l'expansion finale (béton R1)	150
Figure 123 : Effet de l'énergie thermique utile sur l'expansion finale (Béton R0 et R1)	152
Figure 124 : Résultats de littérature en lien avec EU	154
Figure 125 : Influence de la teneur en alcalins sur la température seuil]]	155
Figure 126 : Expansion finale en fonction de l'énergie thermique utile (résultats de [Brunetaud 2005])	155
Figure 127 : Effet de l'énergie thermique totale sur le temps de latence	156
Figure 128 : Effet de l'énergie thermique utile sur le temps de latence	157
Figure 129 : Effet de l'énergie thermique utile sur le temps de latence (bétons R0 et R1)	158
Figure 130 : Allure de l'évolution du temps de latence en fonction de l'énergie thermique utile	160
Figure 131 : Résultats de la littérature en lien avec EU	161
Figure 132 : Effet de l'énergie thermique totale sur le temps caractéristique (béton R1)	162
Figure 133 : Effet de l'énergie thermique utile sur le temps caractéristique (béton R1)	162
Figure 134 : Effet de l'énergie thermique utile sur le temps caractéristique	164
Figure 135 : Résultats de la littérature en lien avec EU	164
Figure 136 : Effet de l'énergie thermique tardive sur l'expansion finale (béton R1)	165
Figure 137 : Sulfates et aluminium adsorbés dans les CSH suite à un traitement thermique au jeune âge et tardif [Famy et al. 2002].	166
Figure 138 : Effet de l'énergie thermique tardive sur l'expansion finale (bétons R1 et R0) (a : vue d'ensemble ; b : zoom)	167

Liste des figures

Figure 139 : Effet de l'énergie thermique tardive sur le temps de latence (béton R1)	168
Figure 140 : Effet de l'énergie thermique tardive sur le temps caractéristique (béton R1)	169
Figure 141 : Comparaison des expansions finales en fonction de l'EU pour le béton R1 suite à un traitement thermique similaire au jeune âge et tardivement	170
Figure 142 : Comparaison des temps de latence en fonction de l'EU pour le béton R1 suite à un traitement thermique similaire au jeune âge et tardivement	171
Figure 143 : Comparaison des temps caractéristiques en fonction de l'EU pour le béton R1 suite à un traitement thermique similaire au jeune âge et tardivement	172
Figure 144 : Evolution du module d'Young en fonction de la durée d'échauffement (71°C)	173
Figure 145 : Evolution du module d'Young en fonction de la durée d'échauffement (81°C)	174
Figure 146 : Evolution du module d'Young en fonction de la durée d'échauffement (81°C)-comparaison entre les deux bétons étudiés (R0 et R1)	176
Figure 147 : Effet de l'énergie thermique totale sur le module d'Young	177
Figure 148 : Effet de l'énergie thermique totale sur la résistance en compression	177
Figure 149 : Effet de l'énergie thermique utile sur le module d'Young	178
Figure 150 : Effet de l'énergie thermique utile sur la résistance en compression	179
Figure 151 : Module d'Young en fonction de la résistance en compression à 28 jours (béton R1)	180
Figure 152 : Evolution du temps de latence en fonction du module d'Young initial pour le béton R1	180
Figure 153 : Evolution du temps de latence en fonction du module d'Young initial (bétons R1 et R0)	181
Figure 154 : Fraction d'ettringite (béton R1 traité au jeune âge) en fonction de l'énergie thermique utile	183
Figure 155 : Expansion finale en fonction de la fraction d'ettringite (béton R1 traité au jeune âge)	184
Figure 156 : Fraction d'ettringite (béton R1 traité tardivement) en fonction de l'énergie thermique utile	184
Figure 157 : Expansion finale en fonction de la fraction d'ettringite (béton R1 traité tardivement)	185
Figure 158 : comparaison entre l'indice I (calculé avec les paramètres du Tableau 30) en fonction de l'énergie thermique utile	187
Figure 159 : Comparaison entre l'indice I (calculé avec les paramètres du Tableau 31) et l'énergie thermique utile	188
Figure 160 : Evolution de la quantité de sulfates adsorbés dans les CSH	190
Figure 161 : Evolution de la quantité d'aluminium libre en fonction de l'EU.	191
Figure 162 : Evolution des sulfates, aluminium et de l'ettringite en fonction de l'EU (béton R1)	192
Figure 163 : comparaison de loi d'expansion proposée avec les résultats expérimentaux (béton R1)	192
Figure 164 : Evolution des sulfates, aluminium et de l'ettringite en fonction de l'EU (béton R0)	193
Figure 165 : Comparaison de loi d'expansion proposée avec les résultats expérimentaux (béton R0)	193
Figure 166 : Prédictions des paramètres d'expansion (expansion finale, temps de latence et temps caractéristique) en fonction de l'énergie thermique utile (béton R1)	195
Figure 167 : Exemple de prédiction de l'expansion due à la RSI en fonction de temps	196
Figure 168 : Organigramme de prédiction des expansions dues à la RSI	196

Introduction

La réaction sulfatique interne (RSI) est une pathologie des matériaux cimentaires, mise à jour relativement récemment sur des ouvrages, causée par la précipitation tardive de l'ettringite (notée également AFt) qui est un produit normal de l'hydratation du ciment. Ce caractère pathologique de la formation tardive de l'ettringite, après une période de déstabilisation due à un échauffement excessif, est lié au caractère expansif de cette néoformation alors que le béton a acquis sa structure résistante et que les ouvrages ne peuvent s'accommoder de déformations imposées aussi importantes et souvent variables dans l'espace. L'échauffement qui déclenche la RSI peut avoir eu lieu au moment de l'hydratation (cette réaction exothermique conduit à un dégagement de chaleur induisant des élévations significatives de température, en particulier au cœur des pièces massives). Dans le cas des pièces en béton préfabriquées, un échauffement peut aussi être appliqué au matériau au jeune âge pour accélérer la prise et permettre un décoffrage plus rapide afin d'augmenter la cadence journalière des fabrications. L'échauffement peut aussi intervenir sur béton mature. A ce jour, les structures soumises à des incendies, certaines parties de structures de production d'énergie ou les colis de stockage de déchets radioactifs soulèvent certaines interrogations concernant les risques de RSI, ces structures étant soumises à des échauffements tardifs pendant leur durée de vie [Barbarulo 2002, Brunetaud 2005]. Lors du développement des expansions, on observe la formation de fissures et une dégradation des performances mécaniques nuisant à la capacité portante et aux fonctionnalités en service des structures touchées [Figure 1]. Ces désordres apparaissent généralement après plusieurs années, voire dizaines d'années, compliquant l'étude de cette pathologie et le choix des moyens de réparation à mettre en œuvre pour augmenter la durée de vie des ouvrages touchés.

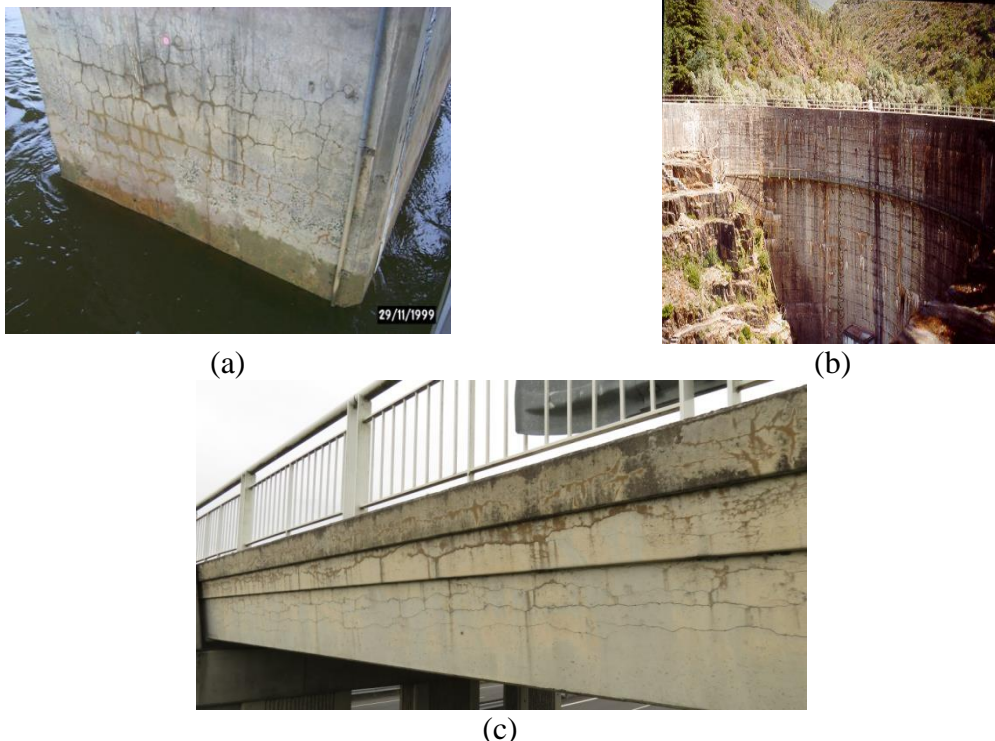


Figure 1 : Exemples d'ouvrages touchés par la RSI

En France, plus d'une centaine d'ouvrages d'art, dont certains stratégiques, sont aujourd'hui considérés comme touchés par la RSI de façon avérée [Godart & Divet 2013]. Pour

ces ouvrages, force est de constater que l'impact du développement de cette réaction endogène sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques des bétons de ces structures n'est pas connu précisément, ce qui a motivé un investissement constant du LCPC puis de l'IFSTTAR sur le sujet depuis plus de 15 ans. Vu les conditions nécessaires en termes d'histoire thermique et d'état d'exposition hydrique pour le développement de cette pathologie, les barrages constituent également des ouvrages à risque vis-à-vis du développement de la RSI. Ainsi, dans le cadre de ses activités, la société Electricité de France (EDF), amenée à gérer des ouvrages à risque vis-à-vis de la RSI, a apporté sa contribution au cofinancement des travaux de cette recherche, l'objectif étant d'approfondir les connaissances vis-à-vis du développement de cette pathologie, afin d'améliorer la prédiction et de proposer des recommandations aidant à la gestion des ouvrages.

Deux types d'échauffement peuvent ainsi être en cause dans le déclenchement de la RSI : les échauffements dits « au jeune âge » résultant soit du dégagement de chaleur par l'hydratation du ciment dans une pièce massive, soit d'un procédé de préfabrication excessivement sévère ; et les échauffements dits « tardifs » qu'on peut rencontrer pour des structures en périphérie de zones incendiées, pour des colis de stockage de déchets radioactifs ou pour certains éléments de structure de production d'énergie. L'objectif de notre recherche est de préciser et quantifier la relation entre l'histoire thermique subie (au jeune âge ou tardive) et la courbe caractérisant le gonflement libre en fonction du temps (potentiel et cinétique de gonflement) afin de compléter les recommandations de prévention [Kretz et al. 2007] et d'améliorer les méthodes de diagnostic des structures atteintes de cette pathologie [Baghdadi 2008] [Li 2002] [Germain et al. 2010]. Dans ce dernier cadre, on cherche à quantifier l'effet d'échauffements sur la RSI afin de prédire les expansions sur la base de la connaissance de l'histoire thermique de la structure. Certains outils de re-calcul ont été développés, tel le module RGIB du code CESAR [Baghdadi 2008] [Seignol et al. 2012] qui permet de recalculer les structures atteintes de cette pathologie. La présente recherche a pour but de valider, améliorer ou élaborer les lois de couplage donnant l'expansion induite par la RSI en fonction de l'histoire thermique au jeune âge [Baghdadi 2008] [Martin et al. 2012], et d'adapter ou élaborer une nouvelle loi permettant la prédiction des expansions dues aux échauffement tardifs, ainsi que la prédiction des cinétiques des expansions en fonction de l'histoire thermique.

Diverses études ([Taylor et al. 2001], [Brunetaud et al. 2005], [Baghdadi et al. 2008]), ont en effet montré que non seulement la température maximale atteinte lors de l'échauffement mais aussi la durée de maintien au dessus d'une température « critique » sont des paramètres déterminants vis-à-vis de l'amplitude et de la cinétique des gonflements de RSI. Par ailleurs, certains auteurs [Barbarulo et al. 2005] ont montré que l'application d'un échauffement tardif (intervenant longtemps après la prise) peut également conduire au développement de gonflements attribués à la RSI sans en fournir de quantification systématique. Les travaux existants nécessitent des investigations complémentaires afin de clarifier le rôle de la température et de la durée d'échauffement ainsi que l'importance de l'âge du matériau au moment du traitement thermique. Plusieurs études [Scrivener et al. 1999] [Taylor et al. 2001] [Brunetaud 2005] ont contribué à la compréhension du mécanisme réactionnel du développement de cette pathologie, causée par une élévation de température au jeune âge, en se basant sur des observations microscopiques. Cependant, les théories proposées divergent, en particulier, en termes de localisation de la précipitation des produits réactifs. D'autres études se sont intéressées à la modélisation de la RSI [Baghdadi 2008] [Salgues 2013], mais elles nécessitent une base de données expérimentale afin de valider et optimiser les prévisions. Un

besoin de préciser le risque pour les échauffements tardifs [Barbarulo 2002] [Brunetaud 2005] pour plusieurs histoires thermiques est également identifié.

Plusieurs cas d'expertise ont confirmé que la température maximale atteinte dans le béton a un rôle critique, conduisant à des déclenchements éventuellement localisés dans les structures ayant fait objet des expertises [Godart & Divet 2013]. Ceci a été observé dans le cas des pièces massives contrairement aux pièces creuses, ainsi que des situations où la température du béton frais a été plus élevée. Le retour d'expérience issu des expertises d'ouvrages a également confirmé le rôle de la durée d'échauffement, ainsi pour les pièces massives où les durées « chaudes » sont d'environ quelques jours, la température seuil de déclenchement de la RSI est de l'ordre de 65°C à 70°C. Alors que, en cas de pièces préfabriquées où la durée des traitements thermiques est d'environ quelques heures, la température seuil de déclenchement de la RSI est plutôt de l'ordre de 80°C à 85°C. Ces éléments sont à la base des recommandations de prévention [Kretz et al. 2007] après analyse progressive des phénomènes.

Le programme de cette thèse a comme objectif d'approfondir la compréhension de l'effet de l'histoire thermique (température et durée d'échauffement) au jeune âge sur le développement des expansions, et d'élargir la base de données des modèles de prédiction proposés dans la littérature, ainsi que d'évaluer et de quantifier l'effet de différents traitements thermiques tardifs où peu de données sont disponibles dans la littérature.

Ce mémoire présente dans un premier temps une synthèse bibliographique des effets de la température sur le développement de la réaction sulfatique interne. Il résume les principaux acquis sur la RSI, les paramètres influençant cette réaction, et présente un état des lieux sur les différents mécanismes de gonflement proposés dans la littérature ainsi que les différents phénomènes mis en jeu lors de l'expansion. La deuxième partie décrit l'ensemble du programme expérimental réalisé, la qualification des moyens expérimentaux, les traitements thermiques appliqués, ainsi que les résultats de caractérisation des matériaux. La troisième partie détaille les résultats obtenus en termes de suivis dimensionnels et massiques pour différentes histoires thermiques appliquées au jeune âge et tardivement, et la quantification des courbes d'expansion via un modèle mathématique. Enfin, la quatrième partie s'efforce de proposer une interprétation cohérente des résultats d'expansions (cinétiques et magnitudes) et des effets de la RSI sur les propriétés mécaniques en fonction des différentes histoires thermiques fournies, et propose une loi de prédiction des expansions.

1 Synthèse bibliographique

1.1 Définition de la réaction sulfatique interne

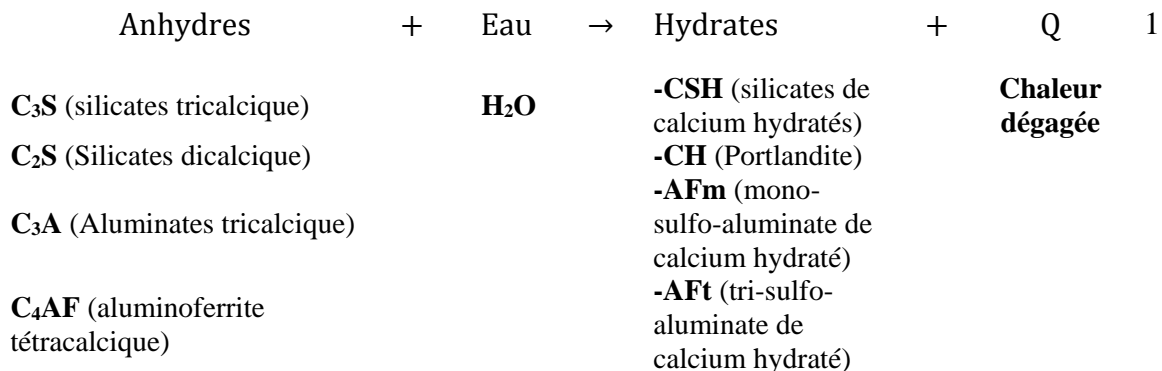
La réaction sulfatique interne (RSI) est une pathologie endogène qui touche certains ouvrages en béton, sans apport extérieur de sulfates, sous réserve de la présence simultanée de plusieurs conditions (température d'hydratation, composition chimique, conditions environnementales...). L'élévation de la température constitue un paramètre nécessaire pour le déclenchement de cette pathologie, qui cause la déstabilisation de l'ettringite primaire, produit normal de l'hydratation du béton. Suite à cette déstabilisation à haute température, c'est la néoformation de l'ettringite après refroidissement qui est responsable de l'apparition des désordres structuraux. La RSI, découverte relativement récemment, a été identifiée sur des structures en béton à la fin des années 1980 : les cas in-situ d'apparition de la RSI ont été observés dans un premier temps sur des pièces en béton préfabriquées [Heinz & Ludwig 1987], puis dans le cas des structures massives [Divet et al. 2003].

La RSI est attribuée à la formation différée de l'ettringite dans la matrice cimentaire durcie. Elle peut causer des désordres importants au niveau des structures suivant les conditions environnementales, particulièrement en situation d'apport hydrique, et nuire à leurs performances mécaniques [Kretz et al. 2007]. Ces désordres peuvent se manifester par l'apparition de quelques fissures (multidirectionnelles et/ou orientées) et par le gonflement de toutes ou quelques parties des structures touchées.

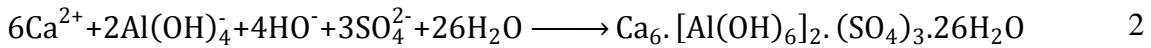
La difficulté de compréhension de ce phénomène a donné naissance à plusieurs controverses dans la communauté scientifique. Le nom à attribuer à cette réaction a fait l'objet d'une de ces controverses : le terme DEF (Delayed Ettringite Formation), utilisé par plusieurs auteurs [Scrivener et al. 1999] [Taylor et al. 2001], est employé dans la littérature. Ce terme désigne tout re-largage interne tardif des sulfates dans des structures ayant subi un échauffement [Scrivener & Skalny 2005]. Cependant, le terme RSI reste le plus utilisé dans les études récentes en France sur cette pathologie [Baghdadi 2008] [Martin 2010] [Salgues 2013]. Nous utiliserons cette dénomination dans la suite de ce mémoire.

1.1.1 Définition

L'hydratation du béton est une réaction exothermique. Il s'agit de la réaction des éléments anhydres du ciment principalement, en notation cimentaire (C_3S , C_2S , C_3A et C_4AF) avec l'eau, formant ainsi les hydrates (CSH, CH, AFm et AFt,..) et conduisant à un dégagement de chaleur. Elle peut être synthétisée comme suit :



L'ettringite (sel de Candlot) AFt, qui est le produit responsable du gonflement dû à la RSI, correspond à la formule $[\text{Ca}_3\text{Al}(\text{OH})_6 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]_2 (\text{SO}_4)_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, ou en utilisant la notation des cimentiers $\text{C}_3\text{A} \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$ [Taylor 1997], c'est un produit normal de l'hydratation du ciment Portland. Elle est formée lors de l'hydratation des aluminates tricalciques $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ (C_3A en notation cimentaire) en présence de sulfates sous forme de gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), hémihydrates ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$) ou anhydrite (CaSO_4) jouant le rôle de régulateur de prise de ciment. L'ettringite précipite selon la réaction suivante [Taylor et al. 2001] :



L'ajout de gypse est nécessaire pour contrôler la cinétique d'hydratation des C_3A [Figure 2] et pour éviter la fausse prise du ciment due à la précipitation rapide des aluminates de calcium hydraté (par exemple les hydrogrenats C_3AH_6 [Minard 2003]) sur la surface des anhydres. Ainsi, l'hydratation est ralentie et ne se fait que par des processus de diffusion, causant par la suite un faible degré d'hydratation de la pâte de ciment et une faible résistance mécanique à long terme.

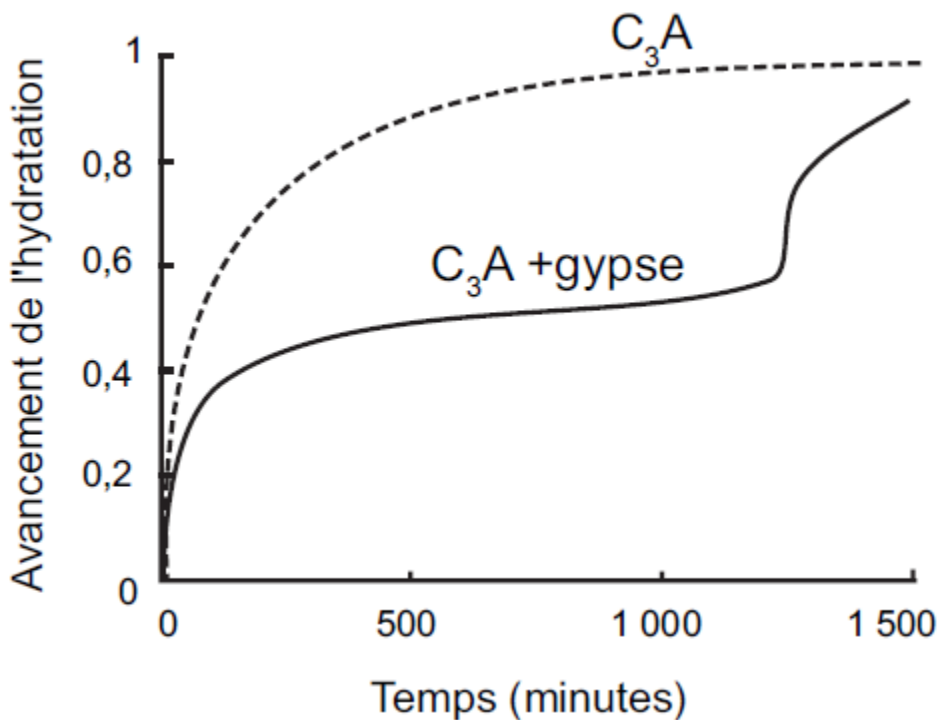


Figure 2: Avancement de l'hydratation du C_3A seul et du mélange C_3A -gypse [Minard 2003]

1.1.2 Structure cristalline

L'ettringite a une structure cristalline de forme hexagonale parallèle à l'axe c de la structure comme il est montré dans la [Figure 3-a]. Elle est formée d'une colonne d'hydroxyde d'aluminate de calcium hydraté $[\text{Ca}_3\text{Al}(\text{OH})_6]_2$ de charge positive, avec 4 colonnes par maille [Figure 3-b] d'ions SO_4^{2-} de charge négative et de molécules d'eau dans les espaces formés par les canaux [Moore & Taylor 1970].

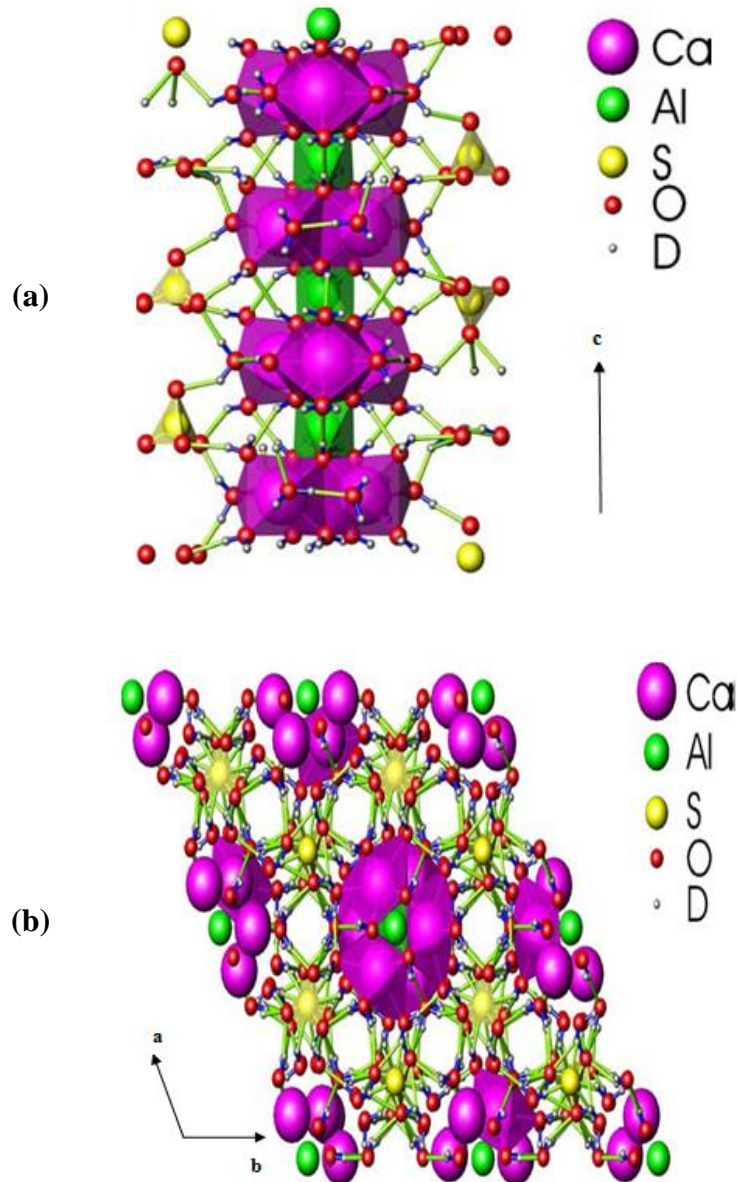


Figure 3: Structure cristalline de l'ettringite [Hartman & Berliner 2005] (a. suivant l'axe c; b : dans le plan xy)

D : deutérium (^2H) est un isotope naturel de l'hydrogène, son noyau atomique contient un neutron et un proton, d'où le nombre de masse égale à 2.

Il existe trois types de molécules qui s'apparentent à de l'eau dans la structure de l'ettringite [Moore and Taylor 1970]:

- Les ions hydroxyles sur les colonnes (12 hydroxyles OH^-).
- Les molécules d'eau liées aux colonnes (48 molécules H_2O liées par liaisons hydrogène : forces de van der Waals).
- L'eau libre dans les canaux (4 molécules).

Cette structure cristalline de l'ettringite riche en eau libre semble être à l'origine de l'apparition du phénomène de la RSI dans le cas d'un échauffement tardif qui pourrait déstabiliser facilement l'ettringite. Ainsi, [Barbarulo 2002] a détecté la présence de l'ettringite

par DRX avant l'application d'une cure thermique tardive sur des mortiers, et il a conclu que ce développement des expansions est dû à la dissolution et la re-précipitation de cette ettringite dans les espaces qu'elle occupait avant la cure thermique. Ce mécanisme diffère ainsi du cas d'un échauffement au jeune âge où l'ettringite n'arrive pas à précipiter dès les premiers stades d'hydratation.

1.2 Stabilité

Les gonflements dus à la RSI sont la conséquence de l'instabilité de l'ettringite à haute température et de sa précipitation tardive sous certaines conditions thermodynamiques [Brunetaud et al. 2007]. Les deux premières conditions dépendent de l'histoire thermique (température seuil de l'ordre de 65°C [Scrivener et al. 1999]), du béton de l'ouvrage et de l'environnement où il est situé (humidité élevée [Martin 2010]). Afin de bien comprendre les mécanismes d'expansion de cette pathologie, [Damidot & Glasser 1992] [Damidot & Glasser 1993] ont étudié la stabilité du système CaO-Al₂O₃-CaSO₄-H₂O vis-à-vis de la température et de la teneur en alcalins pour bien comprendre l'instabilité de l'ettringite à haute température, cause de sa précipitation tardive responsable des gonflements.

1.2.1 Stabilité de l'ettringite vis-à-vis de la température

Une élévation de température constitue une condition nécessaire pour le déclenchement de la RSI [Scrivener & Skalny 2005]. La communauté scientifique est assez confuse concernant l'éventuelle température seuil, mais la grande partie l'a fixée entre 65°C [Scrivener et al. 1999] et 70°C [Kelham 1995] [Heinz et al. 1999]. Cette valeur de seuil a été très discutée et il ne faut pas la considérer comme un seuil fixe mais comme un ordre de grandeur à mettre en relation avec la composition cimentaire et l'environnement [Brunetaud 2005]. L'élévation de température modifie l'équilibre chimique des hydrates. L'ettringite est très sensible à ce paramètre. En effet, elle est instable à des températures élevées.

La stabilité de l'ettringite vis-à-vis de la température a fait l'objet de plusieurs études ([Damidot & Glasser 1992] [Damidot & Glasser 1993] [Lothenbach et al 2007-a]).

Les figures 4, 5 et 6 représentent le diagramme de phase du système CaO-Al₂O₃-CaSO₄-H₂O étudié par [Damidot & Glasser 1992] et [Damidot & Glasser 1993]. Ces diagrammes montrent l'évolution de ce système à 25, 50 et 85°C avec la concentration en sulfates, en aluminates et en calcium.

A 25°C, dans les conditions normales d'hydratation, l'ettringite est stable, dans un domaine assez grand, à partir d'une faible concentration en sulfates. Pour des concentrations plus importantes en sulfates, les aluminates de calcium hydratés sont instables ce qui explique le rôle du gypse (teneur supplémentaire en sulfates) comme régulateur de prise lors de l'hydratation du ciment [Damidot & Glasser 1993]. A cette température les monosulfate aluminates de calcium (AFm) sont métastables (ils ont une cinétique de dissolution très lente).

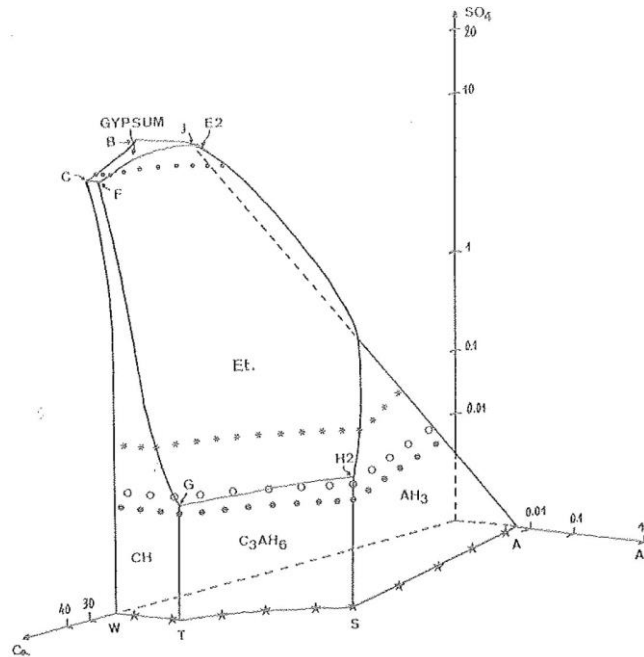


Figure 4: Diagramme de phases du système $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-CaSO}_4\text{-H}_2\text{O}$ à 25°C [Damidot & Glasser 1993].

A 50°C , la concentration minimale des sulfates nécessaire pour la stabilité de l'ettringite est plus importante que celle à 25°C . De plus, le domaine de stabilité est moins large. A cette température une nouvelle phase apparaît dans le diagramme de phase qui est le monosulfo aluminat de calcium (AFm) ; la présence de cette phase est due à la diminution de la solubilité de la Portlandite (CH). [Lothenbach et al 2007-b] sont arrivés à la même conclusion.

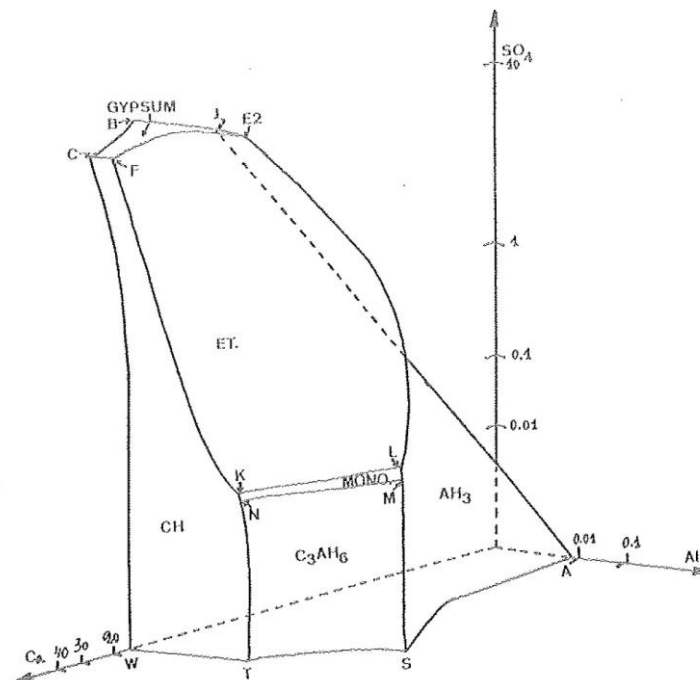


Figure 5: Diagramme de phases du système $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-CaSO}_4\text{-H}_2\text{O}$ à 50°C [Damidot & Glasser 1992].

A 85°C, le domaine de stabilité des AFm est plus étendu vis-à-vis de la concentration en sulfates du milieu ; ainsi une faible concentration de sulfates conduit à leur précipitation à la place de l'ettringite. Selon [Glasser et al. 1995], à cette température, la concentration minimale en sulfates pour la stabilité de l'ettringite est 50 fois plus importante que celle à 25°C.

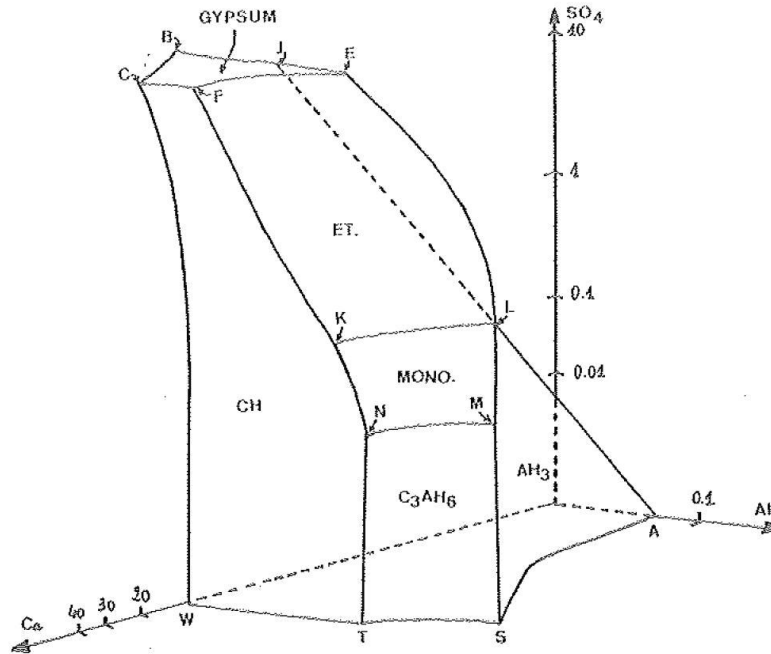


Figure 6: Diagramme de phases du système CaO-Al₂O₃-CaSO₄-H₂O à 85°C [Damidot & Glasser 1992].

Ces résultats sont confirmés par l'étude de [Thomas et al. 2003] comme il est montré dans la [Figure 7]. L'étude a été faite sur des pâtes de ciment CPO (Ciment Portland Ordinaire : CEM I selon l'appellation normalisée actuelle) hydratées à différentes températures allant de 20 à 50°C pendant des durées de quelques heures à 28 jours. Les mesures ont été effectuées par spectrométrie par torche à plasma (ICP-AES). Cette technique permet de doser l'ensemble des éléments en même temps. Le temps représente le temps d'hydratation, et l'indice de saturation (IS) a été calculé avec les relations suivantes :

$$IS_{AFt} = \log \left(\frac{[Ca^{2+}]^6 [SO_4^{2-}]^3 [Al(OH)_4^-]^2 [OH^-]^4}{K_{S0}} \right) \quad 3$$

$$IS_{AFm} = \log \left(\frac{[Ca^{2+}]^4 [SO_4^{2-}] [Al(OH)_4^-]^2 [OH^-]^4}{K_{S0}} \right) \quad 4$$

Où [X] est la concentration des ions participant à la composition de l'ettringite, et K_{S0} est le produit de solubilité théorique.

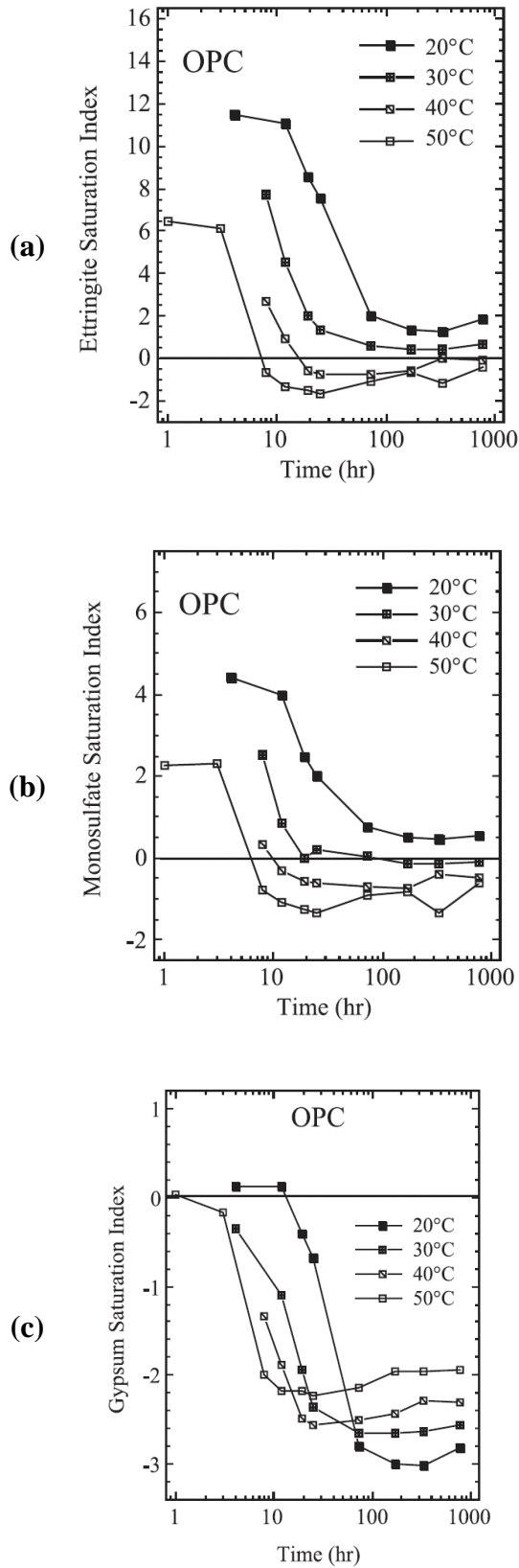


Figure 7: Indice de saturation de l'ettringite (a), du monosulfate (b) et du gypse en fonction de la durée d'hydratation du ciment CPO [Thomas et al. 2003]

Ces résultats montrent que l'indice de saturation de l'ettringite et du monosulfate [Figure 7-a et b] diminue avec l'élévation de la température d'hydratation. Après environ 10 heures d'hydratation, l'indice de saturation de l'ettringite connaît une diminution qui coïncide avec la consommation de tout le gypse aux premières heures de l'hydratation [Figure 7-c].

[Lothenbach et al. 2007-b] ont modélisé thermodynamiquement l'effet de la température (5, 20 et 50°C) sur l'hydratation et la porosité d'un ciment PLC (ciment Portland au calcaire (CEM II/A-LL selon l'appellation normalisée). Les résultats de la modélisation ont été validés par les résultats expérimentaux de l'étude [Lothenbach et al 2007-a]. A 5 °C les résultats numériques sont en accord avec l'expérimentation. Dans ce cas, l'ettringite est stable et précipite [Figure 8]. A 50°C, l'ettringite et les carbonates sont instables et se transforment en monosulfates comme il est montré dans la [Figure 9].

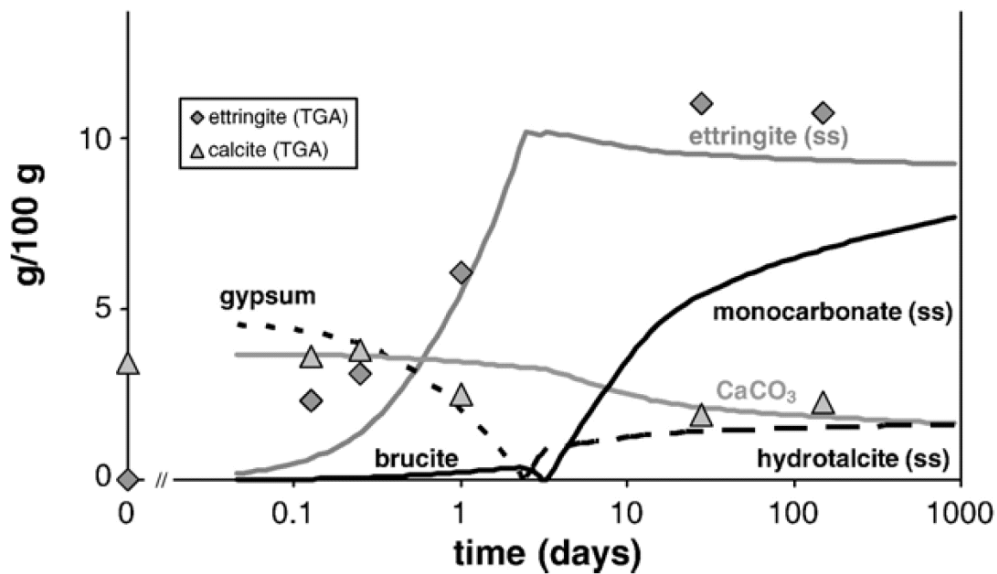


Figure 8: Comparaison de la modélisation (lignes) et de l'expérimentation (points) de l'hydratation d'un ciment à 5°C [Lothenbach et al. 2007-b]

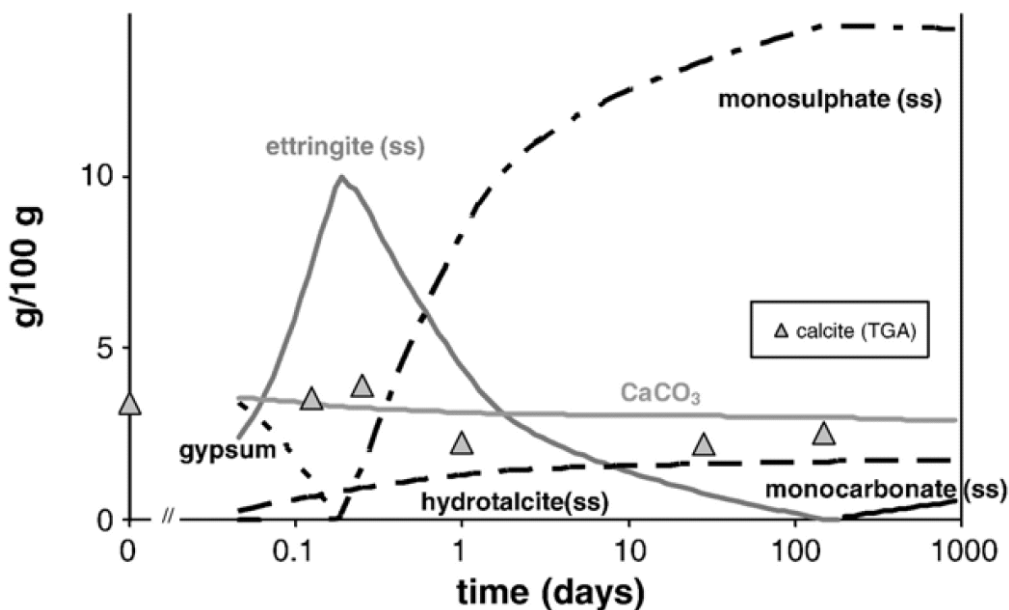


Figure 9: Comparaison de la modélisation (lignes) et de l'expérimentation (points) de l'hydratation d'un ciment à 50°C [Lothenbach et al. 2007-b]

Par ailleurs, la modélisation a montré que pour les ciments ayant un rapport $Al_2O_3/SO_3 > 1,3$, on remarque, à $50^\circ C$, une transformation totale de l'ettringite et d'une quantité importante des monocarbonates en monosulfates [Figure 10].

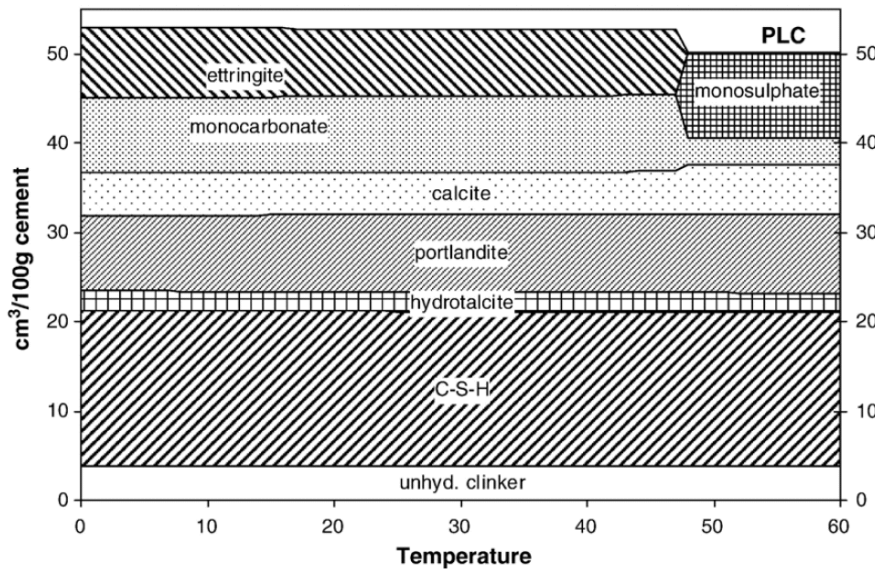


Figure 10: Calcul des volumes des hydrates en fonction de la température pour un ciment dont le rapport $Al_2O_3/SO_3 > 1.3$ [Lothenbach et al. 2007-b]

Pour les ciments ayant un ratio $Al_2O_3/SO_3 < 1,3$, la modélisation montre à $50^\circ C$ une transformation totale des monocarbonates et d'une quantité importante d'ettringite en monosulfates [Figure 11].

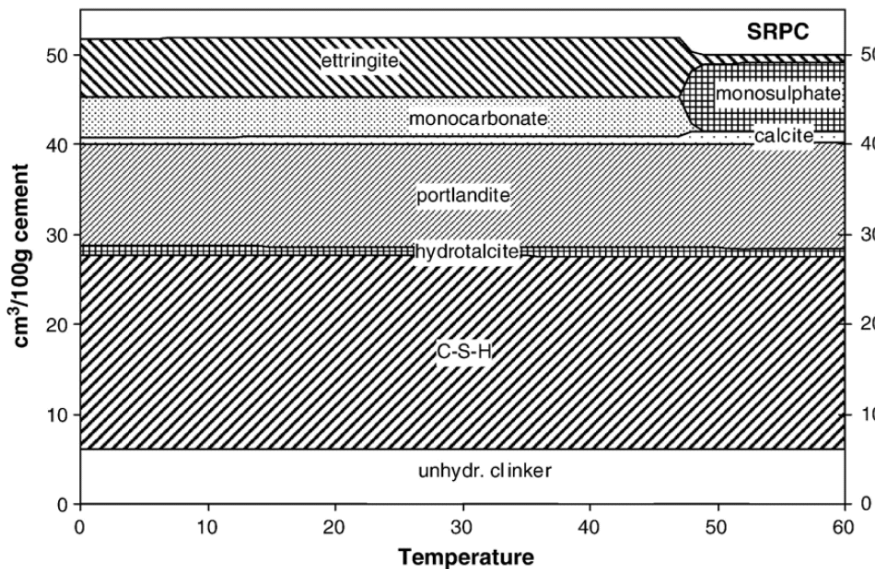


Figure 11: Calcul des volumes des hydrates en fonction de la température pour un ciment dont le rapport $Al_2O_3/SO_3 < 1.3$ [Lothenbach et al. 2007-b]

Dans le cadre de son modèle physico-chimique de la RSI, [Salgues 2013] a exprimé les équilibres thermodynamiques qui pilotent les phénomènes de précipitation et dissolution des hydrates AFt, AFm et CH en fonction de la température par ajustement sur les résultats expérimentaux de la littérature [Adenot 1992] [Damidot & Glasser 1992]

[Matschei et al. 2007]. Ils sont caractérisés par un coefficient de solubilité K_{SP} qui dépend de la température et peut être exprimé par l'équation de Van't Hoff.

$$\ln(K_{SP}) = \ln(K_0) + \frac{\Delta H_r^0}{R} \left(\frac{1}{T^0} - \frac{1}{T} \right) \quad 5$$

Avec :

H= Enthalpie de la réaction

R = Constante des gaz parfaits

T = Température absolue

K_{SP} =Solubilité en fonction de la température

K_0 =Solubilité à 25°C

$$K_{AFt} = 10^{-47} \times e^{(0.1693 T)} \quad 6$$

$$K_{AFm} = 10^{-30} \times e^{(0.0526 T)} \quad 7$$

$$K_{CH} = -10^{-5} \times e^{(0.029 T)} \quad 8$$

La [Figure 12] présente une simulation de ces équations après calage de l'enthalpie pour le cas de AFt, AFm et CH et en comparant avec les résultats expérimentaux [Salgues 2013]. Ce résultat montre qu'à haute température (de l'ordre de 85°C) la solubilité de l'ettringite est très élevée par rapport à celle à 20°C. Ainsi la concentration nécessaire (en théorie) en sulfates doit être 10000 fois supérieure à celle nécessaire à 20°C pour que l'ettringite précipite, ce qui n'est pas le cas vu que l'AFm est stable à cette température, et que le supplément des sulfates peut être adsorbé à la surface des CSH.

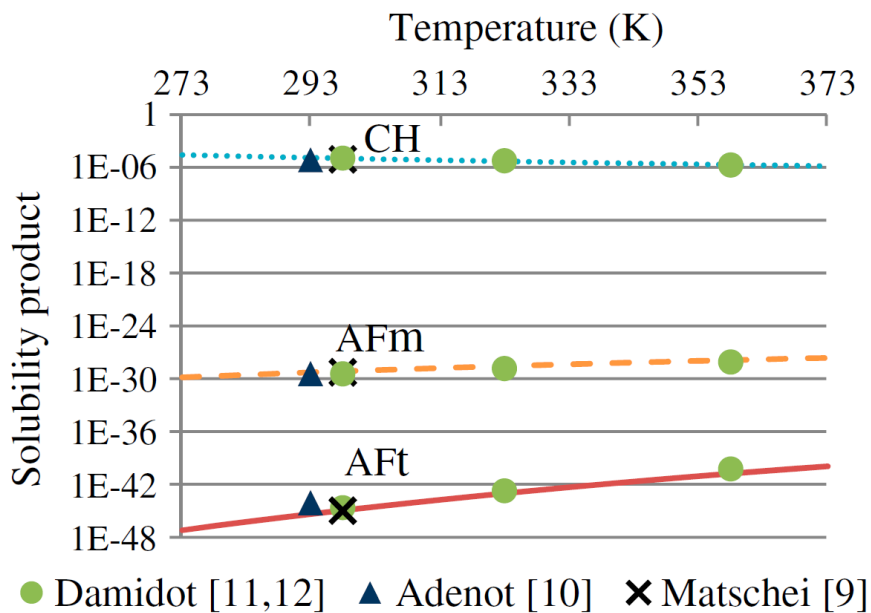


Figure 12: Solubilité de l'AFt, AFm et de la CH en fonction de la température [Salgues 2013]

En conclusion l'élévation de la température conduit à l'augmentation de la solubilité de l'ettringite ainsi qu'à l'augmentation du seuil minimal de concentration des sulfates nécessaire pour stabiliser l'ettringite thermodynamiquement. Dans ces conditions, l'ettringite n'arrive pas à précipiter dans le cas d'élévation de température au jeune âge et se dissout dans le cas d'un échauffement tardif. Par la suite, on assiste à une adsorption des sulfates sur les CSH et/ou à une précipitation d'AFm [Scrivener & Taylor 1993].

1.2.2 Stabilité de l'ettringite vis-à-vis des alcalins

Plusieurs auteurs [Damidot & Glasser 1993] [Barbarulo 2002] ont montré qu'un apport d'alcalins influence la stabilité du système CaO-Al₂O₃-CaSO₄-H₂O. Ainsi, la présence des alcalins en quantité importante augmente le pH de la solution interstitielle, ce dernier augmente la solubilité de l'ettringite et le passage des sulfates en solution interstitielle. Le produit de solubilité K de l'ettringite est exprimé comme suit:

$$K=[Ca^{2+}]^6[SO_4^{2-}]^3[Al(OH)_4^-]^2[OH^-]^4 \quad 9$$

La [Figure 13] montre qu'en présence d'alcalins, l'ettringite est stable pour une concentration en sulfates plus importante qu'en l'absence des alcalins.

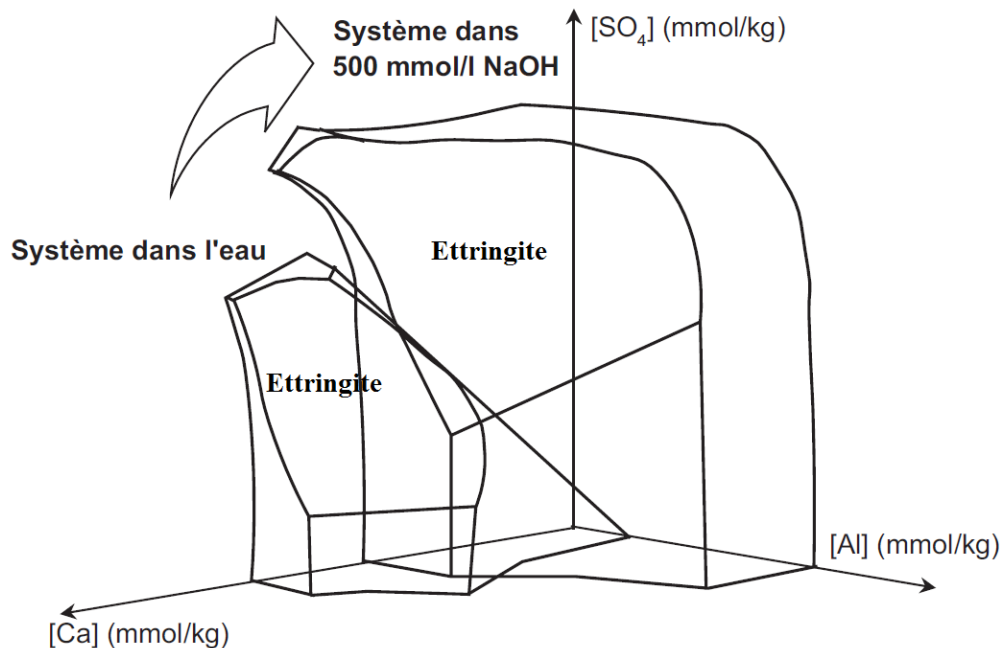


Figure 13: Comparaison des diagrammes de phases du système CaO-Al₂O₃-CaSO₄-H₂O à 25°C en présence ou non de 500 mmol/kg de NaOH [Damidot & Le Bescop 2008]

Les alcalins ont donc un rôle important pour la stabilité de l'ettringite. A court terme, leur présence augmente la solubilité de l'ettringite ; à long terme une chute de la teneur en alcalins favorise la précipitation tardive de l'ettringite. Cette diminution de la teneur en alcalins peut être due au phénomène de lixiviation, et également en présence de granulats réactifs vis-à-vis de la RAG qui consomment les alcalins présents dans la solution interstitielle (concomitance RAG et RSI) [Martin et al. 2010].

1.3 Adsorption des sulfates par les CSH

L'adsorption des sulfates par les CSH constitue une étape clé pour le mécanisme de néoformation d'ettringite qu'on détaillera par la suite (section 1.4). Cette adsorption constitue une source de sulfates à long terme après refroidissement du béton. Afin de bien comprendre ce phénomène, on commencera par présenter la structure cristalline des CSH.

Les silicates de calcium hydratés ont une structure en feuillets [Figure 14]. La cohésion des CSH est assurée par des forces électrostatiques de type Van der Waals ([Feldman & Sereda 1968] selon [Baroghel-Bouny 1994]). Il s'agit d'un gel très poreux, les espaces inter-feuillets sont remplis d'eau fortement liée à cause des faibles diamètres des pores qui sont de l'ordre de 20 Å.

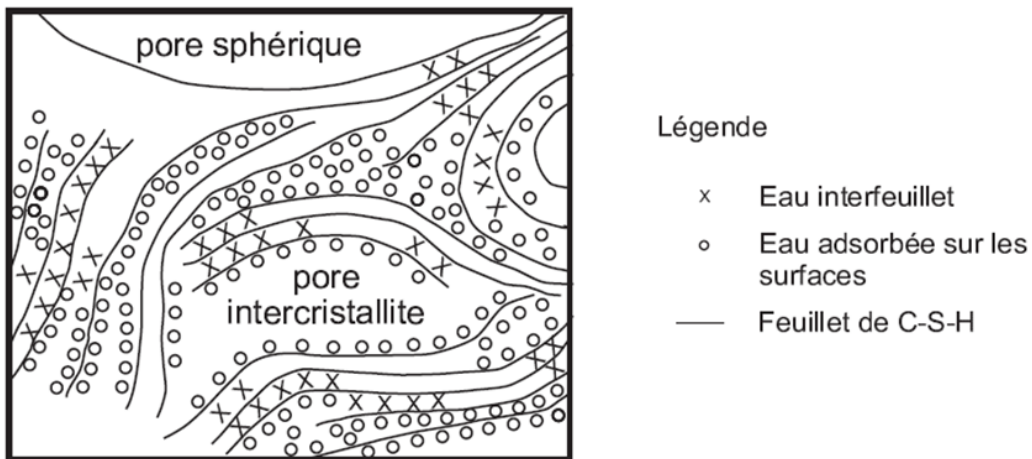


Figure 14: Modèle de CSH selon Feldman & Sereda 1968 [Baroghel-Bouny 1994]

Les CSH ont une surface chargée négativement pour les ratios C/S < 1 et chargée positivement pour les ratios C/S > 1 [Figure 15], ce qui peut expliquer les phénomènes d'adsorption sur leur surface pour un rapport de C/S = 1,7 [Nonat et al. 2001].

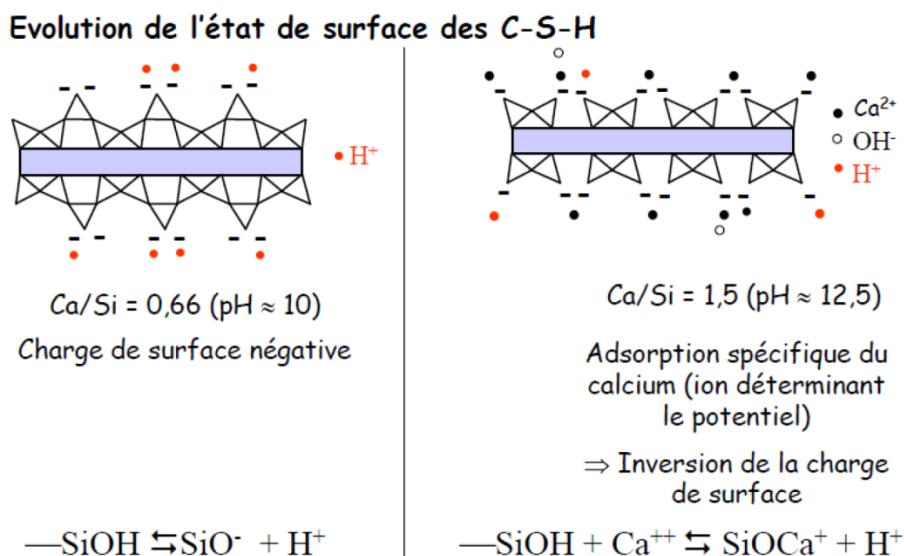


Figure 15: Structure cristalline du C-S-H et évolution de l'état de la surface des C-S-H en fonction du pH [Nonat et al. 2001]

Ce phénomène d'adsorption a été étudié par [Nachbaur 1997], en mesurant le potentiel zêta (il s'agit de la charge électrique d'un élément due à une adsorption ionique) pour différentes concentrations de sulfates et de calcium. La [Figure 16] présente les mesures du potentiel zêta des CSH dans une solution de sulfate de calcium. A partir de cette figure, on remarque que le point isoélectrique, qui est par définition le pH pour lequel la charge de la surface d'un élément devient nulle [Hausonne et al. 2005], se déplace vers les grandes concentrations en calcium quand la teneur en sulfate augmente. Selon lui, ceci est dû à l'adsorption des sulfates à la surface des CSH, causant une élévation de la charge négative surfacique, conduisant ainsi au déplacement du point isoélectrique vers les teneurs en calcium plus grandes.

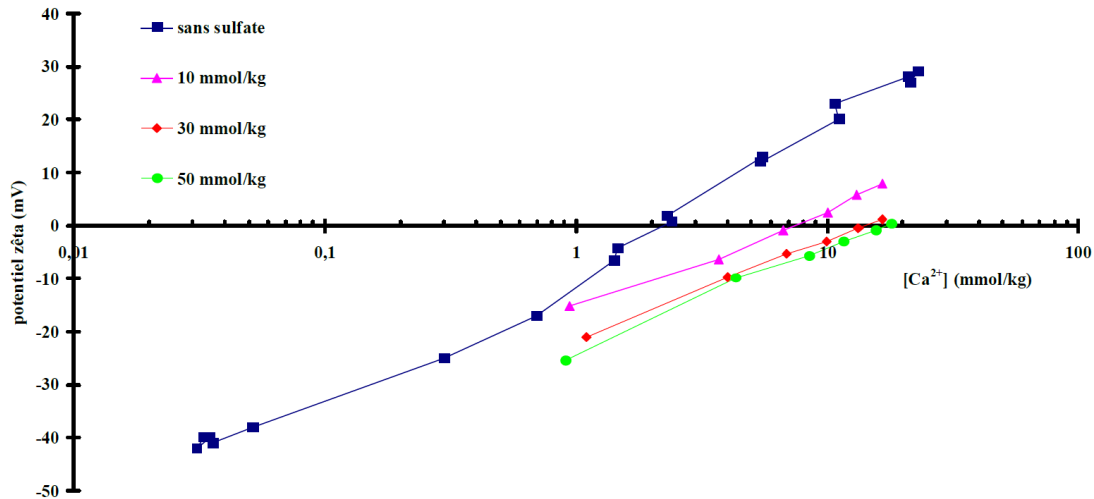


Figure 16 : Potentiel zêta de particule de CSH dans une solution de sulfate de calcium [Nachbaur 1997]

Plusieurs auteurs ont étudié la capacité d'adsorption des sulfates dans les CSH [Divet & Randriambololona 1998], [Barbarulo 2002], [Henocq 2005]. Barbarulo a étudié dans un premier temps cette capacité d'adsorption pour un ratio de C/S de 1,5 (ce rapport C/S=1,5 représente la valeur maximale pour cette étude ; au-delà de cette limite, la Portlandite précipite) dans des systèmes contenant des CSH et différentes concentrations en sulfates à 20 et 85°C. Les résultats de la [Figure 17] montrent un comportement similaire d'adsorption des sulfates par les CSH pour les deux températures 20 et 85°C.

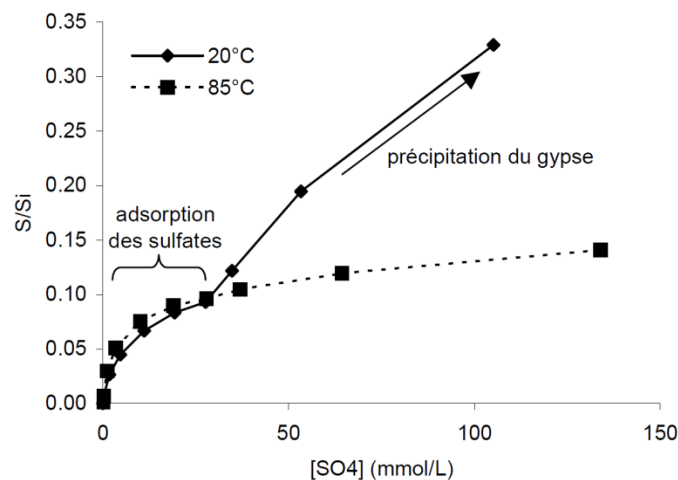


Figure 17: Quantité de sulfates adsorbée par les CSH à 20°C et 85°C [Barbarulo 2002]

Barbarulo a étudié la capacité d'adsorption des sulfates, ajoutés sous la forme de $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ solide, par les CSH en fonction de différents rapports C/S à 20°C et 85°C [Figure 18]. Il a conclu que cette adsorption ne dépend pas de la température, mais du rapport C/S et de la concentration en sulfates solides [Figure 18] et que la structure cristalline des CSH ne change pas dans la gamme de température 20 et 85°C. Selon lui, l'adsorption des sulfates est un phénomène purement chimique, il dépend du rapport C/S qui influence la charge électrique de surface des CSH.

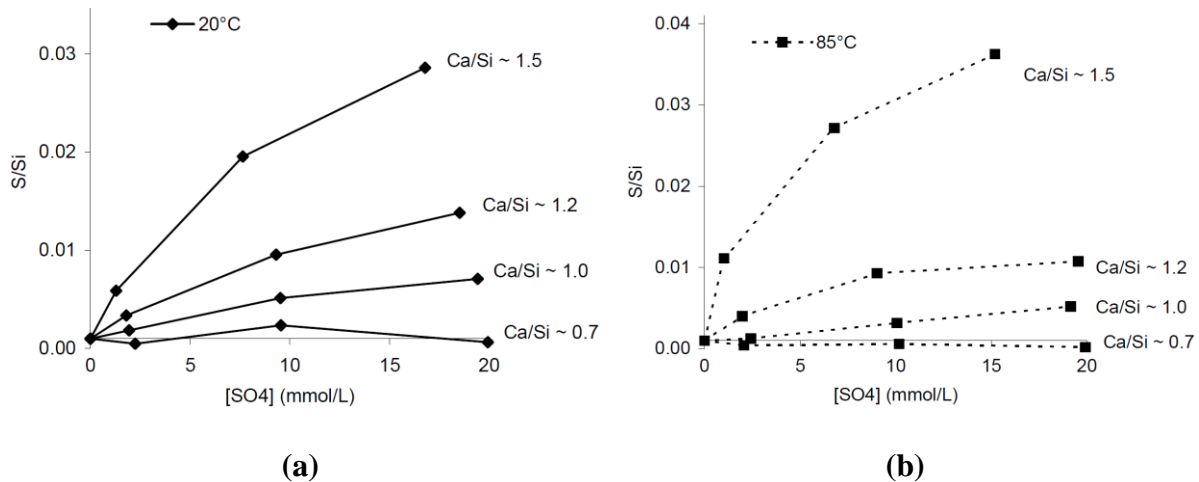


Figure 18 : Adsorption des sulfates dans les CSH à 20°C (a) et 85°C (b) [Barbarulo 2002]

Il est noté aussi par [Barbarulo 2002] que la présence de NaOH affaiblit la capacité d'adsorption des sulfates, alors que [Henocq 2005] n'observe pas une variation significative dans les mêmes conditions.

Selon [Divet & Randriambololona 1998], le phénomène de fixation des sulfates dans les CSH est réversible, par contre la vitesse d'adsorption est plus rapide que la vitesse de désorption.

1.4 Mécanisme de gonflement

Plusieurs auteurs ont proposé des théories expliquant le mécanisme des expansions dues à la RSI. Ce sujet a longtemps fait l'objet de controverses dans la communauté scientifique, et précisément à propos du lieu de précipitation de l'ettringite. Dans cette section, les théories les plus citées dans la littérature sont présentées et discutées.

1.4.1 Gonflement de l'ettringite colloïdale

Cette théorie a été proposée par [Mehta 1973]. Elle est liée à la morphologie de l'ettringite. Selon cette théorie, l'ettringite prend un caractère colloïdal en présence de chaux. Cette ettringite présente une surface spécifique importante négativement chargée, elle peut avoir un caractère expansif en adsorbant des molécules d'eau à sa surface.

1.4.2 Phénomène de la double couche électrique

Cette théorie a été proposée par [Li et al. 1996]. Ces auteurs estiment que l'expansion est provoquée par les phénomènes de répulsions électriques liés au lessivage des alcalins adsorbés sur la surface négative de l'ettringite colloïdale.

1.4.3 Gonflement localisé

[Heinz & Ludwig 1987] et [Yang et al. 1996] expliquent le développement de la RSI par la cristallisation tardive de l'ettringite au niveau de l'interface pâte-granulats (auréole de transition) qui est caractérisée par une porosité importante due à l'effet de paroi de béton. Ainsi, les ions sulfates migrent, du fait de conditions de transferts favorables, vers cette zone poreuse et créent l'ettringite. Ces auteurs se sont basés sur des observations au MEB qui ont montré la présence d'ettringite autour des granulats. Cependant, pour [Scherer 1999], la cristallisation de l'ettringite au niveau de l'interface pâte-granulats ne conduit pas au développement de pressions de cristallisation suffisamment importantes, vu que l'ettringite précipite sous forme d'aiguilles orientées parallèlement à l'interface pâte-granulats.

1.4.4 Gonflement homogène

La théorie la plus plausible selon la bibliographie est, au moins au début de la formation secondaire d'ettringite, celle du gonflement homogène. A haute température (supérieure à environ 65°C), l'ettringite est instable et ne peut pas précipiter à court terme (Section 1.2.1). [Taylor et al. 2001] ont montré que la concentration des sulfates dans la solution interstitielle d'un mortier après un traitement thermique est plus importante que dans le cas d'une hydratation à température ambiante. Ils expliquent ceci par la présence des sulfates piégés dans les CSH sous forme de SO_4^{2-} et de monosulfoaluminate de calcium hydraté. Après le retour à la température ambiante et en présence d'humidité suffisante pour assurer les transferts ioniques à l'intérieur de la matrice poreuse du béton [Magnus et al. 2015], l'ettringite redevient stable et peut re-précipiter sous forme de nano et micro cristaux d'AFt [Figure 19] dans les CSH externes présentant une porosité très fine favorisant le développement de pressions de cristallisations très élevées (section 1.7.1). Cette précipitation tardive autour des CSH, qui sont répartis d'une manière homogène dans la pâte de ciment, conduit à un gonflement homogène de la pâte et à l'apparition des microfissures [Taylor et al. 2001], tant au sein de cette pâte qu'autour des granulats (inertes) qui tendent à être déchaussés par cette expansion.

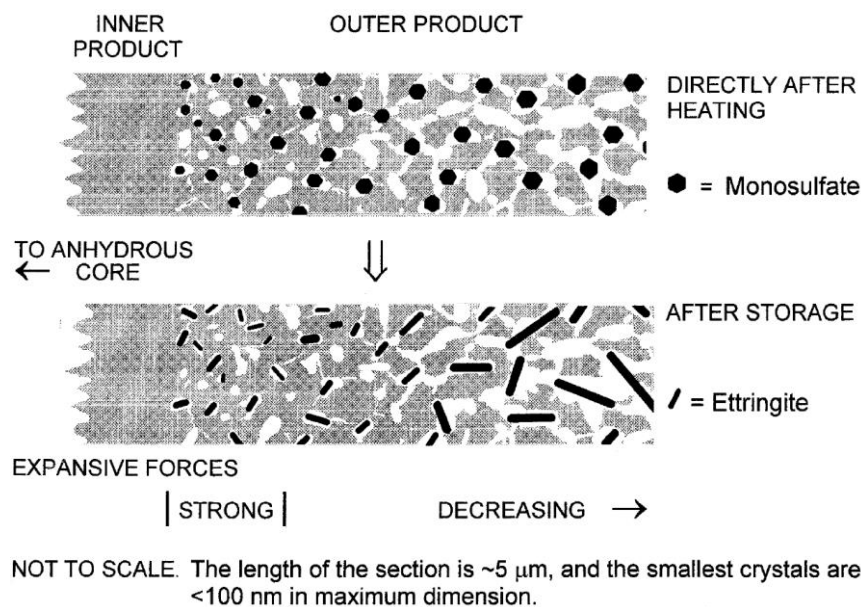


Figure 19: Mécanisme d'expansion par formation différée d'ettringite d'après [Taylor et al. 2001]

Selon [Scherer 2002], le cristal applique une pression au niveau des parois du pore à condition de la présence d'un film d'eau entre l'ettringite et la paroi du pore. Ce film d'eau d'épaisseur nanométrique assure la croissance du cristal ; ainsi, la pression s'applique via un champ de forces électrostatiques conduisant à l'apparition des microfissurations.

Ces fissurations favorisent la pénétration de l'eau permettant les phénomènes de dissolution/recristallisation des cristaux d'ettringite afin de précipiter dans des espaces libres (fissures et auréoles de transition). Cette ettringite secondaire ne présente aucun caractère expansif puisqu'elle se forme dans un espace insuffisamment confiné, ce qui nous amène à conclure que l'ettringite apparaissant au niveau des fissurations et des interfaces pâte-granulats pour les ouvrages touchés par cette pathologie n'est que la conséquence du premier phénomène, comme il est montré dans la [Figure 20] ; on observe que l'ettringite s'est formée librement au niveau de l'interface pâte-granulats vu sa disposition parallèle, perpendiculaire aux lèvres de fissuration [Scrivener & Taylor 1993].

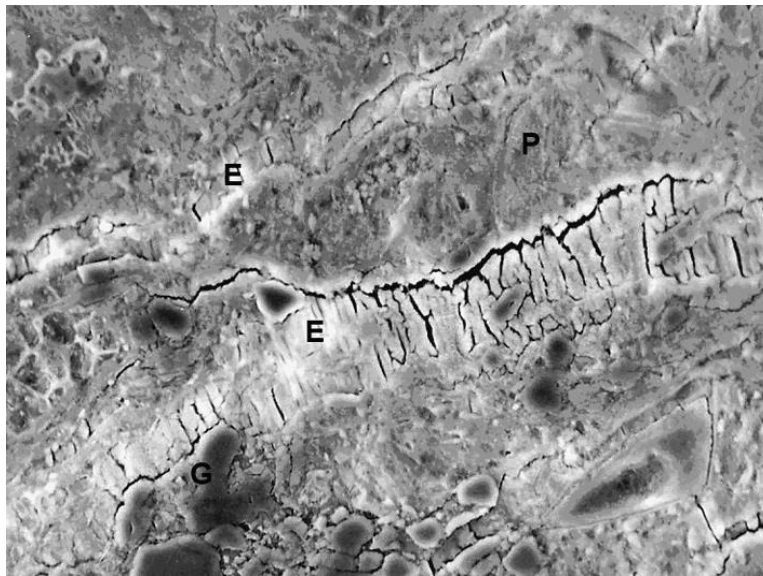


Figure 20 : Ettringite recristallisée au niveau des fissures [Carles-Gibergues & Hornain 2007]

1.4.5 Mécanisme proposé par [Brunetaud 2005]

Dans ses travaux, [Brunetaud 2005] a proposé un mécanisme du développement des expansions liées à la RSI. Selon cet auteur, la RSI s'effectue en quatre phases :

Phase initiale :

Cette phase correspond à la déstabilisation de l'ettringite lors de l'hydratation à température élevée. Suite à cette déstabilisation, les ions qui entrent dans la composition de l'ettringite passent dans la solution interstitielle. Les sulfates se retrouvent adsorbés dans les CSH, alors que les aluminates se substituent à la silice dans les CSH. La durée de cette phase correspond à la durée d'échauffement. La quantité des ions adsorbés est d'autant plus importante que la durée d'échauffement est longue.

Phase latente :

Cette période débute lors du retour à la température ambiante. L'ettringite redevient la phase la plus stable, les sulfates et les aluminates sont désorbés des CSH afin de former l'Aft.

Selon cet auteur, lors de cette phase, l'ettringite précipite au niveau des grains de Hadley qui présentent une teneur en sulfates et aluminates élevée, avec le même mécanisme que la théorie du gonflement homogène. Durant cette phase, l'expansion est de l'ordre de 0,3%. Au-dessous de cette valeur aucune diminution du module dynamique n'est observée. L'apparition des premières fissures correspond à la fin de cette période, ce qui est caractérisé par une chute significative du module dynamique.

Phase de détérioration accélérée :

Selon [Brunetaud 2005], l'accélération du développement des expansions est due à la chute du module dynamique. Cette diminution est causée par l'apparition des fissures au niveau de l'interface pâte-granulat. L'ettringite présente dans les grains de Hadley se dissout afin de précipiter dans des espaces créés au niveau de l'auréole de transition selon le principe de mûrissement d'Oswald conduisant par la suite à des expansions plus importantes ainsi qu'à l'endommagement du matériau.

Phase de stabilisation :

Cette phase correspond à l'arrêt des expansions, ceci peut être dû soit à la consommation des ressources en réactifs nécessaires pour la précipitation de l'ettringite, notamment en sulfates adsorbés dans les CSH, soit au mûrissement d'Oswald qui fait que l'ettringite se dissout afin de précipiter dans des zones plus larges, thermodynamiquement plus favorables ; dans ce cas l'ettringite se forme librement sans caractère expansif.

1.5 Paramètres de composition influençant la RSI

La RSI est une pathologie très complexe. Elle nécessite que plusieurs conditions (thermique, hydrique et chimique) soient réunies pour se développer. Dans cette partie on détaillera l'influence de différents paramètres sur le développement de cette pathologie. On s'intéressera en particulier aux effets des alcalins, sulfates et aluminates.

1.5.1 Effet des alcalins

1.5.1.1 Effets de la teneur initiale en alcalins

Les alcalins (Na^+ et K^+ essentiellement) ont un rôle très important dans l'apparition des gonflements dus à la RSI. Leurs teneurs modifient considérablement le pH de la solution interstitielle influençant ainsi le domaine de stabilité de l'ettringite. Cet effet est accentué par l'élévation de la température comme vu dans la section 1.2.2. Ils peuvent provenir soit du ciment (source principale), des additions ou des adjuvants, voire même de certains granulats réactifs. Leur présence s'exprime par la teneur massique en alcalins équivalente $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = \text{Na}_2\text{O} + 0,658 \text{ K}_2\text{O}$.

[Kelham 1995] a évalué l'effet de la teneur en alcalins sur les expansions pour différents types de mortiers [Figure 21] avec l'ajout soit de KOH, soit de K_2SO_4 . Par exemple, pour le cas d'un mortier, l'élévation de la teneur en alcalins de 0,58% à 1,23%, par rapport à la masse de ciment, due à l'addition de KOH, conduit à une augmentation de l'expansion de 0,75% à 2,15%. Ceci peut être expliqué, comme on a vu dans la section 1.2.2, par le fait que l'ettringite est de plus en plus instable si la teneur en alcalins augmente, pour une teneur en sulfates fixe. Par ailleurs, la présence des alcalins accélère l'hydratation des C_3S augmentant par la suite la

quantité de sulfates adsorbée à court terme par les CSH comme cela a été montré par [Divet & Randriambololona 1998] ; ce phénomène est lié aux propriétés de la surface des CSH comme présenté dans la section 1.3, ce qui conduit à une adsorption rapide des sulfates sur la surface des CSH. Ce phénomène d'adsorption génère une réserve interne importante en sulfates pouvant déclencher la précipitation différée de l'ettringite (en présence de conditions de transfert favorable [Magnus et al. 2015]).

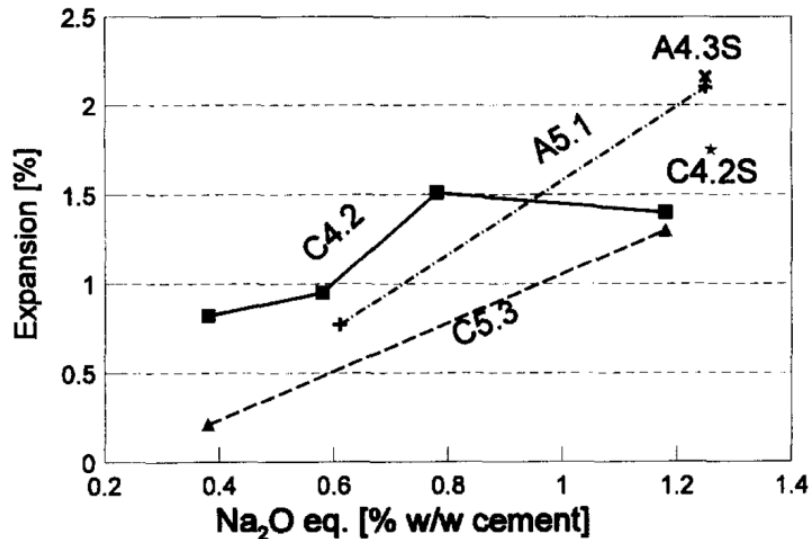


Figure 21: Effet de l'ajout des alcalins sur l'expansion après un échauffement à 90°C [Kelham 1995]

1.5.1.2 Effet de la lixiviation des alcalins

A long terme, les conditions de conservation influencent le gonflement de RSI en termes d'amplitude et de cinétique. Ainsi, une conservation dans des conditions agressives où l'eau de conservation est renouvelée favorise la diminution de la teneur en alcalins dans la matrice cimentaire par lessivage [Aubert et al. 2009]. Dans ce cas l'ettringite redevient plus vite une phase stable et peut se former en présence d'une réserve interne suffisante de sulfates adsorbés sur la surface des CSH et stockés dans la solution interstitielle. Selon [Divet & Randriambololona 1998], cette adsorption a été favorisée en présence d'alcalins. Le phénomène de lessivage a ainsi une influence significative sur la cinétique des expansions.

Ces résultats sont confirmés par [Lewis et al. 1995], qui ont étudié l'expansion de mortiers traités thermiquement à 90°C pendant 12 heures pour différents teneurs en sulfates avec ou sans présence d'alcalins. La [Figure 22] montre que l'expansion en présence d'alcalins est largement plus importante en termes d'amplitude et de cinétique d'expansion que celle des mortiers sans alcalins.

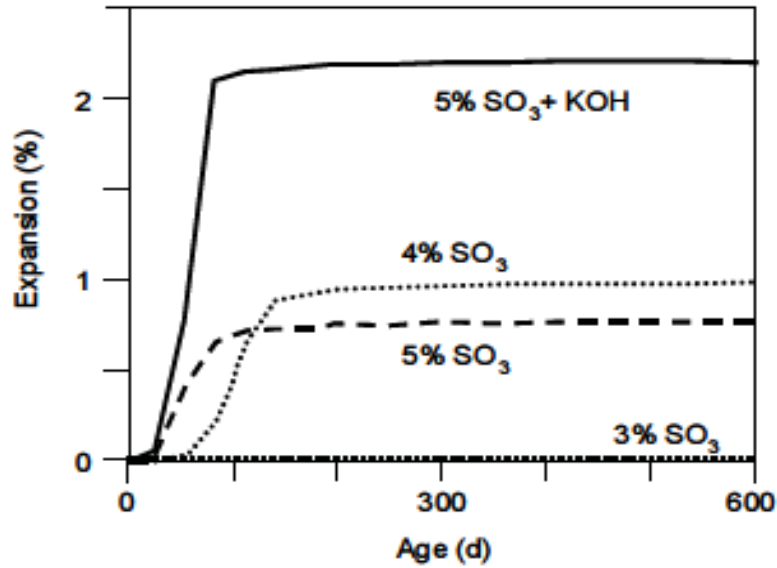


Figure 22: Effet des sulfates couplés ou non avec les alcalins sur l'expansion des mortiers après échauffement de 90°C pendant 12 heures [Lewis et al. 1995]

[Famy et al. 2001] ont étudié l'influence des conditions de stockage sur la désorption des sulfates. La [Figure 23] illustre la quantité de sulfates dans les CSH (rapport S/Ca) après traitement thermique et après 200 jours pour différentes conditions de stockage. A partir de ces résultats, on observe que la désorption des sulfates est plus importante dans le cas d'une conservation dans l'eau où la lixiviation des alcalins est plus intense. Ceci montre que plus la teneur en alcalins est faible, à long terme, plus la désorption des sulfates est favorisée ce qui conduit à la précipitation d'une quantité plus importante d'ettringite et donc une expansion finale plus élevée.

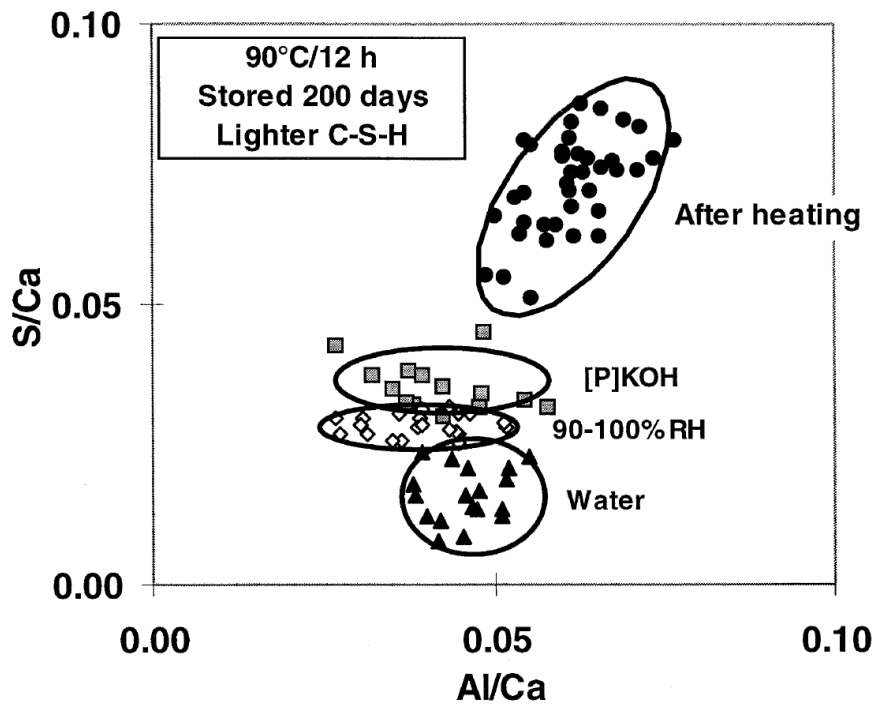


Figure 23 : Effet des conditions de conservation sur la désorption des sulfates [Famy et al. 2001]

La diminution de la teneur en alcalins peut être due également à la concomitance RAG et RSI [Martin 2010]. Dans ce cas, les alcalins sont consommés par les granulats contenant de la silice réactive afin de former un gel expansif (Si-O-Na-OH) ce qui favorise alors la précipitation tardive de l'ettringite.

1.5.2 Effets des sulfates

La présence de sulfates dans le ciment est nécessaire au processus de précipitation tardive d'ettringite. Les régulateurs de prise (gypse,...) sont la source principale des sulfates dans la matrice cimentaire et leur présence est nécessaire dans le processus d'hydratation du ciment. La précipitation tardive de l'ettringite est due à la présence d'une réserve de sulfates soit sous forme d'ions libres dans la solution interstitielle soit sous forme de sulfates adsorbés piégés dans les CSH. [Barbarulo 2002]. [Heinz et al. 1999] et [Lewis et al. 1995] estiment que les expansions dues à la RSI augmentent avec la teneur en sulfates jusqu'à une teneur d'environ 4% en masse de ciment ; ces auteurs ont fixé un seuil de teneur en sulfates de 3% pour éviter le risque de RSI. Cette teneur en sulfates est très influencée par la présence des alcalins [Figure 22] qui accélèrent l'hydratation des C_3S , favorisant par la suite l'adsorption des sulfates en grandes quantités dans les CSH. Selon [Divet & Randriambololona 1998], le phénomène d'adsorption des sulfates dans les CSH est réversible. Ainsi, à long terme, les CSH relarguent les sulfates conduisant à la précipitation différée de l'ettringite [Lewis et al. 1995].

D'autres auteurs parlent d'un effet pessimum vis-à-vis de la teneur en sulfates : ainsi [Kelham 1995] montrent que les expansions atteignent une valeur maximale pour une teneur en sulfate d'environ 4% [Figure 24].

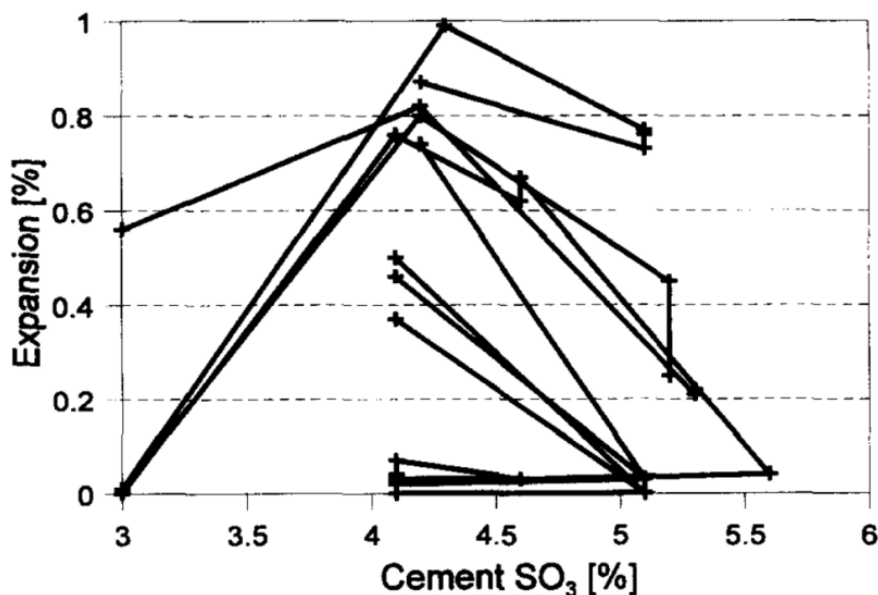


Figure 24: Effet des sulfates sur l'expansion après échauffement de 90°C [Kelham 1995]

La nature de l'addition contenant des sulfates est un élément important dans le développement de la RSI. [Escadeillas et al. 2007] ont montré que l'ajout de sulfate de calcium $CaSO_4$ dans des mortiers n'a aucune influence après 800 jours de suivi sur le développement de la RSI [Figure 25-a] contrairement à l'ajout de sulfate de sodium Na_2SO_4 [Figure 25-b]. Ils expliquent cette différence par la contribution des ions sodium à la composition chimique de la solution interstitielle.

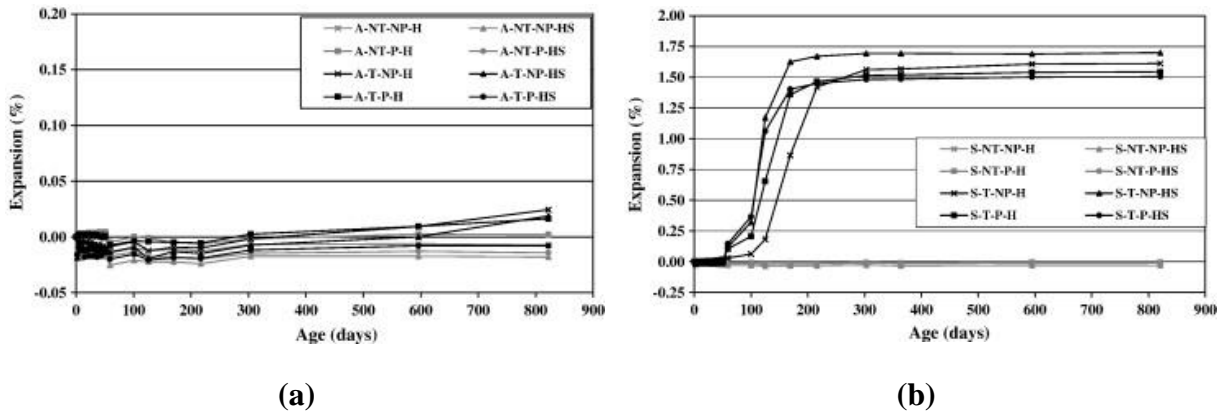


Figure 25 : Expansion des mortiers contenant du ciment : (a) +3% d'anhydrite (CaSO_4) ; (b) +3.1% de sulfate de sodium Na_2SO_4 [Escadeillas et al.2007]

Cependant [Martin 2010] a montré que des corps d'épreuve utilisant un ciment dont la teneur en sulfates est inférieure à 3% présentent des gonflements significatifs [Figure 26]. Les éprouvettes des cas étudiés ont subi le même traitement thermique au jeune âge, mais ont été conservées différemment dans l'objectif de quantifier l'effet des conditions de conservation sur les cinétiques et les expansions finales des gonflements.

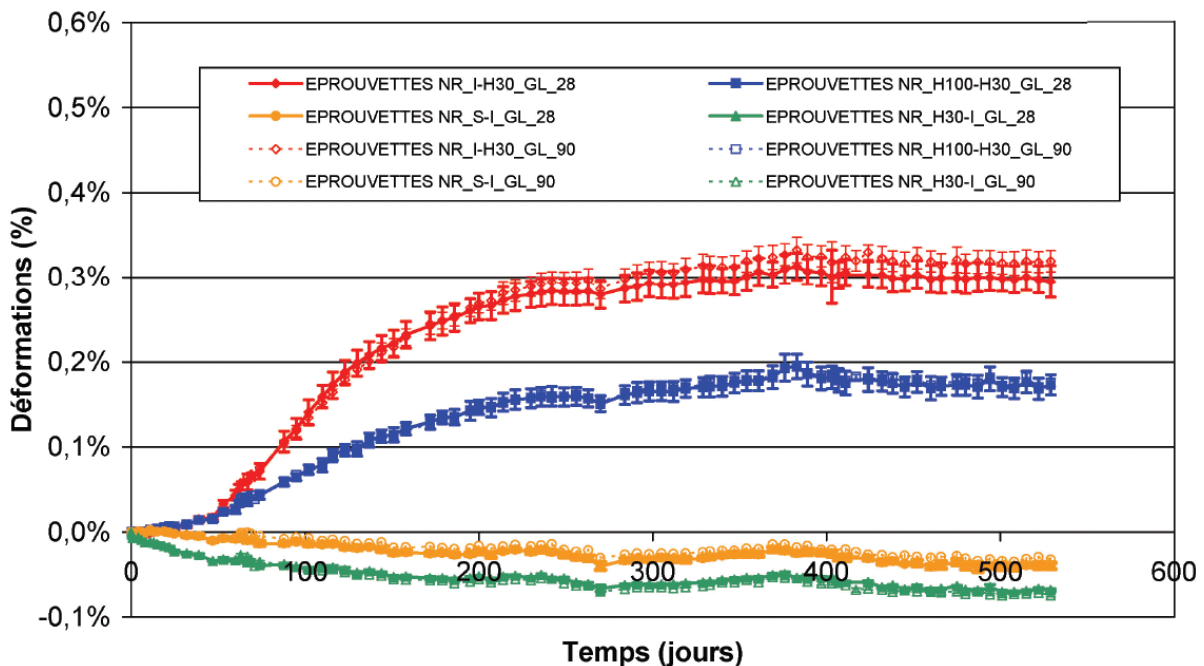


Figure 26 : Suivi dimensionnel des éprouvettes NR immergées (I), conservées à 100% et 30% d'humidité relative (respectivement H100 et H30) et scellées (S) [Martin 2010]

1.5.3 Effet des aluminates

Les aluminates ont un rôle dans le développement de la RSI vu leur contribution à la formation de l'ettringite. Dans le ciment, les aluminates peuvent avoir comme sources principales soit le C_3A soit le C_4AF . [Fu & Beaudoin 1996] et [Al Shamaa 2013] ont estimé une teneur limite en aluminates pour éviter le risque de la RSI en fonction de la teneur en sulfates. Ainsi, le rapport molaire $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ a été proposé comme indicateur : [Heinz & Ludwig 1987] ont fixé la limite de ce rapport à 0,67 pour éviter le risque de RSI.

[Zhang et al. 2002] ont montré l'existence d'un pessimum vis-à-vis ce rapport, pour une valeur proche de 1 [Figure 27].

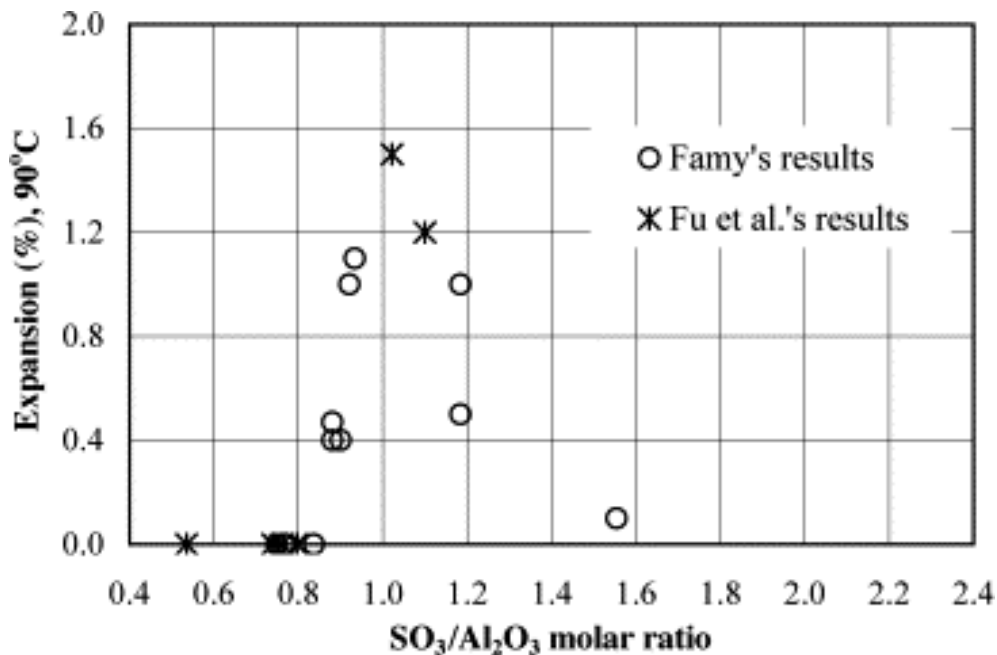


Figure 27: Effet pessimum du rapport $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ [Zhang et al. 2002]

La fixation de l'aluminium est un paramètre très important dans le processus de la RSI. Elle a un effet direct sur le rapport Al/S dans la solution interstitielle. Ce rapport influence la précipitation de l'ettringite. Afin que l'ettringite précipite, le rapport Al/S doit se rapprocher de 2/3 (1 mole de AFt consomme 2 moles d'aluminium et 3 moles de sulfates) ; dans le cas où il se rapproche de 2, les AFm précipitent (1 mole de AFm consomme 2 moles d'aluminium et 1 mole de sulfates) et l'ettringite est instable.

1.5.4 Effet de la nature des granulats

La nature des granulats utilisés lors de la formulation du béton semble influencer les expansions dues à la RSI. [Brunetaud 2005] a comparé l'effet de granulats calcaires et siliceux sur la RSI. Cet auteur a observé une différence au niveau de l'interface pâte-granat (ITZ) suite à un échauffement au jeune âge. Ainsi, l'auréole de transition au niveau des granulats calcaire est moins poreuse que dans le cas de l'utilisation des granulats siliceux. Ceci est attribué à la différence des coefficients de dilatation entre la pâte et les granulats : cette différence est moins importante pour les granulats calcaires que les granulats siliceux.

1.5.5 Effet du rapport E/C

Le rapport E/C joue un rôle important dans le développement de la RSI en termes de cinétique et d'amplitude d'expansion. Ce paramètre influence directement la porosité du matériau, et donc les propriétés de transfert ioniques et les performances mécaniques des structures.

Selon [Brunetaud 2005] et [Taylor et al. 2001], une diminution du rapport E/C conduit à des amplitudes de gonflement plus importantes. Ceci est lié à la réduction de la porosité de la

matrice cimentaire ; ainsi, la précipitation d'une faible quantité d'ettringite peut générer des pressions de cristallisation.

En revanche, pour un faible rapport E/C, les cinétiques d'expansion sont ralenties à cause des faibles transferts ioniques dans un milieu faiblement poreux et ayant une résistance mécanique relativement plus élevée.

1.6 Effet de la température

1.6.1 Origine des échauffements

L'hydratation du ciment est une réaction exothermique qui peut conduire à une élévation importante de la température dans le cas des pièces massives. En effet, le dégagement de chaleur lié à la réaction d'hydratation combiné à des conditions d'échange thermique peu propices (faible rapport surface d'échange/volume) conduit à un échauffement prolongé du matériau. Ainsi, la température peut dépasser significativement 70°C [Divet & Pavoine 2002] dépassant la température seuil citée dans la littérature [Figure 28].

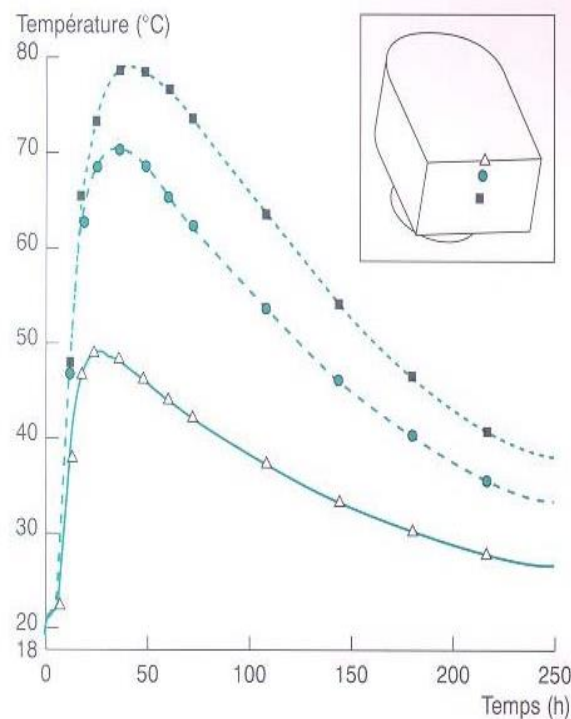


Figure 28: Elévation de la température au niveau d'un chevêtre 8.2x2.7x1.5 m [Divet & Pavoine 2002]

Le risque de la RSI dans le cas des pièces en béton préfabriquées, où on applique une cure thermique au matériau au jeune âge pour accélérer la prise, a été traité par certains auteurs [Barbarulo 2002, Pavoine 2003, Brunetaud 2005] qui ont étudié des cycles thermiques similaires à ceux appliqués dans l'industrie [Figure 29].

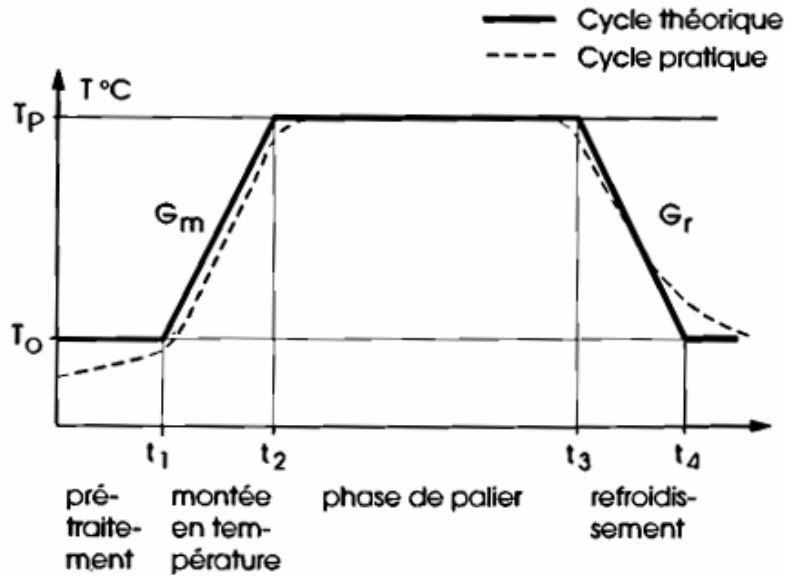


Figure 29: Profil de traitement thermique de préfabrication [Brunetaud 2005]

Certaines applications induisent également des possibilités d'échauffement tardif : bétons dans des zones périphériques de foyers d'incendie, colis de stockage de déchets radioactifs, conditions particulières d'exploitation industrielle de structures, etc. On trouve dans la littérature relativement peu d'éléments sur ce point. Néanmoins, les risques de RSI pour ce type d'échauffements ont été démontrés dans la littérature [Barbarulo 2002], [Brunetaud 2005], [Martin et al. 2013].

1.6.2 Effet de l'histoire thermique

L'élévation de la température constitue une condition indispensable pour le développement de la RSI. Comme on l'a vu dans la section (1.2.1), la stabilité de l'ettringite dépend fortement de la température. Ce facteur est primordial pour le déclenchement de la RSI. L'élévation de la température maximale conduit à des cinétiques plus rapides et à des amplitudes plus importantes [Martin et al. 2012]. En revanche, d'autres auteurs mettent en évidence l'existence d'un effet de pessimum vis-à-vis de la durée d'échauffement [Brunetaud 2005] : pour une même température d'échauffement, il existe une durée d'application de celle-ci au-delà de laquelle le potentiel de gonflement diminue.

Comme la température, la durée d'échauffement est un paramètre important lors du déclenchement de la RSI. Les travaux de [Brunetaud 2005] et [Baghdadi 2008] montrent que les expansions croissent avec la durée de palier pour la même température de traitement thermique. Ceci impose de coupler ces deux paramètres lors des études du gonflement.

Plusieurs travaux [Baghdadi et al. 2008, Martin et al. 2012] ont porté sur l'étude du gonflement dû à la RSI en couplant l'influence de la température avec celle de la durée d'échauffement. Leurs travaux proposent des relations basées sur des résultats expérimentaux utilisant une température de 70°C à 85°C et une durée d'échauffement de 1 à 5 jours. Ces deux relations ont pour objectif de prédire les gonflements au niveau des ouvrages en connaissant leur histoire thermique.

1.6.3 Effet d'un échauffement tardif sur la RSI

Les travaux de certains auteurs [Barbarulo 2002, Brunetaud 2005, Martin et al. 2013] ont montré que le développement des expansions dues à la RSI peut ne pas être uniquement lié à l'exothermie de la réaction d'hydratation des structures massives et à la préfabrication des pièces de béton. Ainsi un échauffement tardif (après prise de béton) peut provoquer des expansions : [Martin et al. 2013] ont montré qu'un deuxième échauffement [Figure 30-a] après 938 jours d'exposition sur des cylindres 11-22 en béton, conservés dans l'eau à 38°C, ayant subi un traitement thermique similaire au jeune âge [Figure 30-b] provoque des expansions [Figure 31].

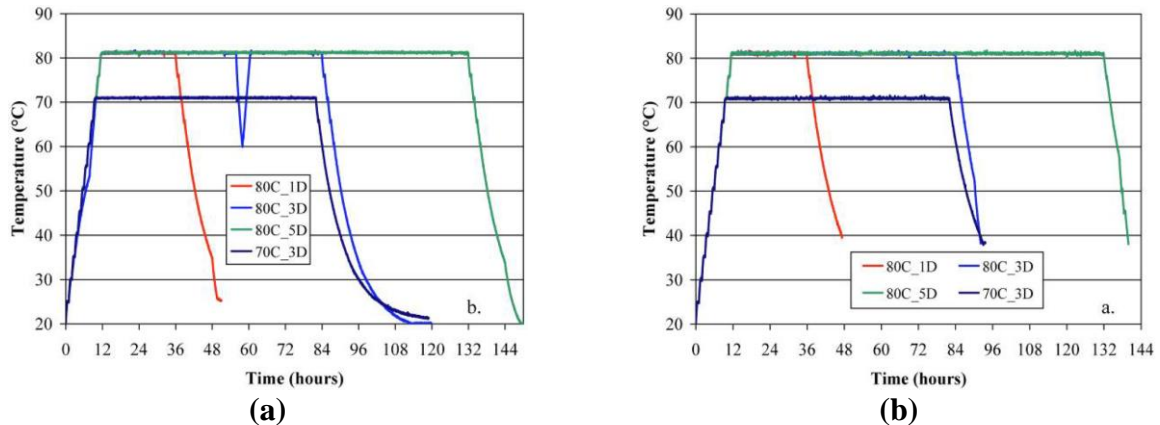


Figure 30 : Traitements thermiques appliqués sur les cylindres 11-22 au jeune âge (b) et après 938 jours d'exposition (a) [Martin et al. 2013]

Ces expansions, dues aux deuxièmes échauffements, sont caractérisées par :

- Une amplitude d'expansion inférieure à celle mesurée après le premier échauffement au jeune âge. Cela est interprété comme une conséquence de l'endommagement du béton causé par le gonflement lié au premier échauffement.
- L'absence de période de latence (les expansions apparaissent immédiatement après le deuxième traitement thermique), cela pourrait être dû à la dissolution/re-précipitation de l'ettringite dans le même espace qu'elle occupait avant le deuxième échauffement.

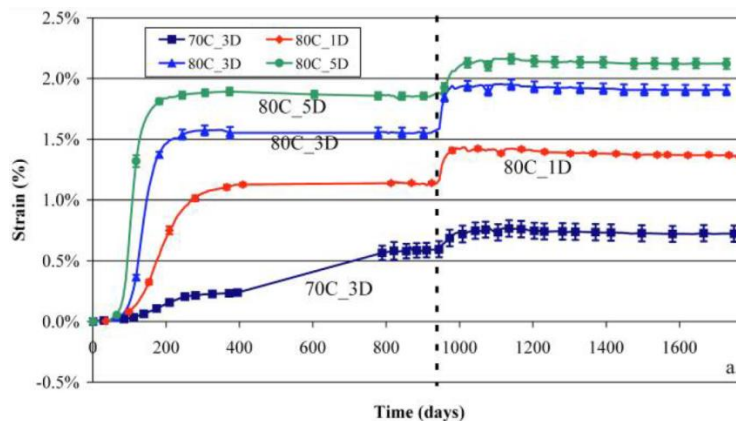


Figure 31 : Expansion des cylindres 11-22 en béton traité thermiquement au jeune âge et après 938 jours [Martin et al. 2013]

[Barbarulo et al. 2005] ont montré qu'un traitement thermique à 85°C pendant un mois sur des mortiers âgés d'un an, ayant déjà subi des expansions ou non au jeune âge, engendre des expansions [Figure 32].

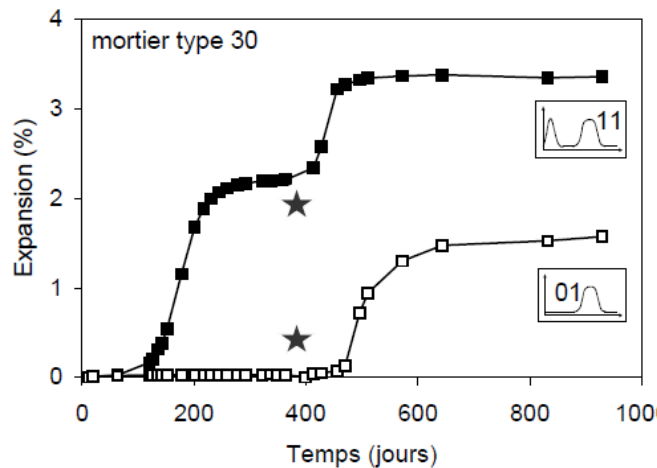


Figure 32 : Expansion d'un mortier (traité ou non au jeune âge) traité après 1 an à 85°C pendant 1 mois [Barbarulo et al. 2005]

Les travaux de [Brunetaud 2005] sont en accord avec ceux de [Barbarulo 2002] : un traitement tardif (après environ 500 jours d'immersion) de 2 jours à 85°C sur des corps d'épreuve en béton, ayant subi un premier traitement thermique au jeune âge, provoque à nouveau des expansions. La [Figure 33] compare les expansions pour trois types de bétons :

0,35-Si-2H : béton avec un rapport E/C=0,35, avec des granulats siliceux et un échauffement au jeune âge de 85°C pendant 2 heures.

65-0,75-2H : béton traité thermiquement à 65°C pendant 2 heures, avec une teneur en alcalins de 0,75% (en masse de ciment) et un rapport E/C=0,48.

85-0,75-2H : béton traité thermiquement à 85°C pendant 2 heures, avec une teneur en alcalins de 0,75% (en masse de ciment) et un rapport E/C=0,48.

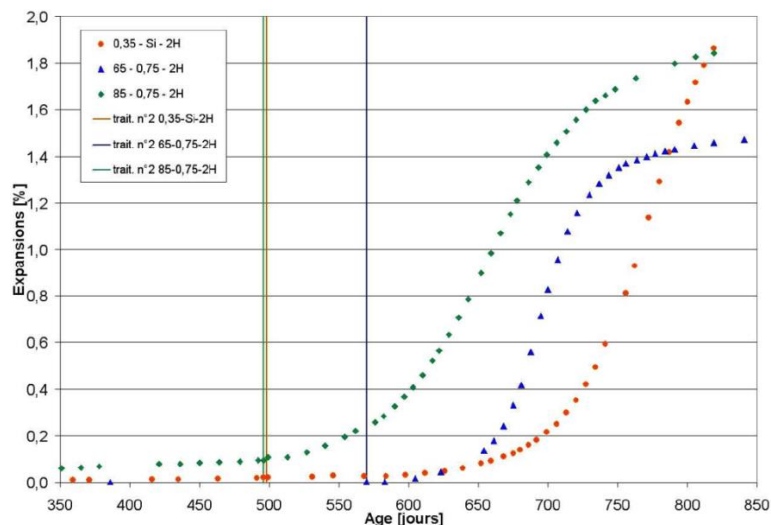


Figure 33 : Influence d'un échauffement tardif sur le développement des expansions (Les traits verticaux représentent la date du deuxième traitement thermique) [Brunetaud 2005]

Cette figure montre que, contrairement à ce qui était attendu, la cinétique de gonflement pour un rapport E/C=0,35 est plus rapide que dans le cas E/C=0,48. Par contre, on constate que les expansions apparaissent directement après le deuxième échauffement pour les deux bétons dont le E/C est de 0,48 et avec un temps de latence d'environ 100 jours pour le béton dont le rapport E/C=0,35.

1.6.4 Effet pessimum

Plusieurs auteurs [Taylor et al. 2001] [Brunetaud 2005] ont mis en évidence un effet de pessimum lié à la température et à la durée d'échauffement sur les expansions de la RSI. [Brunetaud 2005] a montré qu'un échauffement à 85°C pendant 2 jours provoque un gonflement important d'environ 1,2%, alors qu'un échauffement à la même température (85°C) pendant une durée de 10 jours produit un gonflement nettement moins significatif, par rapport au traitement à la même température pendant 2 jours, sur une durée de suivi d'environ 650 jours [Figure 34].

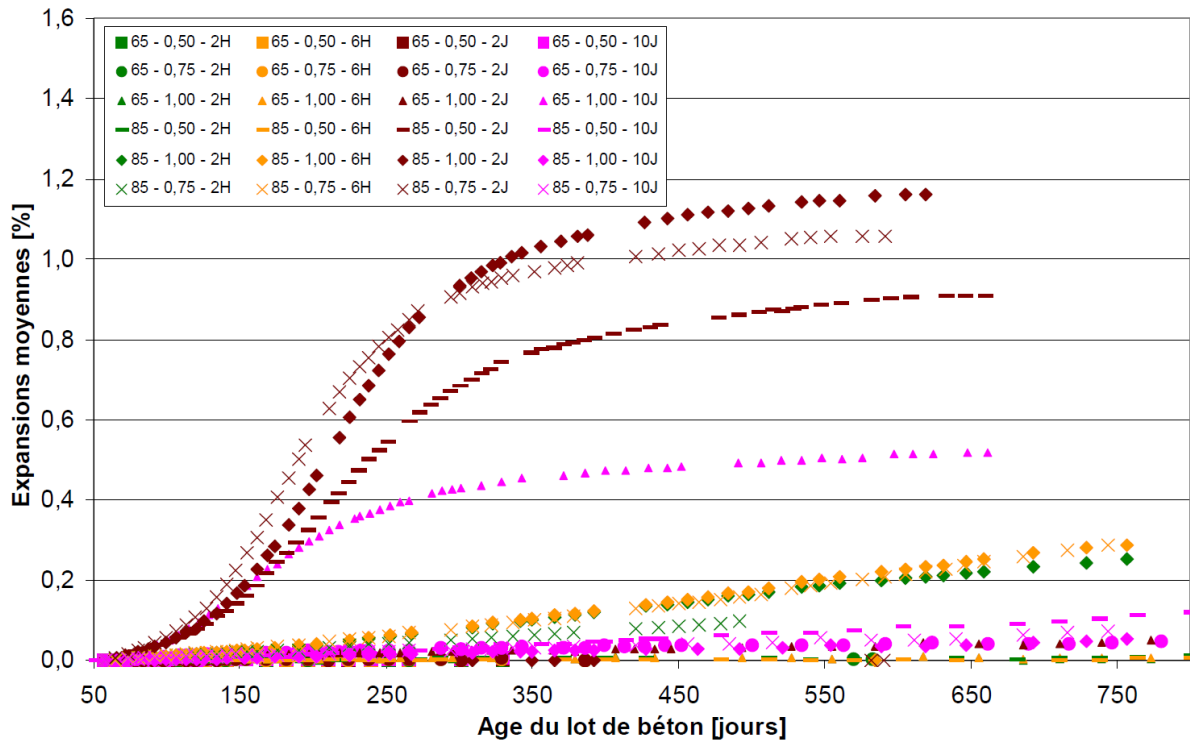


Figure 34 : Résultats d'expansion de [Brunetaud 2005]

[Salgues 2013] propose une hypothèse lors de la modélisation physico-chimique de ce phénomène de pessimum, en se basant sur la valeur du rapport Al/S qui confirme la proposition de [Brunetaud 2005] correspondant à la présence d'hydrogrenats. Il s'agirait d'une adsorption définitive de l'aluminium dans les CSH quand la durée de cure est très longue, conduisant à la formation d'une nouvelle phase CASH. Cette adsorption définitive a pour conséquence une diminution de la concentration de l'aluminium dans la solution interstitielle et une chute du rapport Al/S, qui peut atteindre une valeur nulle. Dans ce cas, ni l'AFm ni l'AFt ne pourraient précipiter, ce qui limite une éventuelle précipitation tardive de l'ettringite (en restant sur l'hypothèse d'une adsorption définitive de l'aluminium dans les CSH) et empêcherait ainsi le phénomène de RSI dans les cas des traitements thermiques à haute température et pendant une durée de cure très longue.

1.6.5 Vitesse d'échauffement et de refroidissement

Parmi les paramètres influençant la RSI et qui sont en relation avec l'échauffement, il y a la vitesse d'échauffement et de refroidissement lors de la cure thermique ; c'est donc un paramètre à prendre en compte lors des études de gonflement. Selon [Petrov & Tagnit-Hamou 2004], une vitesse d'échauffement et/ou de refroidissement importante peut conduire à l'apparition de gradients de température importants (causés par la faible conductivité du béton) induisant des contraintes de traction interne élevées, responsables de l'apparition des microfissurations. Ces microfissurations peuvent accélérer les cinétiques des expansions (en favorisant les conditions de transfert ioniques notamment le phénomène de lixiviation des alcalins) et une diminution des amplitudes finales (en créant des espaces libres pour la précipitation de l'ettringite). Selon [Brunetaud 2005], des risques de fissurations existent si l'écart de température entre le cœur et la peau du béton est supérieur à 15°C.

1.6.6 Température de conservation

Les conditions de conservation après le traitement thermique ont une influence significative mais complexe sur les gonflements dus à la RSI en termes d'amplitude et de cinétique. Plusieurs travaux [Flatt & Scherer 2008] [Baghdadi 2008] ont montré que la température de conservation après cure thermique influe sur l'amplitude et la cinétique des expansions des corps d'épreuves. Ainsi, une température de conservation élevée est défavorable vis-à-vis de l'amplitude des expansions et favorable vis-à-vis de leur cinétique [Figure 35] [Figure 36] [Figure 37]. A une température de conservation élevée, les faibles amplitudes peuvent être expliquées par l'augmentation de la solubilité de l'ettringite, ce qui peut engendrer des pressions de cristallisation moins importantes au sein du matériau. Les cinétiques rapides sont causées par l'augmentation des vitesses de transfert ionique au niveau de la matrice poreuse [Flatt & Scherer 2008].

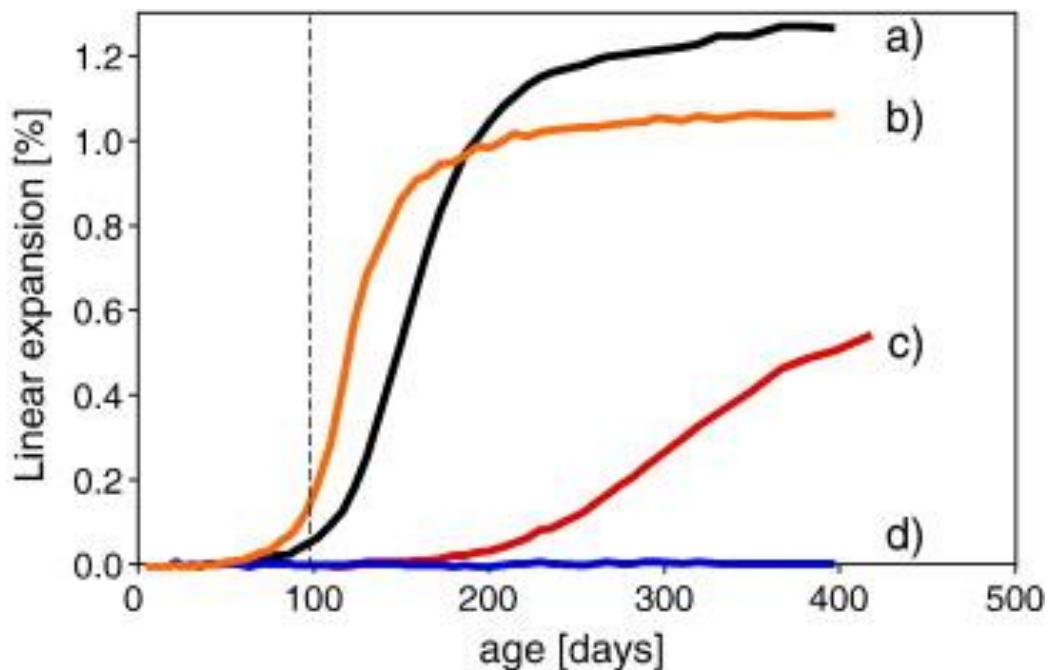


Figure 35 : Gonflement d'un mortier après un traitement thermique de cure thermique à 90°C pendant 12 h soumis à différentes températures de conservation (a. conservation continue à 20°C, b. conservation à 20°C durant 98 jours puis stockage à 38°C, c. conservation à 38°C durant 98 jours puis stockage à 20°C, d. conservation continue à 38°C) [Flatt & Scherer 2008]

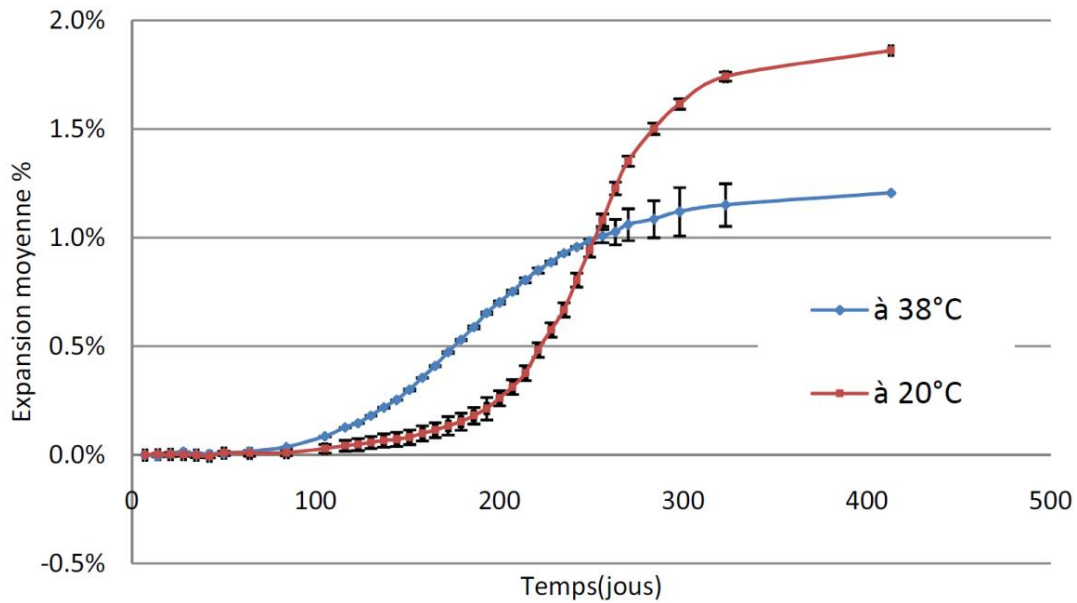


Figure 36 : Influence de la température de conservation pour un traitement thermique de 80°C pendant 1 jour [Baghdadi 2008]

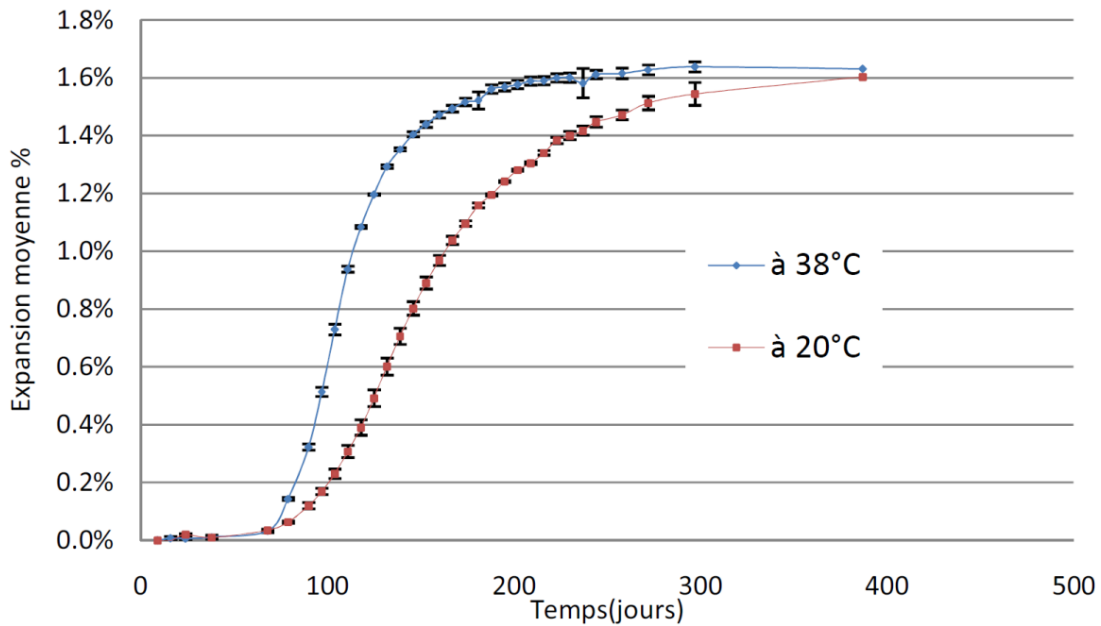


Figure 37 : Courbes de gonflement des éprouvettes 85°C_3 jours conservées à 38°C et 20°C [Baghdadi 2008]

1.6.7 Influence croisée de la température et de la teneur en alcalins

[Thomas et al. 2003] ont étudié l'évolution de la teneur en alcalins et du pH de deux pâtes de ciment traitées thermiquement de 20 à 50°C pendant 28 jours. Les résultats de cette étude [Figure 38] montrent que la concentration des alcalins augmente avec l'élévation de la température jusqu'à une certaine maturité du matériau au-delà de laquelle elle diminue.

L'élévation de la concentration des alcalins durant les premiers jours peut être expliquée par la consommation de l'eau par les anhydres (réaction d'hydratation), conduisant à une diminution de la teneur en eau dans la matrice poreuse et donc à une augmentation de la

concentration des alcalins $[Na^+]$ et $[K^+]$. Ce processus est plus rapide pour des températures d'hydratation élevées.

Il est noté que la teneur en alcalins à environ 28 jours est plus élevée pour les faibles températures d'hydratation. Ceci peut être expliqué par le fait que le degré d'hydratation à long terme diminue à mesure que la température d'hydratation augmente, conduisant ainsi à une élévation de la teneur en eau dans la matrice poreuse induisant un pH plus faible à température élevée d'hydratation.

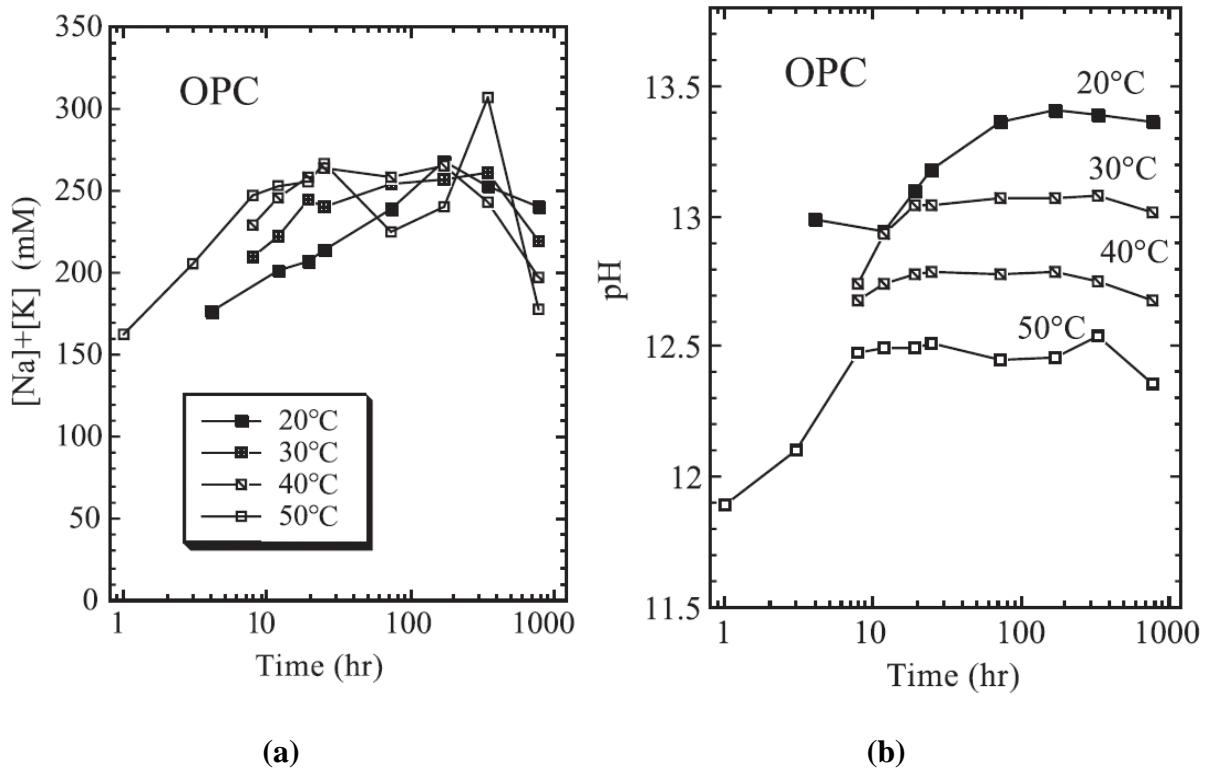


Figure 38: (a) évolution de la concentration des alcalins d'une pâte de ciment en fonction du temps d'hydratation pour plusieurs températures d'hydratations [Thomas et al. 2003] ; (b) évolution du pH d'une pâte de ciment en fonction du temps d'hydratation pour plusieurs températures d'hydratation [Thomas et al. 2003]

1.6.8 Influence croisée de la température et de la teneur en sulfates

[Thomas et al. 2003] ont mesuré la teneur en sulfates d'une pâte de ciment pour des températures d'hydratation de 20 à 50°C pendant une durée de quelques heures à 28 jours. Ces résultats [Figure 39] confirment que la consommation des sulfates augmente avec la température et que l'ettringite devient instable : après 10 heures d'échauffement à 50°C, la teneur en sulfates chute très rapidement de 65 mM à environ 5 mM. Dans ce cas, après 28 jours l'ettringite se trouve instable dans la zone sous-saturée (Section 1.2.1). Il est à noter que la teneur en sulfates finale est presque identique pour les différentes températures d'hydratation (20 à 50°C).

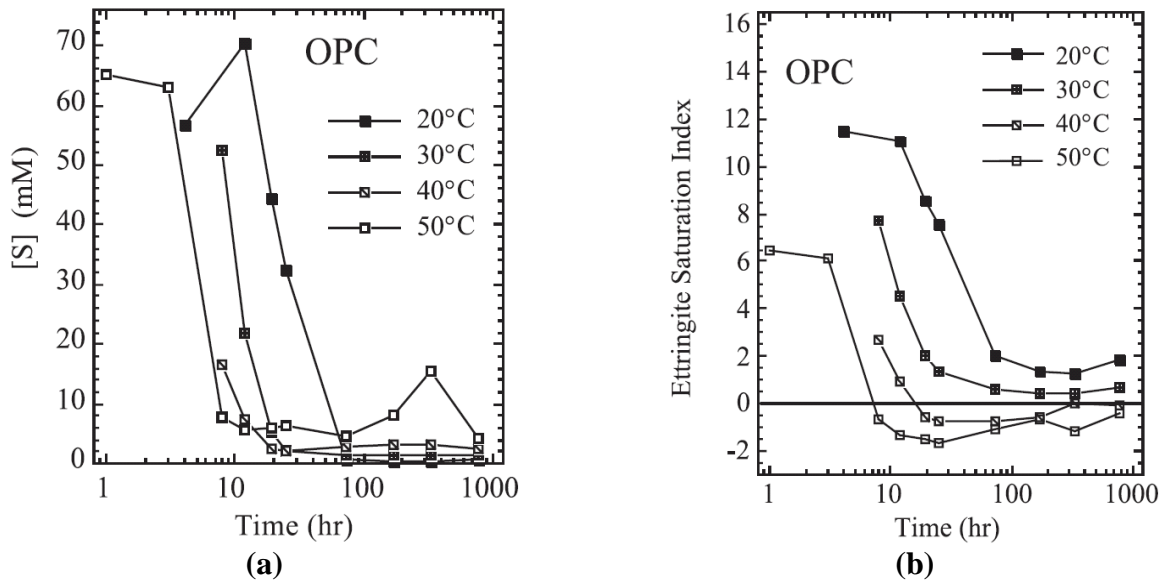


Figure 39: Evolution de la concentration de sulfates (a) et de l'indice de saturation de l'ettringite (b) d'une pâte de ciment en fonction du temps d'hydratation pour plusieurs températures d'hydratation [Thomas et al. 2003]

1.6.9 Influence de l'histoire thermique sur la microstructure

La RSI est une réaction qui se développe à l'échelle de la microstructure avant l'apparition des désordres (fissurations) à l'échelle du matériau puis de l'ouvrage. L'état de la microstructure de la pâte de ciment influence les cinétiques et les amplitudes des expansions liées à la RSI. L'élévation de la température est une condition nécessaire pour le développement des gonflements attribués à la RSI, elle a pour conséquence la déstabilisation de l'ettringite et la mobilisation des sulfates et aluminates dans les CSH. Cette élévation de température influence également la morphologie et la cinétique d'apparition des hydrates, ainsi que les propriétés mécaniques.

[Gallucci et al. 2006] [Gallucci et al. 2013] ont étudié l'effet de la température (5, 20, 40 et 60°C) sur la microstructure et la résistance mécanique. Ces travaux ont montré que plus la température est élevée, plus les CSH formés sont denses, plus leur distribution est hétérogène et plus la porosité est importante. La [Figure 40-a] présente les résultats d'analyse d'image des observations au MEB. Le contraste est lié à la densité de la phase. [Famy 1999] [Famy et al. 2002] se sont intéressés à l'effet de la température sur la morphologie des hydrates formés, en particulier au niveau des CSH. La [Figure 40-b] présente les observations MEB d'un mortier juste après la cure thermique et après 200 jours de conservation à 20°C. Le niveau de gris des CSH formés traduit leur densité. Ces travaux ont montré que les CSH formés à haute température (90°C), apparaissant plus clairs au niveau des observations au MEB, sont plus denses (Lighter CSH) que les CSH précipités à température ambiante (Darker CSH). Selon ces auteurs, les CSH les plus denses présentent également une teneur en sulfates plus élevée ; ils ont une plus grande affinité avec les sulfates. Ceci confirme, comme vu dans la section 1.3, le phénomène d'adsorption des sulfates dans les CSH. [Gallucci et al. 2013] ont observé que la matrice est moins homogène, plus particulièrement concernant la porosité capillaire, quand la température d'hydratation est élevée, ce qui cause un réseau poreux plus large.

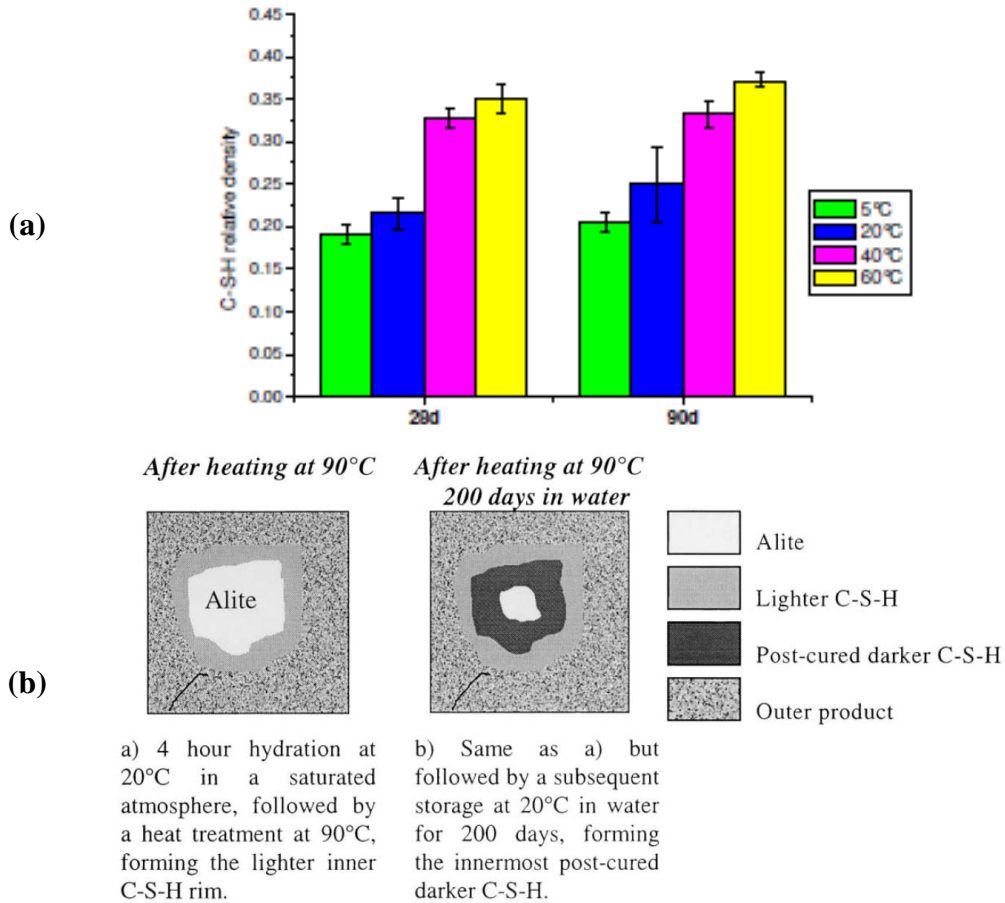


Figure 40 : (a)Densité relative des CSH mesurée par analyse d'image ; (b) : Effet de la température de cure sur la morphologie de la microstructure [Famy et al. 2002]

Plusieurs auteurs [Chanvillard & d'Aloïa 1997] [Gallucci 2006] [Gallucci et al. 2013] ont étudié l'influence de la température sur les propriétés mécaniques des bétons. Selon ces auteurs, la résistance mécanique évolue plus rapidement à température d'hydratation élevée. En revanche la résistance à long terme est plus faible [Figure 41], ce qui est cohérent avec une porosité capillaire résiduelle plus importante..

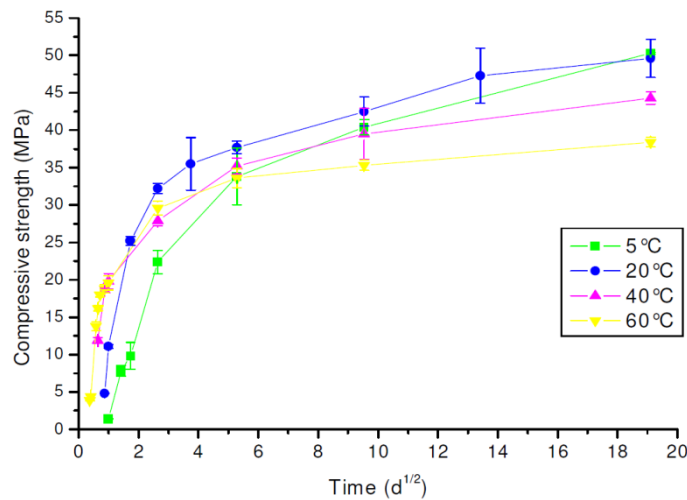


Figure 41 : Evolution de la résistance en compression à différentes températures d'hydratation [Gallucci et al. 2013]

1.7 Modélisation de la RSI

1.7.1 Flatt & Scherer 2008

[Flatt & Scherer 2008] ont étudié la pression de cristallisation à l'intérieur des pores dans le cas de la RSI, pour deux mortiers ayant une teneur en ettringite différente : 3,7% et 5,6%.

La pression de cristallisation peut être exprimée selon [Scherer 2002] :

$$\sigma_c = \frac{R \cdot T}{\vartheta_{cristal}} \ln \left(\frac{Q}{K} \right) \quad 10$$

σ_c = pression de cristallisation

R = constante des gaz parfaits

T = température absolue

$\vartheta_{cristal}$ = volume molaire du cristal ϑ

Q = produit de solubilité du cristal

K = produit de solubilité à l'équilibre

Pour un cristal isolé, la contrainte circonférentielle de traction est donnée par :

$$\sigma_\theta = \sigma_c \cdot g(\phi_c) \quad 11$$

Où ϕ_c est la fraction volumique du cristal appliquant une pression, et $g(\phi_c)$ a pour expression :

Dans le cas de pores cylindriques :

$$g(\phi_c) = \frac{2}{3} \left(\frac{\phi_c}{1 - \phi_c} \right) \quad 12$$

Dans le cas de pores sphériques :

$$g(\phi_c) = \frac{\phi_c}{1 - \phi_c} \quad 13$$

Selon ces auteurs, la contrainte de compression résultante est fonction des caractéristiques de l'AFm, de l'AFt, du gypse et de l'activité de l'eau. Elle est exprimée comme suit :

$$\sigma_c = \frac{R_g T}{\vartheta_{ettringite} - \vartheta_{monosulfate} - 2 \cdot \vartheta_{gypse}} \cdot \ln \left(\frac{K_{monosulfate} \cdot K_{gypse}^2}{K_{ettringite}} \cdot a_{H_2O}^{16} \right) \quad 14$$

La [Figure 42] présente l'évolution de la contrainte de traction en fonction de la température pour les deux cas de teneur en ettringite, et pour les deux hypothèses de forme des pores (cylindriques et sphériques). Elle montre la diminution du potentiel de gonflement avec l'élévation de la température de conservation. Elle illustre également le fait que la contrainte de traction est plus importante dans le cas de l'hypothèse des pores sphériques que des pores cylindriques.

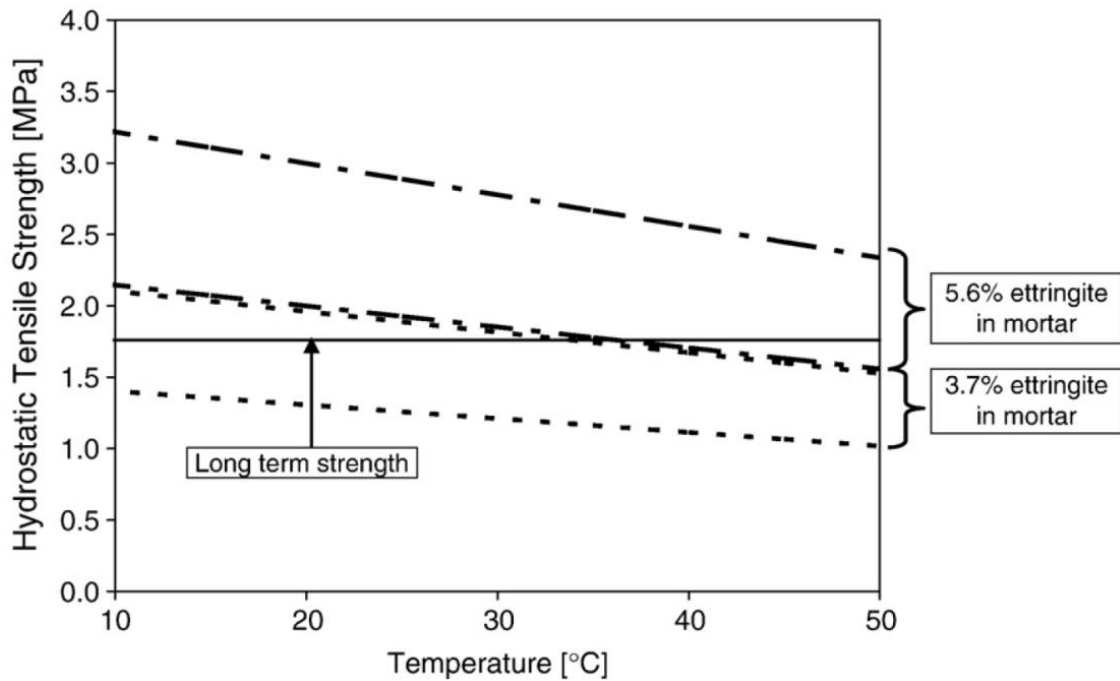


Figure 42: Evolution de la contrainte de traction en fonction de la température de conservation et de la quantité d'ettringite formée [Flatt & Scherer 2008]

1.7.2 Modèle de Baghdadi [Baghdadi et al. 2008]

Le modèle de [Baghdadi et al. 2008], inspiré des travaux de [Pourchez et al. 2006], est basé sur l'utilisation d'une relation semi-empirique qui suppose que l'ettringite n'est plus stable à partir d'une température seuil T_0 avec une certaine énergie d'activation. Les expansions prédites par ce modèle augmentent d'une façon monotone avec la température et la durée d'échauffement. Cependant, les résultats expérimentaux [Figure 43] montrent que le gonflement mesuré pour un traitement thermique de 80°C pendant 1 jour est plus important que la prédiction obtenue à l'aide de cette relation. Ceci correspond à une limite de ce modèle ainsi que la non prise en compte d'un éventuel effet pessimum. L'erreur quadratique des prédictions de ce modèle par rapport aux résultats expérimentaux est d'environ 0.35%.

$$\left\{ \begin{array}{l} \varepsilon_{\infty} = \alpha \int_0^{t_m} \Phi(t) dt \\ \Phi(t) = \begin{cases} 0 & \text{si } T(t) \leq T_0 \\ \exp\left(-\frac{E}{R} \left(\frac{1}{T(t)-T_0}\right)\right) & \text{sinon} \end{cases} \end{array} \right. \quad 15$$

ε_{∞} = potentiel de gonflement du béton.

α = constante dépendant de la formulation du béton.

E = énergie d'activation déclenchement de la déstabilisation de l'ettringite.

T_0 = température seuil du déclenchement de la déstabilisation de l'ettringite.

t_m = durée d'exposition de la structure.

R = constante des gaz parfaits.

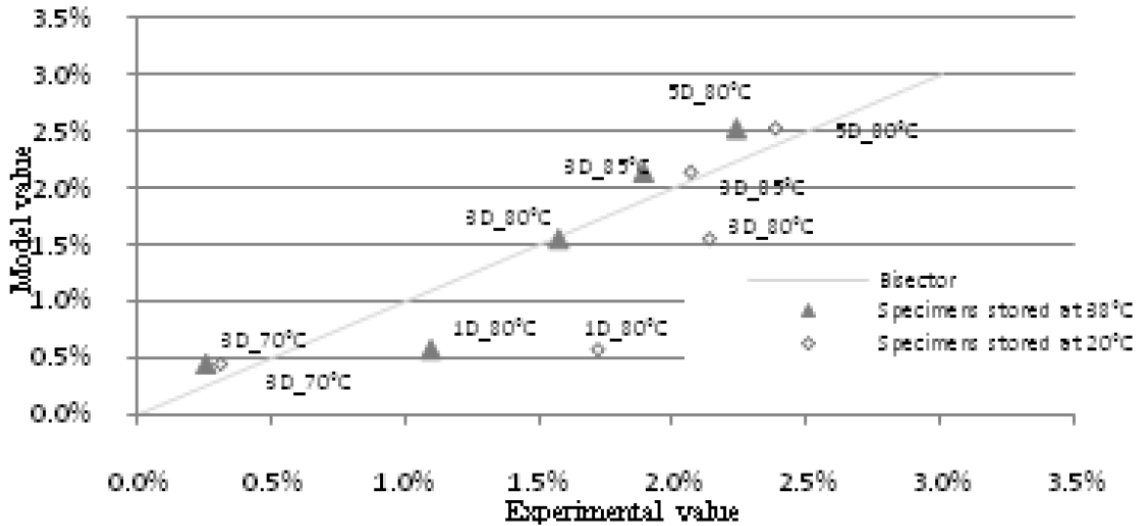


Figure 43 : Comparaison entre les prédictions du modèle numérique et les résultats expérimentaux [Baghdadi et al. 2008]

1.7.3 Modèle de Martin [Martin et al. 2012]

Ce modèle propose une amélioration de la loi de [Baghdadi et al. 2008] : il est basé sur les expansions des mêmes corps d'épreuves décrits par [Baghdadi et al. 2008] mais à un âge plus avancé (900 jours). La différence entre les deux modèles consiste en une modulation du paramètre α qui est une :

- Constante (dépendant néanmoins de la formulation du béton) selon [Baghdadi et al. 2008].
- Fonction du temps d'exposition au-delà d'une température seuil prenant en compte l'évolution de la capacité d'adsorption des sulfates par les CSH selon [Martin et al. 2012].

Ce paramètre α dépendant du temps vise à diminuer l'effet de la température avec la durée d'exposition, corrigeant ainsi l'écart observé avec le modèle décrit dans [Baghdadi et al. 2008]. La comparaison entre la prédiction et les résultats expérimentaux est décrite dans la [Figure 44]. Ce modèle s'écrit de la façon suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} \varepsilon_{\infty} = \int_0^{t_m} \alpha(t) \cdot \left\{ \begin{array}{l} \exp\left(-\frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T(t)-T_0}\right) \quad \text{si } T(t) < T_0 \\ \sin \quad \text{sinon} \end{array} \right\} dt \\ \text{avec } \left\{ \begin{array}{l} \alpha(t) = \lambda \cdot \beta \cdot t_{\text{exp}}(t)^{\beta-1} ; \quad \lambda > 0 ; \quad \beta \in]0;1[\\ t_{\text{exp}}(t) = \int_0^t \left\{ \begin{array}{l} 0 \quad \text{si } T(u) < T_0 \\ 1 \quad \text{sinon} \end{array} \right\} du \end{array} \right. \end{array} \right. \quad 16$$

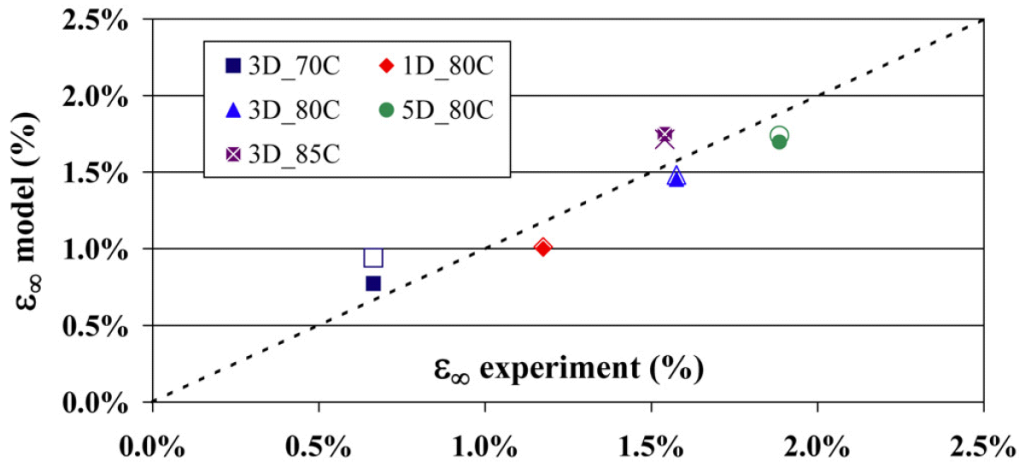


Figure 44 : Comparaison entre les prédictions du modèle numérique et les résultats expérimentaux [Martin et al 2012]

Les expansions finales présentées dans la [Figure 44] correspondent à des éprouvettes cylindriques 11-22 traitées à différentes températures pendant plusieurs durées. Il s'agit de :

- 3D_70C : Traitement thermique à 70°C pendant 3 jours.
 - 3D_80C : Traitement thermique à 80°C pendant 3 jours.
 - 3D_85C : Traitement thermique à 85°C pendant 3 jours.
 - 1D_80C : Traitement thermique à 80°C pendant 1 jour.
 - 5D_80C : Traitement thermique à 80°C pendant 5 jours.
- Cas 1 : Les marques vides sur la [Figure 44] représentent le cas où l'énergie d'activation et la température seuil ont les mêmes valeurs que celles prises par [Baghdadi et al. 2008] afin de quantifier l'effet de $\alpha(t)$ [Figure 45]. La diminution de la valeur de $\alpha(t)$ correspond selon [Martin et al. 2012] à la chute de la capacité des CSH à adsorber les sulfates avec l'avancement de l'hydratation. L'erreur quadratique dans ce cas est d'environ 0,18%.
- Cas 2 : Les marques pleines sur la [Figure 44] représentent le cas où tous les paramètres ont varié au cours du calage afin de réduire le plus possible l'erreur quadratique. L'erreur quadratique dans ce cas est d'environ 0,16%.

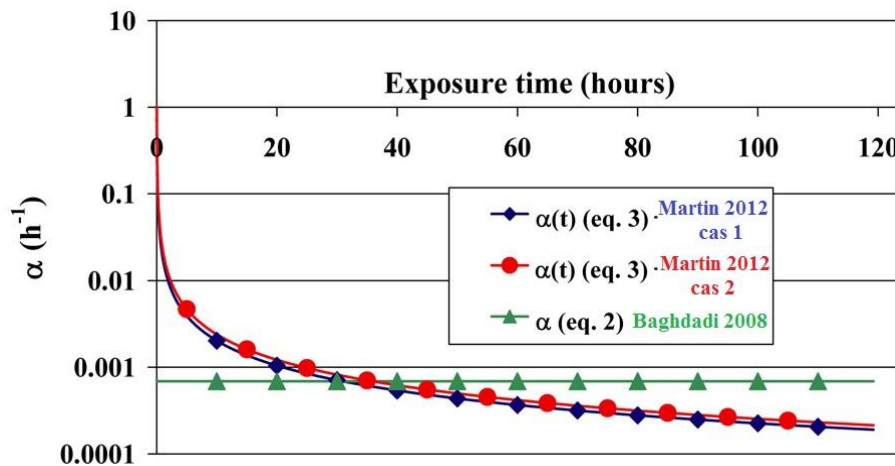


Figure 45 : Variation du paramètre $\alpha(t)$ selon les cas [Martin et al 2012]

Ce modèle a été élaboré sur la base des résultats expérimentaux décrivant des températures et des durées d'exposition limitées. Il doit être validé en testant ses prédictions pour d'autres histoires thermiques au jeune âge. Cette relation ne permet également pas de prendre en compte un éventuel effet de pessimum.

1.7.4 Modélisation physico-chimique [Salgues 2013]

[Salgues 2013] a proposé un modèle physico-chimique pour le calcul de la quantité d'ettringite formée dans le béton, à partir de la composition chimique et des conditions thermique et hydrique. Ce modèle utilise plusieurs types d'équations basées sur des résultats expérimentaux exprimant les équilibres thermodynamiques qui traduisent la précipitation et la dissolution des hydrates influençant la formation de l'ettringite (AFt, AFm, CH) et les interactions solide/liquide liées à la fixation des différents ions (SO_4^{2-} , $\text{Al}(\text{OH})_4^-$, Na^+ , K^+) dans les CSH, et les cinétiques de cristallisation décrites comme le rapport entre le produit d'activité ionique et le produit de solubilité, en plus de l'équation bilan de masse ionique et de l'énergie thermique.

La RSI est influencée principalement par la température d'hydratation (au jeune âge), ce paramètre a été pris en compte à travers un coefficient appelé I_μ (indice de modification de la microstructure). Il a comme expression :

$$I_\mu = \int_0^t (A_{T/R} - 1)^+ \frac{\partial \alpha}{\partial t} dt$$

$$\text{Avec : } A_{T/R} = \exp\left(-\frac{E_{AR}}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right)$$

Cet indice a été formulé notamment pour simuler l'effet de pessimum observé par [Brunetaud 2005] (voir section 1.6.4) afin que les expansions finales diminuent à partir d'une certaine durée d'échauffement. Il traduit la fraction d'alumine adsorbée définitivement dans les CSH, responsable, selon cet auteur, de l'effet pessimum.

La donnée de sortie principale de ce modèle physico-chimique est l'évolution de la quantité d'ettringite formée en fonction du temps en prenant en compte les conditions de conservation. Par la suite, cette évolution de précipitation de l'ettringite est convertie en volume, afin de pouvoir intégrer la déformation chimique due à la RSI dans un modèle poro-mécanique issu des travaux de [Grimal 2007] et d'en déduire la pression de cristallisation. Ce modèle a été validé grâce aux résultats expérimentaux de gonflement libre de [Martin 2010] et [Brunetaud 2005].

La [Figure 46-a] présente les résultats de ce modèle ; elle montre la quantité d'ettringite formée en fonction du temps. La courbe rouge représente l'évolution de la quantité d'ettringite au niveau de la peau de l'éprouvette 11-22, et la courbe bleue la quantité au niveau du cœur de l'éprouvette. On observe une précipitation d'ettringite dans un premier temps au niveau de la peau lixiviée où la faible teneur en alcalins favorise la précipitation de l'ettringite jusqu'à une valeur maximale d'environ 50 mol/m^3 . Ce pic s'explique par la consommation de tous les sulfates présents dans la solution interstitielle et relargués par les CSH ; à ce moment l'ettringite devient une phase métastable, et se décompose pour donner la phase la plus stable qui est l'AFm. La [Figure 46-b] montre que la cinétique de formation de l'ettringite est en accord avec la cinétique des expansions mesurées.

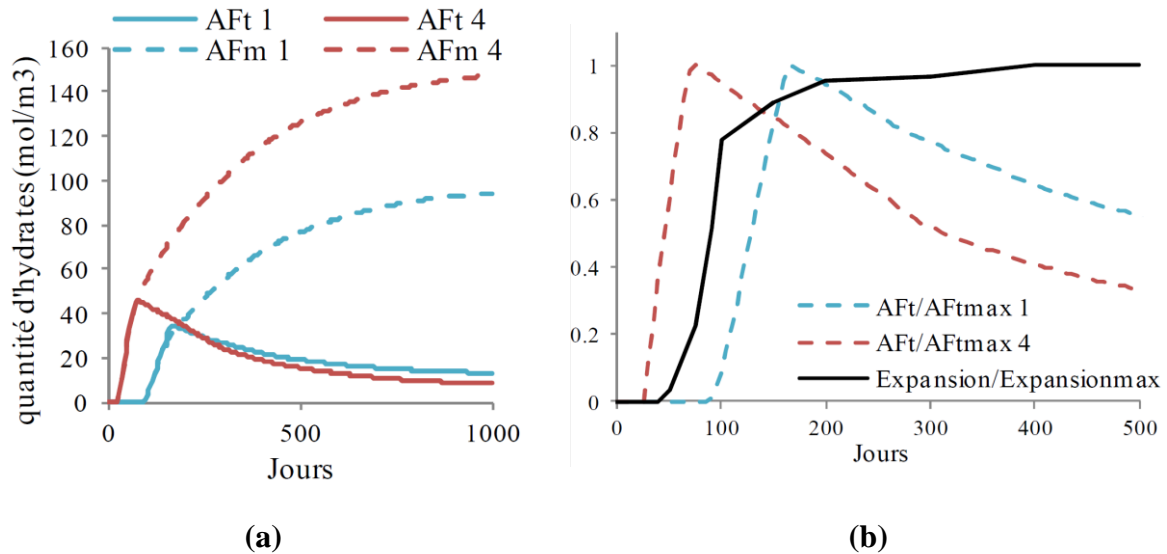


Figure 46: (a) Evolution de la quantité d'AFt et AFm formées en fonction de temps ; (b) Comparaison entre la cinétique d'expansion et la cinétique de précipitation de l'ettringite [Salgues et al. 2012]

1.8 Conclusion de la revue de l'état de l'art

La réaction sulfatique interne est une pathologie endogène qui touche certains ouvrages en béton. Cette pathologie est causée par la précipitation tardive de l'ettringite, produit normal de l'hydratation du ciment, sous plusieurs conditions liées à l'histoire thermique, aux conditions hydriques et à la composition du béton. Elle provoque des expansions élevées causant l'apparition des fissurations et une chute de la capacité portante des structures.

Dans cette partie, on a présenté dans un premier temps la structure cristalline du produit responsable de la RSI nommé « ettringite » qui contient un pourcentage important de molécules d'eau. Par la suite, on a étudié les conditions de stabilité thermodynamique de l'ettringite par rapport à la température et à la teneur en alcalins, qui sont les paramètres principaux responsables de l'instabilité de l'ettringite et par la suite la mobilisation des ions sulfates et aluminates dans les CSH.

La RSI est un phénomène très complexe car il nécessite le couplage de plusieurs aspects chimique, thermodynamique, cinétique et hydrique. La difficulté de compréhension du mécanisme conduisant à l'apparition des expansions, et le lieu de précipitation de l'ettringite sont toujours des sujets de débat dans la communauté scientifique.

Les paramètres influençant la RSI ont été présentés. L'influence de l'histoire thermique, élément clé du déclenchement de l'instabilité de l'ettringite, a été présentée. Cet échauffement peut être dû soit à une élévation de la température au jeune âge (hydratation des pièces massives, préfabrication), soit dans le cas tardif (incendies, stockage des déchets radioactif). L'étude bibliographique a mis en évidence que le seuil de température nécessaire pour le déclenchement de la RSI est voisin de 70°C, par contre ce seuil dépend fortement de la composition chimique du matériau, il ne peut pas être considéré comme fixe. L'étude bibliographique a aussi montré que la température et la durée d'échauffement influencent les amplitudes et les cinétiques des expansions.

En plus de la température, les alcalins, sulfates et aluminates ont une influence importante sur le développement des expansions dues à la RSI. Ainsi, à court terme, la présence des alcalins influence la stabilité de l'ettringite. Cet effet est accentué par l'élévation de la température, qui conduit à la consommation de l'eau interstitielle dans la matrice cimentaire induisant par la suite une élévation du pH. La présence d'alcalins accélère la réaction des C_3S pour donner les CSH, ce qui peut accentuer la quantité de sulfates pouvant être mobilisés dans les CSH constituant par la suite une réserve en sulfates pour que l'ettringite puisse précipiter. L'instabilité de l'ettringite peut aussi causer une redistribution des ions aluminates par substitution par les ions silicium des CSH. A long terme, le phénomène de lessivage des alcalins favorise une précipitation tardive de l'ettringite, et accélère la cinétique de désorption de la réserve de sulfates et aluminates présente dans les CSH induisant une précipitation tardive de l'ettringite et l'apparition des expansions.

Malgré le nombre d'études qui ont été faites pour comprendre le phénomène de la RSI, plusieurs questions restent encore en suspens à ce jour. Ainsi, les données disponibles dans la littérature pour calibrer les modèles sont limitées au cas d'un traitement thermique au jeune âge avec un nombre réduit de durées des paliers de chauffe.

Dans le cas d'un échauffement tardif, très peu d'éléments sont présents dans la bibliographie. Les études qui ont été faites se sont surtout intéressées à l'effet d'un deuxième échauffement (après une certaine durée d'exposition) sur des bétons ou mortiers ayant subi des échauffements au jeune âge. Or, le retour d'expérience du terrain montre que des cas d'échauffement tardif de structure existent et peuvent représenter un risque de RSI.

[Brunetaud 2005] a mis en évidence un effet de pessimum lié à l'histoire thermique subie par le matériau à partir duquel les expansions sont faibles voire inexistantes. A ce jour, il n'existe pas d'études qui ont confirmé et quantifié ce phénomène.

La question du mécanisme de gonflement comme il est présenté dans cette partie reste toujours un sujet de controverse malgré les théories avancées. Il nous paraît nécessaire de faire des observations à l'échelle microscopique afin de bien comprendre ce phénomène, confirmer les théories proposées ou de proposer des nouvelles pistes.

Plusieurs modèles de prédiction de formation de l'ettringite ont été présentés. Ces modèles devront être confrontés aux résultats de notre campagne expérimentale afin de confirmer leur validité vis-à-vis de la durée et des paramètres d'échauffement.

2 Description des expérimentations

2.1 Introduction

La RSI est un phénomène complexe qui implique le couplage de plusieurs aspects chimique, thermodynamique, cinétique, hydrique et mécanique. La difficulté de compréhension du mécanisme conduisant à l'apparition des expansions, et le lieu de précipitation de l'ettringite sont toujours des sujets de débat dans la communauté scientifique. Dans cette thèse, la priorité a été mise sous la possibilité de quantifier les effets des échauffements au jeune âge et tardifs sur le développement des expansions dues à la RSI, sur la base d'un programme expérimental dédié.

Les objectifs visés par le programme expérimental de ces travaux sont :

- Quantifier l'influence de la température et de la durée d'échauffement dans le cas d'un échauffement au jeune âge, sur le développement des expansions associées à la RSI.

Les travaux de [Baghdadi et al 2008] et [Martin et al 2012] ont permis d'établir des lois de couplage entre l'amplitude d'expansion d'un matériau et son histoire thermique, à savoir la température et la durée d'échauffement au jeune âge. Ces lois supposent que l'expansion est une fonction croissante de la température et de la durée de traitement thermique. Cependant, certains travaux [Brunetaud 2005] ont révélé un effet de pessimum, montrant que les expansions semblent diminuer au-delà d'une certaine durée d'échauffement à la même température. Depuis, il n'a pas été mené d'études systématiques qui ont confirmé ou non ce phénomène.

Notre objectif a donc été d'évaluer le domaine de validité de ces lois en termes de gamme de température et de durée d'échauffement, et de mettre en évidence ou non l'existence de l'effet de pessimum, afin de mieux appréhender les effets thermiques au jeune âge et d'arriver à prédire les cinétiques d'expansion des ouvrages atteints.

On a donc prévu de soumettre des éprouvettes de béton sans contraintes à différents traitements thermiques au jeune âge et de suivre leurs expansions sur plusieurs mois afin de mettre en place une loi pour prédire l'expansion des ouvrages en connaissant leur histoire thermique.

- Quantifier l'influence de la température et de la durée d'échauffement, dans le cas d'un échauffement tardif, sur le développement des expansions associées à la RSI.

Dans le cas d'un échauffement tardif, très peu d'éléments sont disponibles dans la littérature. De tels échauffements peuvent par exemple être dus à un incendie, au stockage de déchets radioactifs dans des colis en béton ou à l'exploitation de certains bâtiments industriels.

Les études qui ont été réalisées se sont surtout intéressées à l'effet d'un deuxième échauffement (après une certaine durée d'exposition) sur des bétons ou mortiers ayant subi des échauffements au jeune âge. Les travaux de [Famy 1999, Famy et al. 2002, Barbarulo 2002, Brunetaud 2005, Martin et al. 2013] ont montré qu'un échauffement tardif peut être responsable du développement d'expansions de RSI. De manière générale, ces auteurs ont conclu qu'un béton qui serait susceptible de développer un gonflement important attribué à la formation différée de l'ettringite à la suite d'un échauffement au jeune âge peut aussi

développer un gonflement important attribué à une attaque sulfatique interne si un échauffement lui est appliqué de manière tardive.

On a donc prévu de soumettre des éprouvettes de béton sans contraintes à différents traitements thermiques à un stade tardif (i.e. sur béton durci) et de suivre leurs expansions sur plusieurs mois afin de proposer une loi pour prédire l'expansion due à un échauffement tardif.

2.2 Programme expérimental

2.2.1 Echauffements appliqués

2.2.1.1 Influence de la température et de la durée d'échauffement au jeune âge

Les travaux de [Baghdadi et al. 2008, Martin et al. 2012] ont été basés sur des températures de cure (palier) de 71°C, 81°C et 86°C sur une durée maximale de 5 jours.

Dans la présente étude, des traitements thermiques à 66°C, 71°C et 81°C ont été réalisés. En première approche, on a débuté nos investigations à proximité du domaine exploré lors des études de [Baghdadi et al. 2008, Martin et al. 2012] (1 à 5 jours), par la suite on l'a étendu jusqu'à une durée de plusieurs dizaines de jours (dans la limite des durées qu'on estime représentatives de ce que peut subir une structure massive in situ), afin d'évaluer le domaine de validité des lois de couplage entre l'histoire thermique et le gonflement associé à la RSI.

Un traitement thermique de 61°C sur une durée de 14 jours a également été appliqué afin de bien comprendre le couplage entre température et durée d'échauffement pour des ouvrages tels que les barrages soumis à des échauffements moins intenses mais plus longs, et s'efforcer de préciser un seuil de déclenchement de la RSI au moins pour les bétons présentés dans cette étude. Dans ce travail, on a étudié deux types de bétons :

- R1 : Fortement réactif vis-à-vis du développement de la RSI
- R0 : Peu réactif vis-à-vis du développement de la RSI

Les précisions sur la composition de ces bétons sont données en section 2.2.2 ci-après.

Le Tableau 1 résume les traitements thermiques appliqués.

Tableau 1 : Traitements thermiques au jeune âge

T (°C)	Type de béton	Traitement 1	Traitement 2	Traitement 3	Traitement 4	Traitement 5
81	R1 et R0	1 jour	3 jours	5 jours	7 jours	14 jours
71	R1	2 jours	7 jours	12 jours	14 jours	28 jours
66	R1	14 jours				
61	R1 et R0	14 jours	-		-	-

Les durées d'échauffements citées dans le Tableau 1 correspondent aux durées de maintien de la température maximale (palier).

Description des expérimentations

Les vitesses d'échauffement et de refroidissement sont de 5°C/h. On a gardé ces vitesses qui ont été utilisées dans d'autres études [Baghdadi 2008] afin d'élargir notre base de données pour comparer nos résultats avec ceux de la littérature et pour éviter les fissurations par choc thermique.

La formule R0 n'a pas été traitée à 71°C pour des questions d'intendance : ceci aurait représenté un volume d'essai trop compliqué à réaliser avec les moyens à disposition.

Le traitement thermique à 71°C pendant 12 jours est accidentel, un incident de cure thermique pour le cas du traitement à 71°C pendant 14 jours est survenu en raison d'une coupure accidentelle de l'alimentation électrique du système de chauffe. Celle-ci s'est produite 2 jours avant la fin de ce traitement thermique. Cette coupure a causé une chute de température de 71°C à 51°C. La consigne du procédé de cure thermique a été conservée à une température de cure de 51°C puis les enregistrements des expansions ont été lancés comme pour un cas normal. Un nouvel essai de 71°C pendant 14 jours sans incident a été réalisé. L'ensemble des résultats a été conservé, ce qui étend le domaine des situations permettant de quantifier l'effet de divers traitements sur le développement des expansions.

Les durées de traitement thermique ont été ajustées en fonction des impératifs expérimentaux. Ceci est dû à l'opération de refroidissement de la cure thermique qui nécessite la présence d'un opérateur pour augmenter le débit d'injection de l'eau afin de garder une vitesse de refroidissement de -5°C/h (Annexe 1). Le Tableau 2 présente les durées exactes des paliers et des différents traitements thermiques appliqués réellement.

Tableau 2 : Traitements thermiques au jeune âge réellement appliqués aux éprouvettes

T (°C)	Type de béton	Traitement 1	Traitement 2	Traitement 3	Traitement 4	Traitement 5
81	R1 et R0	25 heures	73 heures	121 heures	169 heures	337 heures
71	R1	54 heures	175 heures	288 heures	341 heures	677 heures
66	R1	345 heures				
61	R1 et R0	347 heures		-	-	-

2.2.1.2 Influence de la température lors d'un échauffement tardif

Afin de simuler l'effet d'un échauffement sur un béton mature, on a traité thermiquement à environ 3 mois d'âge des éprouvettes de béton n'ayant pas subi de traitement thermique au jeune âge, conservées sous scellement hydrique pendant environ 100 jours d'âge (les phénomènes d'hydratation sont supposés largement avancés après cette durée de conservation) à différentes températures et différentes durées de traitement, et on a suivi leurs expansions sur plusieurs mois.

Les traitements thermiques sont identiques à ceux effectués au jeune âge à une température de 81°C afin de comparer les expansions dans les deux cas. On réalise également un traitement thermique sur béton durci de type R1 à 86°C pendant 5 jours : ce traitement thermique est inspiré d'une situation d'échauffement de structure de production d'énergie où le béton pourrait être soumis à un échauffement à des hautes températures sur plusieurs jours. Comme précédemment, on étudie deux types de bétons :

Description des expérimentations

- R1 : Fortement réactif vis-à-vis du développement de la RSI
- R0 : Peu réactif vis-à-vis du développement de la RSI

Le Tableau 3 résume les traitements thermiques pour le cas d'un échauffement tardif.

Tableau 3 : Traitements thermiques tardifs

T (°C)	Type de béton	Traitement 1	Traitement 2	Traitement 3	Traitement 4
86	R1	-	-	5 jours	-
81	R1	1 jour	3 jours	7 jours	14 jours
81	R0	1 jour	3 jours	7 jours	-

Comme indiqué en section 2.2.1.1, les durées de traitement thermique ont été ajustées en fonction des impératifs expérimentaux liés aux injections de l'eau froide nécessaires pour avoir un refroidissement de $-5^{\circ}\text{C}/\text{h}$. La qualification de la phase de refroidissement est présentée dans l'Annexe 1. Les durées exactes des paliers des traitements thermiques appliqués sont exprimées dans le Tableau 4.

Tableau 4 : Traitements thermiques tardifs réellement appliqués aux éprouvettes

T (°C)	Type de béton	Traitement 1	Traitement 2	Traitement 3	Traitement 4
86	R1	-	-	120 heures	-
81	R1	25 heures	73 heures	169 heures	337 heures
81	R0	25 heures	73 heures	169 heures	-

2.2.1.3 Essais de validation des lois de couplage

Les expériences présentées dans les sections 2.2.1.1 et 2.2.1.2 ont pour objectif d'établir des lois de couplage entre expansion et histoire thermique (échauffement au jeune âge ou tardif). Pour cela, on applique des traitements thermiques simplifiés où on a idéalisé les échauffements de pièces massives ou le traitement thermique de pièces préfabriquées sous forme d'un trapèze (phase de chauffe, palier et refroidissement). Après avoir établi les lois de couplage entre l'histoire thermique et l'expansion, on cherchera à les valider en effectuant des traitements thermiques plus réalistes correspondant au cas de l'échauffement de pièces massives lors de la réaction d'hydratation. Cette démarche doit permettre par la suite de valider les modèles de prédiction des expansions des ouvrages quelle que soit leur histoire thermique.

Un profil de température réaliste basé sur les résultats d'enregistrement dans une poutre de $18 \times 4,5 \times 4,5$ m³ [Figure 47] a été utilisé, afin de constituer un premier cas de validation des lois de couplage.

Description des expérimentations

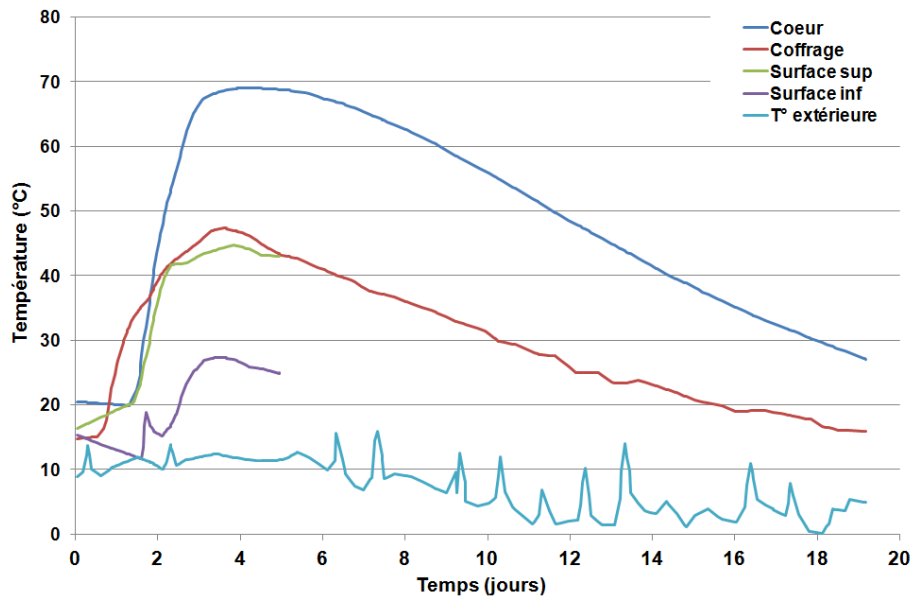


Figure 47: Enregistrement de la température d'une poutre 18x4,5x4,5 m³

Une étuve a été utilisée pour l'application du profil de température réaliste. Ce profil [Figure 47] a été modifié afin de viser une température maximale entre 71°C et 81°C en gardant la même forme du profil de température enregistrée au cœur de la poutre. Comme pour tous les traitements thermiques appliqués, une durée de pré-cure de 2 heures et une température finale de refroidissement de 20°C ont été choisies. La qualification de l'étuve est détaillée dans l'Annexe 1.

La [Figure 48] présente le profil de température modifié, utilisé comme consigne de l'étuve afin d'avoir une température maximale entre 71°C et 81°C. Cette consigne [Figure 48] (courbe verte) a également été appliquée dans le bain de cure thermique afin d'avoir un deuxième profil de température réaliste avec une température maximale de 81°C.

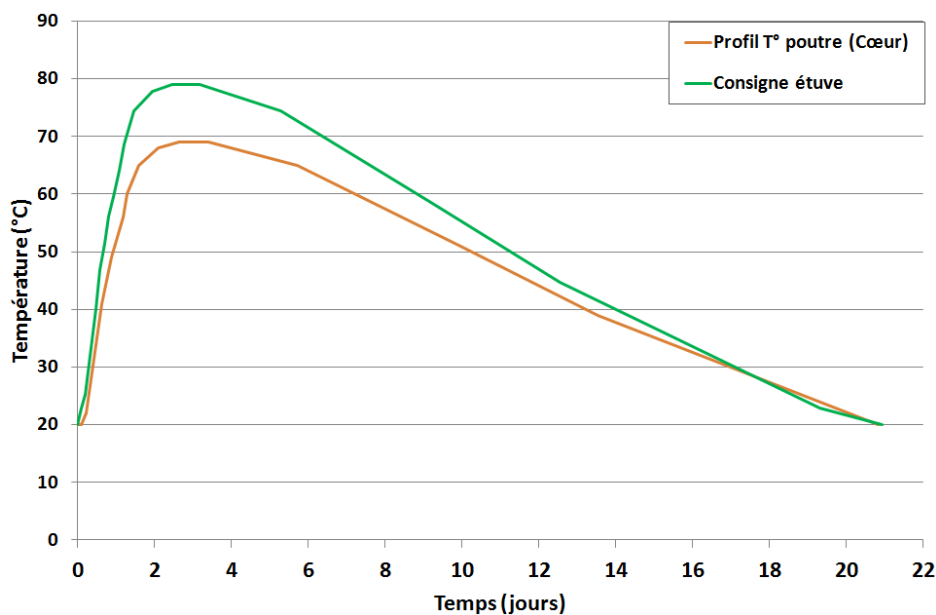


Figure 48 : Profil de température réaliste choisi pour les tests de validation

2.2.2 Matériaux

2.2.2.1 Propriétés

Notre étude se situe dans la continuité des travaux de [Baghdadi 2008, Martin 2010]. Les formulations des bétons R1 et R0 utilisées dans nos travaux sont respectivement issues ou inspirées de [Martin 2010], afin de comparer nos résultats avec ceux déjà trouvés et de valider les lois de couplage mises au point. Les caractéristiques visées pour les bétons mis en œuvre sont les suivantes :

- Résistance à la compression de l'ordre de 40 MPa à 28 jours sans traitement thermique.
- Affaissement de l'ordre de 10±2cm (Cône d'Abrams).
- Rapport eau/ciment de l'ordre de 0,5.

L'objectif de cette campagne expérimentale est de mesurer les expansions dues au développement de la RSI sur prismes de 11 cm de côté et 22 cm de hauteur. Cette géométrie a été choisie afin de pouvoir utiliser le bâti de mesure automatisé développé par [Martin et al. 2010] (voir section 2.7.1). Des éprouvettes cylindriques Ø11H22 ont par ailleurs été fabriquées pour caractériser la résistance mécanique, la porosité accessible à l'eau et la lixiviation afin de quantifier l'effet des différents traitements thermiques sur le réseau poreux et le transfert des alcalins dans l'eau (lixiviation).

2.2.2.2 Ciments

Les ciments utilisés sont les mêmes que ceux des thèses de [Baghdadi 2008] et [Martin 2010]. Il s'agit de :

- CEM_A : Ciment potentiellement très réactif vis-à-vis de la RSI (CEM I 52.5 R CE CP2 NF), d'une teneur élevée en sulfates, aluminates et alcalins.
- CEM_B : Ciment potentiellement peu réactif vis-à-vis de la RSI (CEM I 52.5 N PM ES).

Les tableaux 5 et 6 présentent la composition cimentaire selon la méthode de Bogue ainsi que la composition minérale des deux types de ciments. Leur réactivité potentielle vis-à-vis de la RSI est associée à leurs teneurs en sulfates, aluminates et alcalins.

Tableau 5 : Composition cimentaire en pourcentage massique selon la méthode de Bogue [Martin 2010]

	Provenance analyse	C ₃ S (%)	C ₂ S (%)	C ₃ A (%)	C ₄ AF (%)	CSH ₂ (%)	CC (%)	Na ₂ O _{eq} (%)	SO ₃ (%)
CEM_A	LCPC	41,45	27,15	4,97	11,54	7,44	4,18	0,83	3,46
CEM_B	LCPC	43,22	32,16	2,35	11,63	5,61	3,80	0,44	2,61

Tableau 6 : Composition minérale des deux ciments utilisés en pourcentage massique [Martin 2010]

	CEM_A	CEM_B
SiO₂	20,38	22,59
Al₂O₃	4,30	3,33
TiO₂	0,24	0,14
Fe₂O₃	3,80	3,83
CaO	62,79	64,39
MgO	1,25	0,92
Na₂O	0,35	0,24
K₂O	0,73	0,31
SO₃	3,46	2,61
Cl	0,04	0,00
S	Traces	Traces
MnO	0,05	0,08
PAF	2,04	0,45
Insolubles	0,54	1,06
Na₂O_{eq}	0,83	0,44
CaO libre	1,39	0,83
CO₂	1,84	1,67

2.2.2.3 Granulats

Les granulats utilisés pour cette étude sont siliceux et non réactifs vis-à-vis de la réaction alcali granulat (RAG). Il s'agit de :

- Sable NR 0/2
- Sable LN 0/4
- Gravillon NR 4/8
- Gravillon NR 8/12

La [Figure 49] présente la granulométrie des granulats non réactifs 0/2, 4/8 et 8/12.

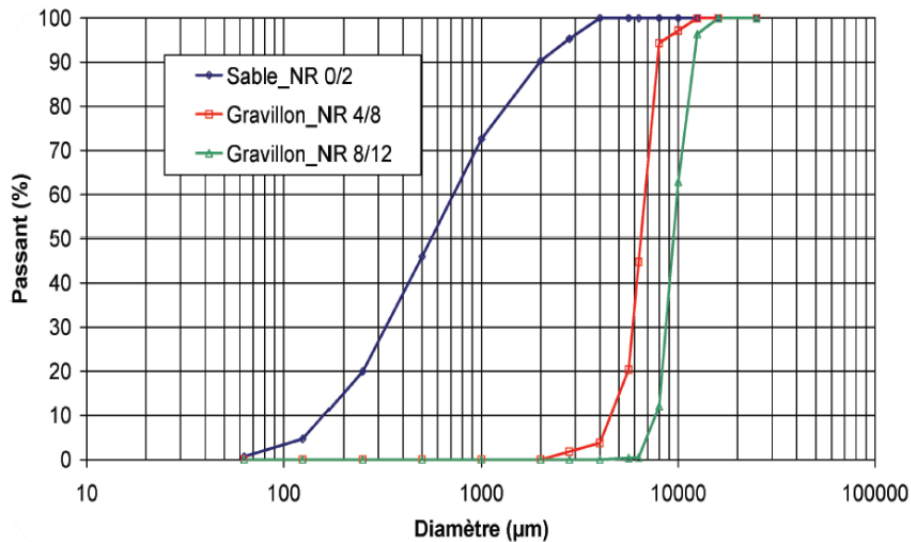


Figure 49 : Granulométrie des granulats NR (d'après [Martin 2010])

Le sable NR 0/2, de la thèse de [Martin 2010], a été utilisé pour fabriquer la formule R1, identique en tout point à celle de [Martin 2010]. Le sable LN 0/4 a été utilisé pour le béton R0. Le choix du Sable_NR pour la formule R1 a été réalisé pour disposer d'une formule identique aux travaux [Baghdadi 2008, Martin 2010] afin de disposer d'un maximum de données concernant cette formule. Néanmoins, ce sable n'étant plus produit, le sable LN 0/4 a été choisi pour le béton R0 afin de disposer d'une réserve de sable suffisante pour chaque type de béton. La formule R0 est donc identique à la formule NR de [Martin 2010] à la nature du sable prêt. Ce choix est justifié par le fait qu'aucun essai de dépendance à l'échauffement n'a été effectué pour cette formule, il est donc moins primordial de disposer du même béton que dans les travaux de [Baghdadi 2008, Martin 2010]. La [Figure 50] montre la différence de granulométrie entre les deux sables.

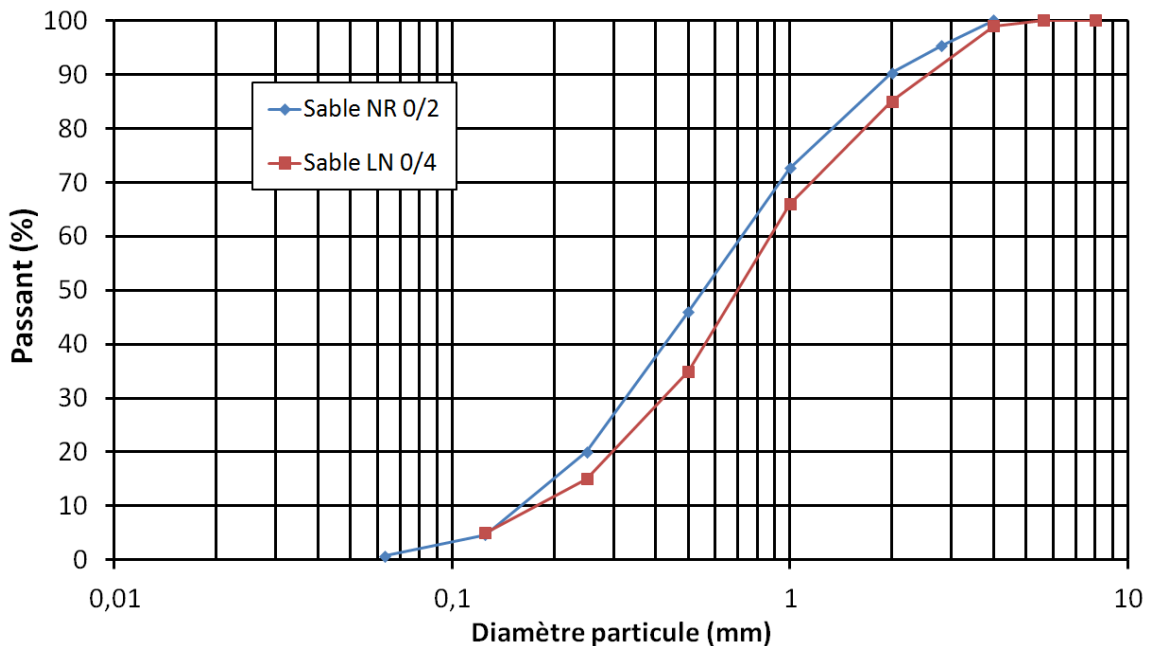


Figure 50 : Granulométries comparées des sables LN 0/4 et NR 0/2

2.2.2.4 Composition

La composition (en kg/m³) des deux bétons étudiés (R1 et R0) est présentée dans le Tableau 7 :

Tableau 7 : Composition des bétons R1 et R0 (kg/m³)

	R0	R1
CEM_B	410,000	-
CEM_A	-	410,000
Eau de gâchage	199,070	199,040
Sable NR 0/2	-	853,980
Sable LN 0/4	856,010	-
Gravillon NR 4/8	100,250	100,010
Gravillon NR 8/12	830,640	828,670
KOH	-	1,745
Teneur globale en Na₂O_{eq}	1,804	3,977
E/C	0,460	0,460
G/S	1,090	1,090

Une teneur en Na₂O_{eq} de 1% de la masse de ciment a été obtenue par ajout de KOH dans l'eau de gâchage pour la formule « réactive » R1 [Tableau 7].

2.2.3 Corps d'épreuve

2.2.3.1 Nomenclature

2.2.3.1.1 Eprouvettes de mesure d'expansion

Pour chaque cas de traitement thermique, on a fabriqué trois prismes identiques pour des questions de représentativité statistique des résultats d'expansion obtenus.

La nomenclature choisie pour les prismes 11-11-22 de caractérisation du gonflement est la suivante :

- Premier champ : type de béton (R1 ou R0).
- Deuxième champ : type de traitement thermique (J=jeune âge, T=tardif).
- Troisième champ : température du palier de traitement thermique en °C (TT).
- Quatrième champ : durée du traitement thermique en jours (DT).
- Cinquième champ : numéro de repérage de l'éprouvette.

R1	_	T	_	TT	_	DT	_	1
R0		J						2
								3

La nomenclature choisie pour les prismes 11-11-22 de caractérisation du gonflement des essais de validation est la suivante :

- Premier champ : type de béton (R1 ou R0).

Description des expérimentations

- Deuxième champ : type du traitement thermique (J=jeune âge, T=tardif).
- Troisième champ : « V », signifiant un profil de température réalisé pour la validation des lois de couplage (en fonction de l'essai de validation considéré, cf. section 2.2.1.3).
- Quatrième champ : température maximale du traitement thermique réaliste appliqué (Tmax1=74°C, Tmax2=79°C ; voir section 2.3.2)
- Quatrième champ : numéro de repérage de l'éprouvette.

R1	_	T	_	V	_	Tmax1	_	1
R0		J				Tmax2		2
								3

2.2.3.1.2 Eprouvettes de caractérisation

Pour les caractérisations (résistance à la compression, résistance à la traction, Module d'Young, Coefficient de Poisson, porosité et lixiviation), sept éprouvettes (cylindre 11-22) ont été fabriquées pour chaque type de béton associé à un traitement thermique.

Les essais de la porosité accessible à l'eau (section 2.5), et la lixiviation des alcalins (section 2.6) au cours de la cure thermique ont été effectués sur des ½ cylindres provenant des essais de traction par fendage. Ces ½ cylindres ont été conservés sous film plastique avant le sciage afin de limiter les pertes d'eau (les essais de fendage, de porosité et de lixiviation ont néanmoins été systématiquement lancés au cours de la même journée).

La nomenclature choisie pour les cylindres 11-22 de caractérisation est la suivante :

- Premier champ : type de béton (R1 ou R0).
- Deuxième champ : type de traitement thermique (J=jeune âge, T=tardif).
- Troisième champ : température du traitement thermique (TT).
- Quatrième champ : durée du palier de traitement thermique en jours (DT).
- Cinquième champ : type d'essai auquel est affectée l'éprouvette (C = compression, F=fendage, P+L=porosité et lixiviation).
- Sixième champ: numéro de repérage de l'éprouvette.

Le [Tableau 8] présente un exemple de nomenclature des corps d'épreuve (cylindres 11-11-22 cm³) destinés aux essais de caractérisation mécanique, mesures de la porosité accessible à l'eau et tests de lixiviation des alcalins lors de la phase de cure.

Description des expérimentations

Tableau 8 : Exemple de nomenclature des cylindres 11-11-22 cm³

R1_T_TT_DT_C_1 R0_T_TT_DT_C_1	Compression (résistance à la compression, module d'Young, coefficient de Poisson)
R1_T_TT_DT_C_2 R0_T_TT_DT_C_2	
R1_T_TT_DT_C_3 R0_T_TT_DT_C_3	
R1_T_TT_DT_F_1 R0_T_TT_DT_F_1	Fendage (résistance à la traction) (avant traitement thermique dans le cas tardif)
R1_T_TT_DT_F+P+L_1 R0_T_TT_DT_F+P+L_1	Fendage (résistance à la traction), ½ éprouvette pour la porosité et ½ éprouvette pour la lixiviation (avant traitement thermique dans le cas tardif)
R1_T_TT_DT_F+P+L_2 R0_T_TT_DT_F+P+L_2	Fendage (résistance à la traction), ½ éprouvette pour la Porosité et ½ éprouvette pour la lixiviation (après traitement thermique)

Dans le cas du traitement thermique au jeune âge, les éprouvettes de caractérisation mécanique ont été testées à 28 jours. Trois cylindres ont été testés pour le module de Young, coefficient de Poisson et la résistance en compression. Deux éprouvettes (notées F_1 et F+P+L_1) ont servi pour tester la résistance à la traction par fendage. La porosité accessible à l'eau et la lixiviation en phase de cure ont été testées sur des demi-éprouvettes provenant de l'essai de fendage de l'éprouvette (F+P+L_1).

Dans le cas du traitement thermique tardif, les éprouvettes ont été testées un jour avant le traitement thermique (soit à un âge de 99 jours) afin de connaître les caractéristiques mécaniques avant la cure thermique. La porosité accessible à l'eau et la lixiviation ont été testées après la fin de cure sur deux demi-éprouvettes provenant d'un essai de traction par fendage de l'éprouvette (F+P+L_2).

2.2.3.2 Conditions de cure

Au jeune âge, les éprouvettes sont traitées thermiquement 2 heures après le début du coulage. Dans le cas tardif, les éprouvettes sont décoffrées 24 heures après le coulage et conservées sous aluminium [Toutlemonde & Le Maou 1996] à 20°C pendant 100 jours avant d'être traitées thermiquement avec les éprouvettes du cas jeune âge.

Après la fin du traitement thermique (retour à 20°C), les éprouvettes sont emballées sous trois couches d'aluminium autocollant afin d'éliminer pratiquement les échanges hydriques avec l'extérieur [Toutlemonde & Le Maou 1996], instrumentées et conservées dans une enceinte climatique à 38°C durant 12 heures afin de débiter le suivi des expansions dans un état thermique stable (ceci permet de ne pas intégrer à la mesure d'expansion la phase de dilatation thermique du matériau). La [Figure 51] présente l'histoire thermique et hydrique des éprouvettes et la chronologie des essais mécaniques, porosité et lixiviation pour les deux cas (jeune âge et tardif).

Description des expérimentations

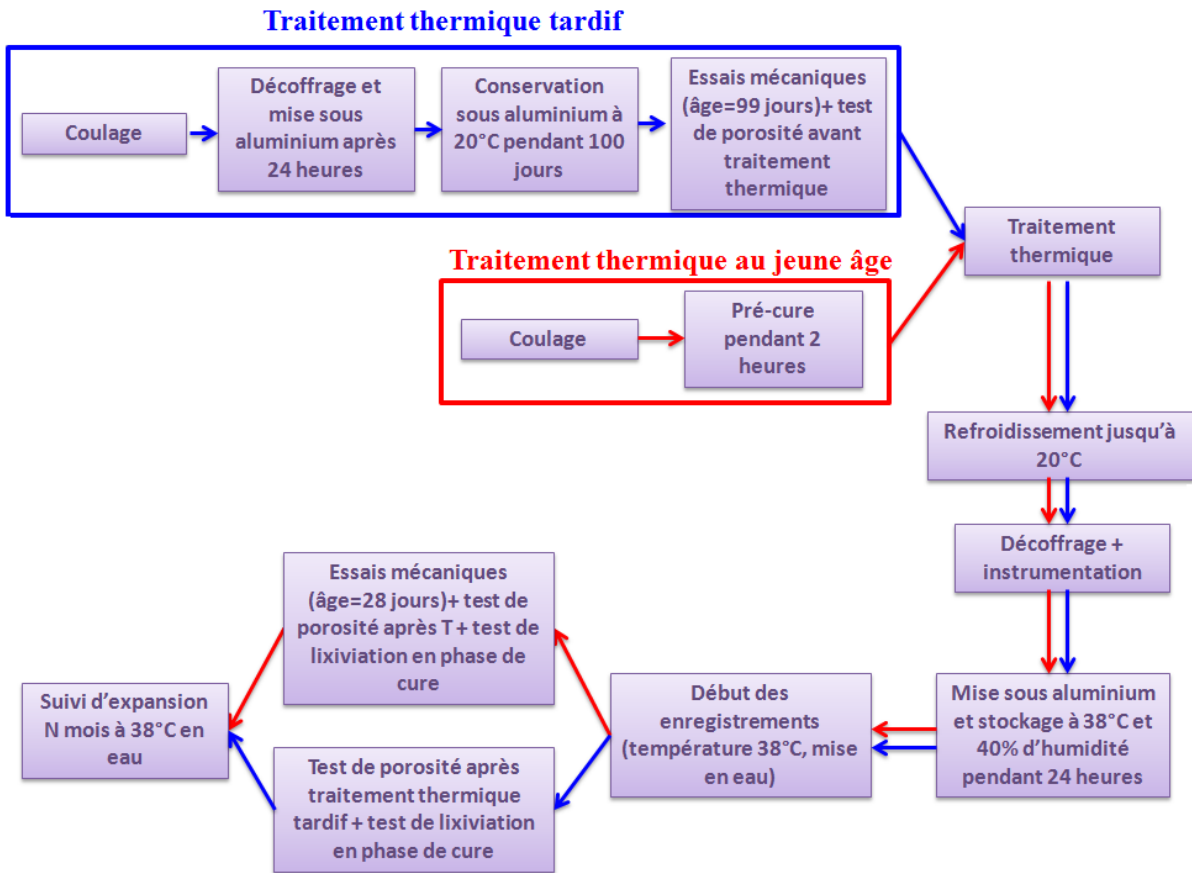


Figure 51: Histoire thermique et hydrique lors des traitements thermiques au jeune âge et tardif + essais mécaniques

2.2.4 Matériels

2.2.4.1 Système de cure thermique

Le traitement thermique des corps d'épreuves est réalisé avec le dispositif décrit par [Martin & Toutlemonde 2013]. Il s'agit d'un bac rempli d'eau de dimensions intérieures 350x85x75 cm³ [Figure 52]. θ_e et θ_s correspondent respectivement à la température de l'eau d'entrée et de sortie dans le bac, elles sont utilisées pour la régulation de la température [Figure 52-a]. La circulation de l'eau est effectuée à l'aide d'une pompe et la température est régulée avec un thermoplongeur de 24 kW contrôlé par un automate programmable [Figure 52-b]. Les parois latérales de la structure ont été conçues afin de permettre une bonne isolation du système : elles sont formées d'une couche de laine de roche de 5 cm placée entre deux plaques de polypropylène de 1,5 cm et 1,2 cm d'épaisseur. Trois panneaux amovibles en polypropylène d'épaisseur 1 cm complétés par une isolation souple rapportée servent de couverture du bac. La partie inférieure du bac est constituée d'une plaque de polypropylène de 1,5 cm d'épaisseur. Ce bac est posé sur des palettes isolées en partie inférieure à l'aide de polystyrène et de laine de roche.

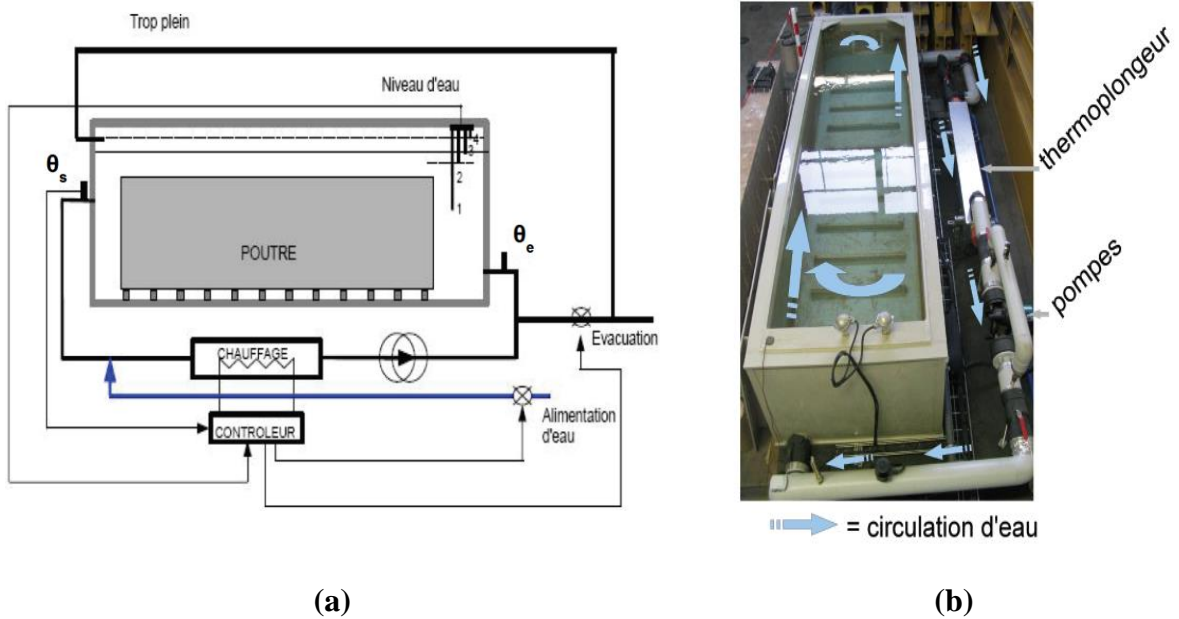


Figure 52 : Système de traitement thermique d'après [Martin 2010]

2.2.4.2 Conservation en eau des corps d'épreuves

Après la cure thermique, en phase de vieillissement, les prismes sont stockés dans des bacs spécifiques, de 65 litres, pour chaque cas combiné de formulation, histoire et échéance de traitement thermique [Figure 53] afin d'éviter toute contamination chimique entre les différents cas d'étude. Tous les bacs sont conservés dans une enceinte climatique régulée à 38°C afin d'accélérer les expansions provoquées par la RSI et de comparer ces derniers avec les résultats de [Baghdadi 2008] et [Martin 2010] qui ont utilisé des modes de conservation équivalents.

Lors du vieillissement, on est amené à remplir les bacs pour compenser le départ d'eau par évaporation. Afin d'éviter le remplissage manuel des bacs et pour s'assurer de conditions de conservation identiques pour l'ensemble des cas étudiés, un système de remplissage automatique via des robinets à flotteur a été mis en place. Tous les bacs ont été remplis avec la même quantité d'eau (55 litres) afin d'avoir la même exposition à la lixiviation des alcalins pour tous les cas.



Figure 53 : Conservation des prismes dans les bacs

La température de l'eau dans tous les bacs a été mesurée afin de connaître l'état exact de conservation des corps d'épreuve et de prendre en compte ce paramètre lors des interprétations des suivis dimensionnels. La vérification des températures est reportée dans l'Annexe 1.

Les bacs sont stockés dans une enceinte régulée à 38°C. Cependant, la température moyenne mesurée dans les 30 bacs d'eau est de 34°C avec un écart-type de 0,6°C. Ceci est dû à l'évaporation de l'eau des bacs qui engendre une baisse de température de l'eau.

Comme la stabilité et la cinétique de précipitation de l'ettringite dépendent fortement de la température de conservation, les écarts de la température de l'eau lors de la phase de conservation seront pris en compte lors des interprétations des résultats des expansions.

2.3 Confection des corps d'épreuve

2.3.1 Fabrications

Le programme expérimental comprend au total 31 fabrications. Chaque opération de fabrication étant associée à l'un des deux bétons R1 et R0 et à l'un des différents traitements thermiques. L'intégralité des fabrications a été réalisée entre le 15/10/2013 et le 14/05/2014. Le Tableau 9 récapitule l'ensemble des corps d'épreuves fabriqués:

Tableau 9 : Récapitulatif des corps d'épreuve

Traitement thermique	Prismes	Cylindres
Jeune âge	51	119
Tardif	24	56
Validation	18	42
Total	93	217

Total = 310 Corps d'épreuves (31 coulages)

Description des expérimentations

Les matériaux ont été gâchés à l'aide d'un malaxeur unique d'une capacité de 30 litres. La formulation des deux bétons en kg par gâchée (30 litres) est la suivante :

Tableau 10 : Formulation des bétons R1 et R0 (kg/gâchée 30 l)

	R0	R1
CEM_A	-	12,300
CEM_B	12,300	-
Eau de gâchage	5,972	5,971
Sable NR 0/2	-	25,619
Sable LN 0/4	25,680	-
Gravillon NR 4/8	3,001	3,000
Gravillon NR 8/12	24,919	24,860
KOH	0,000	0,052

Après le malaxage, on a réalisé un essai d'affaissement au cône d'Abrams, ensuite on a effectué le remplissage des moules, puis on a vibré les éprouvettes à l'aide d'une table vibrante conformément à la norme NF P 18-421.

Les corps d'épreuves ont été protégés en surface par le textile de cure Zemdrain® afin de limiter la lixiviation des alcalins lors de la phase de cure thermique [Martin 2010].

La norme NF P 18-421 ne présente pas d'abaque pour déterminer le temps de vibration pour des prismes 11-11-22. Aussi on a utilisé l'abaque des prismes 10-10-40 présentant la géométrie la plus proche. Les figures 54 et 55 illustrent les opérations de coulage pour les cas jeune âge et tardif.



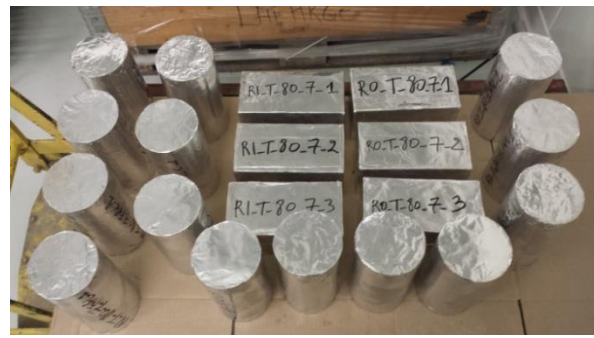
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 54 : Photos de coulage pour un traitement thermique tardif
(a) : coffrages ; (b) : préparation de l'essai d'affaissement au cône d'Abrams ; (c) : coffrages remplis ; (d) : conservation sous aluminium à température ambiante après décoffrage (24h après coulage)

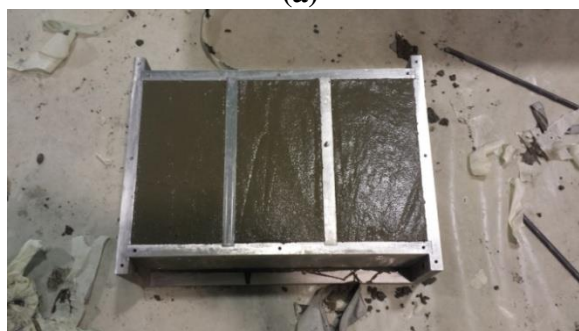
Description des expérimentations



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

**Figure 55 : Photos coulage et traitement thermique jeune âge et tardif.
(a): coffrages métalliques pour les prismes 11-11-22 (cm); (b) : coffrages carton+PVC pour les éprouvettes 11-22 (cm); (c) et (d) : coffrages remplis ; (e) : corps d'épreuve jeune âge et tardif avant le traitement thermique**

Description des expérimentations

Le Tableau 11 synthétise les résultats d'essais sur béton frais pour les différentes fabrications.

Tableau 11 : Synthèse des fabrications et résultats d'affaissement des bétons R1 et R0 traités au jeune âge et tardivement

	Date de fabrication	Température du palier (°C)	Durée d'échauffement (jours)	Affaissement (cm)	
				Béton R1	Béton R0
Jeune âge	15/10/2013	61	14	9	10
	06/11/2013	71	7	10	-
	18/11/2013	71	2	9	-
	13/01/2014	71	12	8	-
	09/12/2013	71	28	7	-
	05/02/2014	81	7	9	12
	24/02/2014	81	1	9	15
	07/03/2014	81	3	10	13
	17/03/2014	81	14	8	15
	19/03/2014	V_74		7	14
	15/04/2014	V_79		8	14
	12/05/2014	71	14	9	-
	01/10/2014	81	5	10	-
	15/10/2014	66	14	8	-
Tardif	29/10/2013	81	7	9	14
	18/11/2013	81	1	10	12
	27/11/2013	81	3	9	4
	05/12/2013	81	14	8	-
	23/12/2013	86	5	6	-
	09/12/2013	V_74		3	-
	06/01/2014	V_79		8	-

La majorité des résultats d'affaissement s'est avérée conforme aux attentes du cahier des charges (10 ± 2 cm). Pour le reste, les fluctuations de conditions de fabrication ont contribué à la variabilité des résultats d'affaissement. Les corps d'épreuve dont l'affaissement était en dehors de cette plage ont été vibrés pendant un temps plus long ou plus court suivant la valeur de l'affaissement mesuré et conformément à la norme NF P 18-421. Cette dispersion des résultats est due principalement à la variation de température ambiante lors du coulage [Figure 56] (les données de température sont issues de [Weather Underground 2014]).

Description des expérimentations

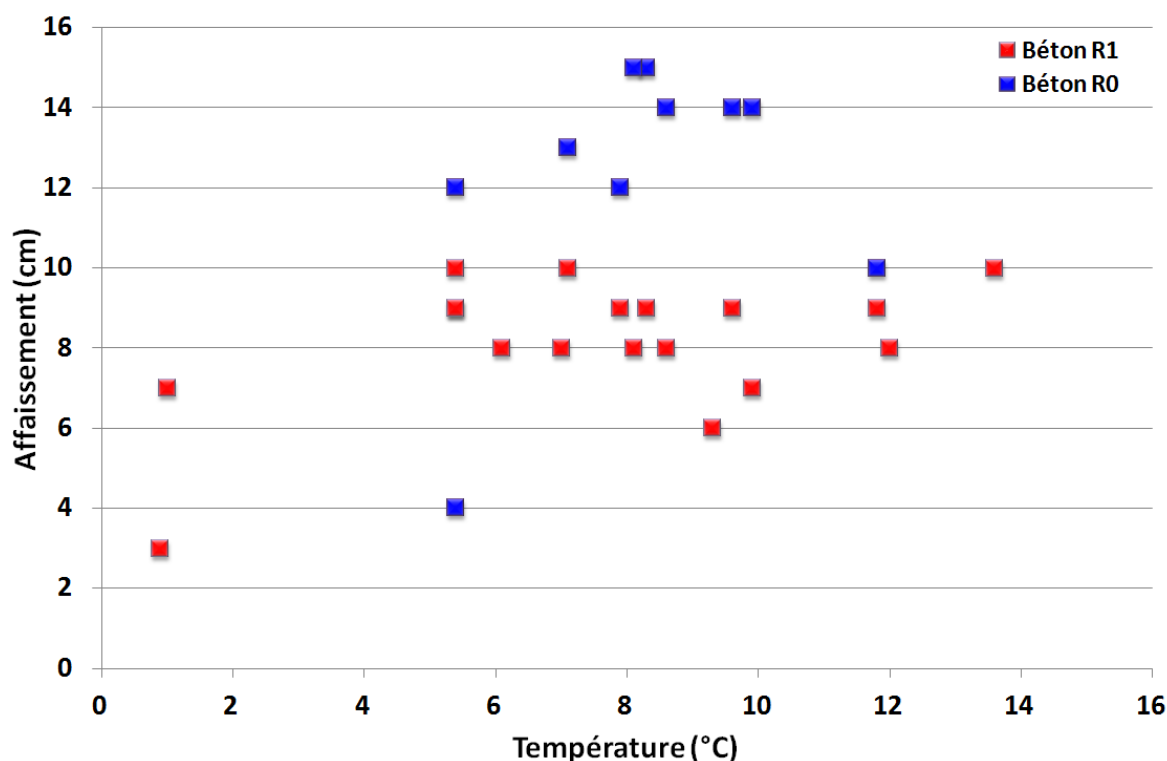


Figure 56 : Résultats d'affaissement des bétons R1 et R0 en fonction de la température ambiante

2.3.2 Traitements thermiques

La campagne expérimentale comprend au total 15 traitements thermiques à différentes températures : 61, 66, 71, 81 et 86°C pendant différentes durées. Les cinétiques des expansions ont été prises en compte lors de la planification des traitements thermiques afin d'assurer des durées de suivi plus longues pour les cas où on s'attendait à des cinétiques lentes sur la base des résultats de la littérature. Le Tableau 12 récapitule les traitements thermiques appliqués.

Tableau 12 : Récapitulatif des traitements thermiques

Béton	Température de traitement (TT) en °C	Durée de traitement (DT) en jours								
		1	2	3	5	7	12	14	20	28
R1	61	-	-	-	-	-	-	J	-	-
	66	-	-	-	-	-	-	J	-	-
	71	-	J	-	-	J	J	J	-	J
	81	J+T	-	J+T	J	J+T	-	J+T	-	-
	V_74	-	-	-	-	-	-	-	J+T	-
	V_79	-	-	-	-	-	-	-	J+T	-
R0	81	J+T	-	J+T	-	J+T	-	J	-	-
	86	-	-	-	T	-	-	-	-	-
	V_74	-	-	-	-	-	-	-	J	-
	V_79	-	-	-	-	-	-	-	J	-

Tous les traitements thermiques ont été effectués entre le 15/10/2013 et le 29/05/2014.

Description des expérimentations

La [Figure 57] présente à titre d'exemple l'enregistrement de température dans le cas du traitement thermique à 81°C pendant 1 jour. On trouvera en Annexe 11 l'intégralité des profils de températures appliqués.

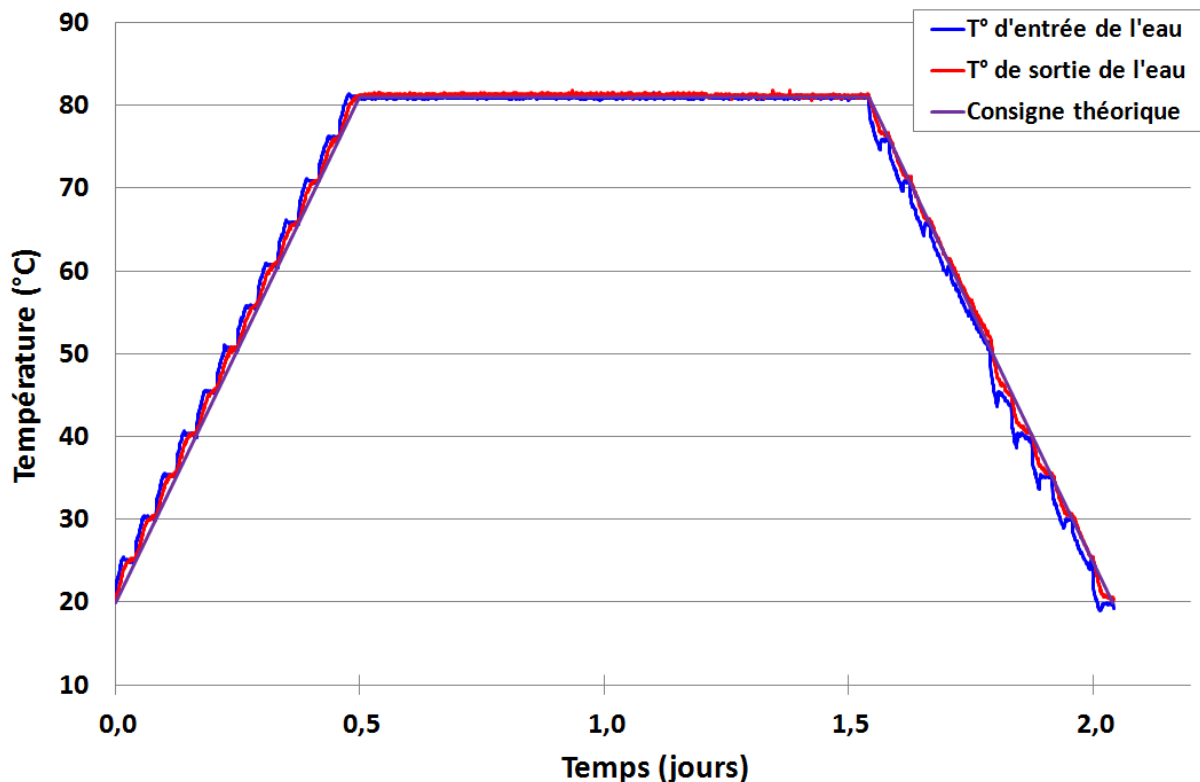


Figure 57 : Exemple du traitement thermique à 81°C pendant 1 jour.

On caractérise les traitements thermiques par l'intégrale de la courbe de température en °C, entre les températures d'entrée et de sortie du bain de cure thermique, en fonction du temps, sur la durée totale de séjour des éprouvettes dans l'enceinte de cure thermique. Par abus de langage et pour faire court, cette grandeur est dénommée dans la suite « énergie thermique ».

Le Tableau 13 présente les énergies thermiques moyennes fournies par le système. Ces énergies sont supérieures de 0,06% à 0,44% aux énergies des profils thermiques théoriques. Ce faible écart traduit un contrôle très satisfaisant du procédé. L'écart-type de la température moyenne au niveau du palier est de 0,1°C pour l'ensemble des cas de traitements thermiques. Ceci assure la précision du maintien de la température maximale sur toutes les durées du palier lors de la phase de cure.

Description des expérimentations

Tableau 13 : Comparaison entre l'énergie thermique théorique et l'énergie thermique moyenne appliquée

Température moyenne palier (°C)	Ecart-type température (°C)	Durée de palier (arrondie en jours)	Energie théorique (°C.h)	Energie thermique enregistrée (°C.h)	Erreur relative(%)
60,9	0,1	14	21746	21841	0,44
66,0	0,1	14	23447	23534	0,37
71,1	0,1	2	4731	4745	0,29
71,1	0,1	7	13300	13355	0,41
71,0	0,1	14	25127	25142	0,06
71,0	0,1	28	48852	49003	0,31
81,3	0,1	1	3235	3244	0,25
81,4	0,1	3	7124	7139	0,22
81,3	0,1	5	11011	11038	0,29
81,2	0,1	7	14900	14943	0,29
81,2	0,1	14	28508	28597	0,31
86,3	0,1	5	11709	11739	0,26
V_79		-	25696	25828	0,51%

Le système de cure thermique a été régulé à 20°C durant deux heures avant le début de chauffe, afin de commencer la cure thermique dans un état stable. Un débit de 220 l/h d'eau froide a été injecté pour assurer une mobilisation du système de chauffe. Pour tous les cas, un temps de pré-cure des corps d'épreuve de 2 heures a été respecté (sauf le cas R1_J_71_2 (1h10min) et R1_J_71_7 (1h40min)), ainsi qu'une vitesse d'échauffement et de refroidissement de 5°C/h.

La [Figure 58] présente le résultat des enregistrements de la température de l'eau dans le bac de l'étuve et dans le bain de cure thermique (piscine) dans le cas de l'application d'une histoire thermique réaliste.

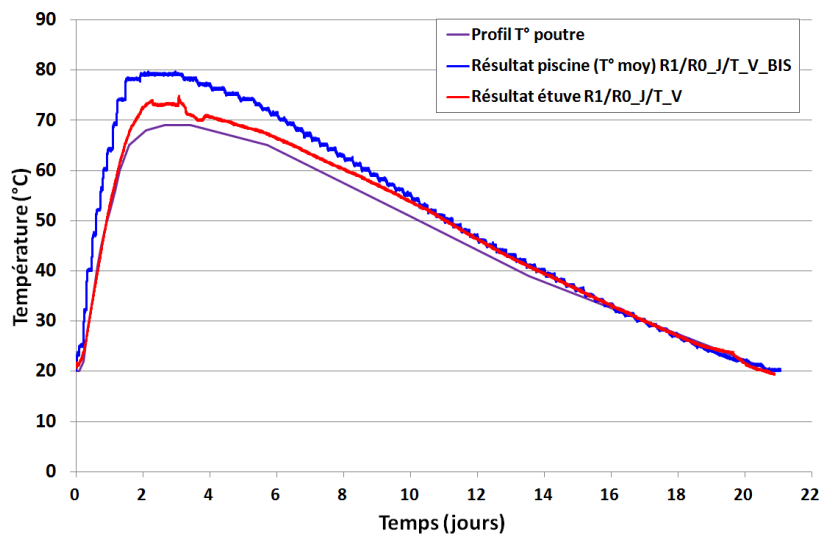


Figure 58 : Profils de température enregistrés des deux tests de validation

Les enregistrements de température des différents traitements thermiques appliqués sont reportés dans l'Annexe 1.

2.4 Caractérisation mécanique

2.4.1 Déroulement des essais

Les essais mécaniques ont été effectués afin de caractériser la résistance en compression, la résistance à la traction par fendage, le module d'Young et le coefficient de Poisson des matériaux fabriqués.

Les essais de caractérisation mécanique des corps d'épreuve (cylindres 11-22) ont été réalisés 28 jours après coulage dans le cas des traitements thermiques au jeune âge, sauf dans le cas du traitement thermique d'une durée de 28 jours où les tests mécaniques ont été effectués à 31 jours en raison de la durée de la cure thermique. Les éprouvettes ont été conservées sous scellement aluminium étanche à 38°C après traitement thermique entre la fin de la cure thermique et l'échéance de l'essai mécanique. Dans le cas des traitements thermiques tardifs, les éprouvettes ont été conservées sous scellement aluminium étanche à température ambiante jusqu'à la veille du traitement thermique, échéance à laquelle les essais de caractérisation mécanique ont été réalisés.

Les éprouvettes de caractérisation de la résistance mécanique, module d'Young et coefficient de Poisson ont été surfacées au mortier de soufre. La [Figure 59-a] montre le matériel utilisé. La [Figure 59-b] présente l'état des éprouvettes après l'opération de surfacage. Cette opération a été effectuée au moins un jour avant l'échéance de l'essai mécanique. Après le surfacage, les éprouvettes ont été remises sous aluminium et conservées à 38°C pour les éprouvettes traitées au jeune âge et à 20°C pour les éprouvettes soumises à un traitement thermique tardif en attente des essais mécaniques.



(a)



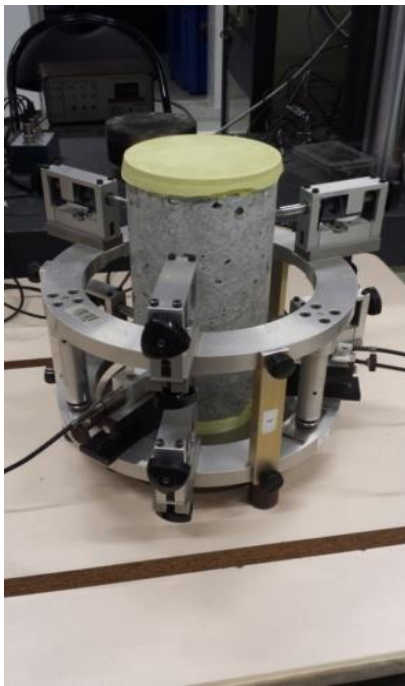
(b)

Figure 59 : Matériel de surfacage au soufre (a : Pot chauffant + bâti de surfacage; b : éprouvettes surfacées)

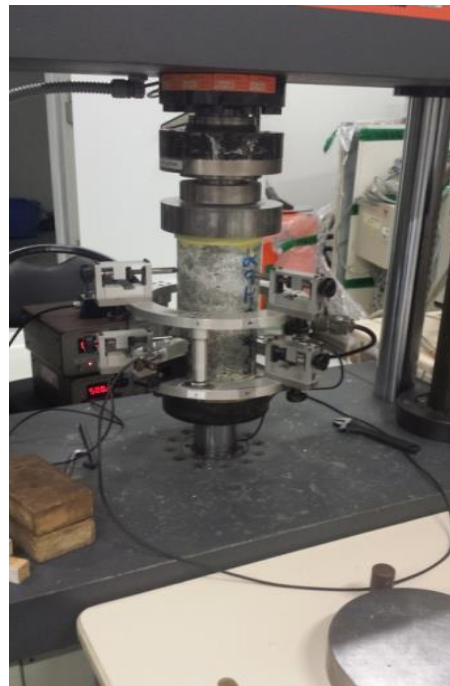
Le module d'Young et le coefficient de Poisson des éprouvettes ont été déterminés avec une presse de capacité 100 kN (MFL 100 kN) [Figure 60] selon le mode opératoire [Torrenti et al. 1999] adapté comme suit. La charge maximale appliquée a été prise égale à 95%

Description des expérimentations

de la charge maximale de cette presse, ce qui est équivalent à 25 % environ de la charge de rupture estimée (380 kN) à 28 jours de nos corps d'épreuve. Néanmoins, on a dû conserver la charge maximale à 95 kN. La vitesse de chargement a été fixée à 300 kN/min.



(a)



(b)

Figure 60 : Mesure du module d'Young et du coefficient de Poisson (Presse MFL 100 kN)

(a) : fixation de l'extensomètre J2P sur l'éprouvette et vérification des capteurs ; (b) : déroulement de l'essai

Après la détermination du module d'Young et du coefficient de Poisson, les éprouvettes ont été conservées sous film plastique avant l'essai de résistance en compression afin de limiter la perte d'eau et les artefacts induits. Les essais de rupture ont été réalisés dans la même journée que les essais de module à l'aide d'une presse de capacité 3000 kN asservie en force. La résistance en traction par fendage estimée est d'environ 3,5 MPa ($0,3 \times (f_{c28})^{2/3}$) (effort d'environ 115 kN) [Figure 61].



Figure 61 : Essai de traction par fendage (presse du laboratoire Navier)

2.4.2 Résultats mécaniques

2.4.2.1 Résultats mécaniques de la formule R1

Les tableaux 14 et 15 récapitule les résultats de la caractérisation mécanique du béton R1 dans les cas des traitements thermiques au jeune âge et tardif respectivement.

Tableau 14 : Caractérisation mécanique des bétons R1 traités au jeune âge

	Résistance en compression (MPa)		Module d'Young (GPa)		Coefficient de Poisson		Echéance (jours)
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	
R1_J_61_14	39,30	4,57	37,70	0,28	0,18	0,01	28
R1_J_66_14	38,44	1,07	33,86	0,49	0,16	0,01	54*
R1_J_71_2	38,81	4,26	37,81	0,43	0,17	0,02	28
R1_J_71_7	37,67	0,94	35,64	1,17	0,14	0,02	28
R1_J_71_12	33,21	1,43	36,30	0,38	0,17	0,01	28
R1_J_71_14	36,06	2,77	34,25	0,36	0,16	0,01	28
R1_J_71_28	38,19	2,76	31,98	0,41	0,18	0,00	31
R1_J_81_1	38,54	1,17	37,50	0,66	0,15	0,02	28
R1_J_81_3	37,98	1,10	37,12	0,80	0,15	0,01	28
R1_J_81_5	34,63	1,01	33,96	0,85	0,15	0,02	60*
R1_J_81_7	38,51	2,04	32,94	0,22	0,16	0,01	28
R1_J_81_14	39,99	1,32	31,64	0,42	0,16	0,01	28
R1_J_V_79	31,88	3,44	37,51	0,42	0,16	0,02	28
R1_T_28 jours**	50,51	1,81	-	-	-	-	28

*Les éprouvettes R1_J_66_14 et R_J_81_5 ont été testées respectivement à 54 jours et 60 jours à cause de l'indisponibilité de la presse utilisée.

Tableau 15 : Caractérisation mécanique des bétons R1 traités tardivement

	Résistance en compression (MPa)		Module d'Young (GPa)		Coefficient de Poisson		Echéance (jours)
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	
R1_T_81_1	56,02	0,28	41,31	0,44	0,14	0,01	99
R1_T_81_3	59,19	3,03	41,28	0,24	0,15	0,00	99
R1_T_81_7	53,71	2,88	41,51	0,60	0,16	0,01	99
R1_T_81_14	50,28	0,04	42,58	0,16	0,13	0,01	99
R1_T_V_74	49,65	1,49	42,81	0,30	0,14	0,00	99
R1_T_V_79	49,95	1,03	41,85	1,06	0,14	0,01	99
R1_T_86_5	45,02	0,94	42,44	0,88	0,16	0,01	99
R1_T_28 jours**	50,51	1,81	-	-	-	-	28

** éprouvettes sans traitement thermique testées à 28 jours.

2.4.2.2 Résultats mécaniques de la formule R0

Les tableaux 16 et 17 récapitulent les résultats de la caractérisation mécanique du béton R0 dans les cas des traitements thermiques au jeune âge et tardif.

Tableau 16 : Caractérisation mécanique des bétons R0 traités au jeune âge

	Résistance en compression (MPa)		Module d'Young (GPa)		Coefficient de Poisson		Echéance (jours)
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	
R0_J_61_14	37,37	1,40	37,41	0,62	0,18	0,00	28
R0_J_81_1	38,12	1,33	37,29	0,39	0,15	0,02	28
R0_J_81_3	38,25	0,05	36,70	0,45	0,15	0,01	28
R0_J_81_7	36,19	1,30	32,90	0,08	0,14	0,01	28
R0_J_81_14	35,64	1,42	31,56	0,54	0,16	0,01	28
R0_J_V_79	35,77	2,38	38,28	0,61	0,16	0,01	28

Tableau 17 : Caractérisation mécanique des bétons R0 traités tardivement

	Résistance en compression (MPa)		Module d'Young (GPa)		Coefficient de Poisson		Echéance (jours)
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	
R0_T_81_1	66,02	1,91	44,55	0,32	0,13	0,01	99
R0_T_81_3	64,78	4,36	43,75	0,28	0,14	0,01	99
R0_T_81_7	60,81	0,98	40,76	0,21	0,12	0,01	99
R0_T_28 jours	52,44	2,04	-	-	-	-	28

2.4.2.3 Conclusion

Un essai en compression a été effectué, pour les deux bétons R1 et R0, sans traitement thermique à 28 jours : les résultats de cet essai sont satisfaisants, la résistance en compression est de l'ordre de 50 MPa, supérieure à la valeur cible (40 MPa).

La résistance en compression à 99 jours, pour les bétons R1 et R0, des corps d'épreuve n'ayant pas encore subi de traitement thermique est nettement supérieure à la résistance cible qui est de 40 MPa à 28 jours. Cela est dû à l'âge des éprouvettes (99 jours de conservation sous aluminium à température ambiante) : dans ce cas l'hydratation du béton est plus avancée.

Une perte de résistance en compression à 28 jours est notée, pour les deux types de bétons R1 et R0, après les traitements thermiques au jeune âge en comparaison avec celle obtenue sans traitement thermique à la même échéance. Ceci est dû à l'hydratation à haute température (dans le cas du traitement thermique au jeune âge) et à ses effets, décrits en 1.6.9 sur la base des résultats de la littérature.

On note aussi une résistance en compression de la formule R0 (béton peu réactif) plus élevée que celle de la formule R1 (béton réactif). Ceci peut être expliqué par le changement de ciment et de sable.

2.5 Porosité accessible à l'eau

2.5.1 Protocole

Les essais de porosité accessible à l'eau sont réalisés sur des demi-éprouvettes récupérées à l'issue de l'essai de fendage [Figure 62] afin de :

- Caractériser l'état de la porosité après la cure thermique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge ;
- Caractériser la porosité des bétons (et donc avoir un indicateur de l'état de la microstructure) avant les traitements thermiques tardifs ;
- Quantifier l'évolution de l'état de porosité avant et après la cure thermique dans le cas d'un traitement thermique tardif.

L'état de porosité est quantifié au niveau de la tranche centrale (épaisseur de 5 cm), de la peau (2 cm d'épaisseur) et de la tranche inférieure (2 cm d'épaisseur).

On considère que la porosité accessible à l'eau est en moyenne égale à la porosité au niveau de la tranche centrale. Les tranches (supérieure et inférieure) sont étudiées pour quantifier un écart possible de porosité aux extrémités des éprouvettes, en particulier en cas de ségrégation.

La procédure suivie ci-après est basée sur celle proposée par le groupe AFPC-AFREM [AFPC-AFREM 1997].

Les échantillons à caractériser en termes de porosité accessible à l'eau ont été mis sous vide sous une pression de 30 mbar pendant 4 heures, d'une manière à vider l'air présent dans les pores. Par la suite, les échantillons ont été immergés dans l'eau sous une pression de 30 mbar pendant 72 heures, dans le but de saturer toute la porosité accessible à l'eau. Enfin, les échantillons ont été placés dans une étuve à 105°C, et pesés à 24 heures d'intervalle jusqu'à une variation de masse inférieure à 0,05% entre deux pesées successives. La porosité accessible à l'eau est obtenue en comparant la masse saturée et la masse sèche des échantillons.

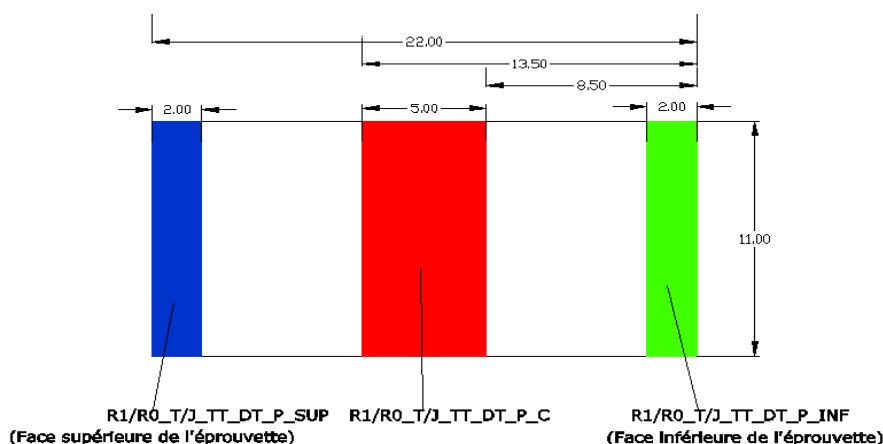


Figure 62 : Coupe transversale cylindre 11-22 - Tranches à découper pour caractériser la porosité accessible à l'eau

Description des expérimentations

La nomenclature choisie pour les échantillons découpés dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge est la suivante :

R1	_	J	_	TT	_	DT	_	P	_	C
R0										Sup
										Inf

- Premier champ : type de béton (R1 et R0).
- Deuxième champ : type de traitement thermique (J=jeune âge).
- Troisième champ : température du traitement thermique (TT).
- Quatrième champ : durée du traitement thermique en jours (DT).
- Cinquième champ : type d'essai auquel est affectée l'éprouvette (porosité).
- Sixième champ : type d'échantillon (C= tranche centrale (5 cm d'épaisseur) ; Sup= tranche supérieure (2 cm d'épaisseur) ; Inf= tranche inférieure (2 cm d'épaisseur)).

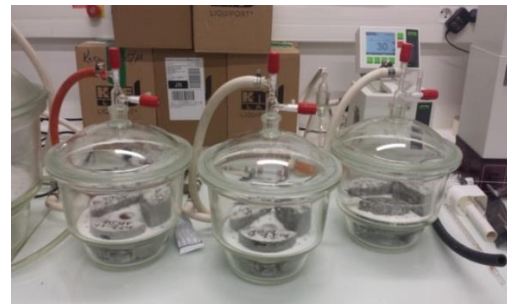
La nomenclature choisie pour les échantillons découpés dans le cas d'un traitement thermique tardif est la suivante :

R1	_	T	_	TT	_	DT	_	P	_	Av	_	C
R0										Ap		Sup
												Inf

- Premier champ : type de béton (R1 et R0).
- Deuxième champ : type du traitement thermique (T= tardif).
- Troisième champ : température du traitement thermique (TT).
- Quatrième champ : durée du traitement thermique en jours (DT).
- Cinquième champ : type d'essai auquel est affectée l'éprouvette (porosité).
- Sixième champ : Essai avant ou après traitement thermique dans le cas tardif (Av=avant traitement thermique / Ap= après traitement thermique).
- Septième champ : type d'échantillon (C= tranche centrale (5 cm d'épaisseur) ; Sup= tranche supérieure (2cm d'épaisseur) ; Inf= tranche inférieure (2cm d'épaisseur)).



(a)



(b)



(c)

Figure 63: Déroulement d'un essai de porosimétrie accessible à l'eau. (a) : Echantillons à tester ; (b) : Mise sous vide des échantillons dans les dessiccateurs ; (c) : séchage des échantillons dans une étuve à 105°C.

2.5.2 Porosité avant traitement thermique tardif

Les tableaux 18 et 19 présentent les résultats de la porosité accessible à l'eau des bétons R1 et R0 avant les traitements thermiques tardifs (à un âge de 99 jours). Ces résultats sont homogènes, ils sont de l'ordre de 15,5%, ce qui est en accord avec nos attentes et qui montre que la mise en œuvre (vibration) a été bien exécutée même dans les cas où la consistance du béton s'est avérée différente.

Tableau 18 : Résultats de porosité des bétons R1 avant traitement thermique tardif (âge=99 jours)

	Corps d'épreuve	Porosité (%)
Tardif	R1_T_81_1	15,92
	R1_T_81_3	15,46
	R1_T_81_7	15,64
	R1_T_81_14	15,32
	R1_T_86_5	15,64
	R1_T_V_74	15,88
	Moyenne	15,64
	Ecart type	0,21

Tableau 19 : Résultats de porosité des bétons R0 avant traitement thermique tardif (âge=99 jours)

	Corps d'épreuve	Porosité (%)
Tardif	R0_T_81_1	14,6
	R0_T_81_3	15,46
	R0_T_81_7	15,62
	Moyenne	15,22
	Ecart type	0,45

2.5.1 Porosité avant et après traitement thermique tardif

Les figures 64 et 65 présentent une comparaison de la porosité accessible à l'eau avant et après les traitements thermiques tardifs (mesures effectuées sur les échantillons prélevés au cœur des éprouvettes). Pour tous les cas, sauf le R1/R0_T_81_7, une diminution de la porosité, de l'ordre de 1%, après traitement thermique tardif est notée. On peut penser que ceci est dû à l'hydratation des éléments anhydres encore présents dans la matrice cimentaire. Pour la même température de traitement, cette diminution de porosité est plus importante pour les paliers des traitements thermiques longs.

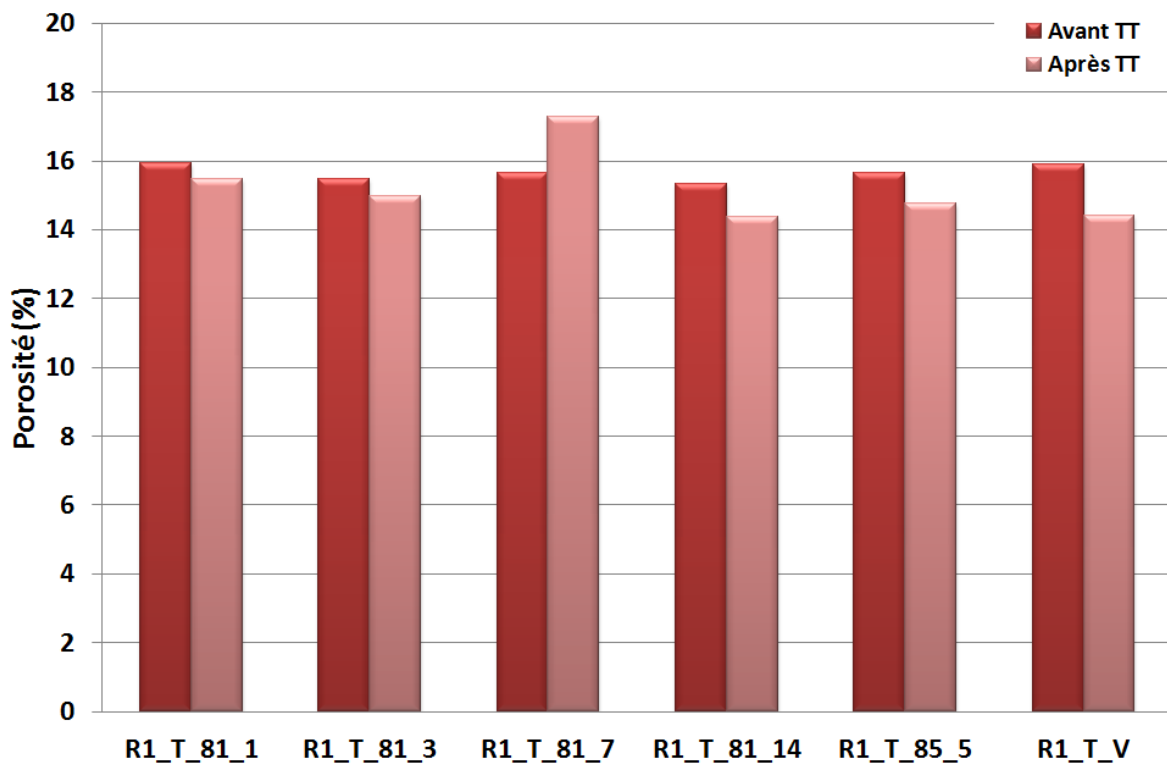


Figure 64 : Comparaison de la porosité accessible à l'eau pour les éprouvettes R1 avant et après un traitement tardif

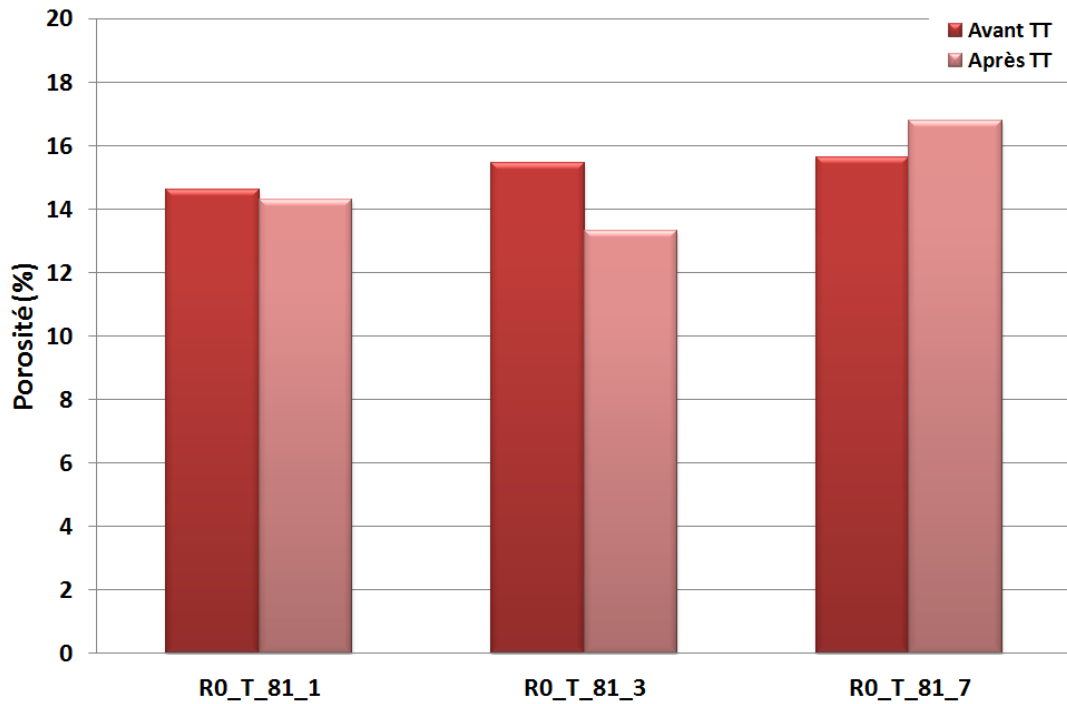


Figure 65 : Comparaison de la porosité accessible à l'eau pour les éprouvettes R0 avant et après un traitement tardif

2.5.2 Porosité dans le cas du traitement thermique au jeune âge

Les figures 66 et 67 présentent les résultats de porosité accessible à l'eau au niveau de la tranche centrale pour les bétons R1 et R0 après traitement au jeune âge. Ces valeurs sont homogènes et se situent presque toutes entre 14 et 15,5% ce qui valide la conformité des fabrications réalisées.

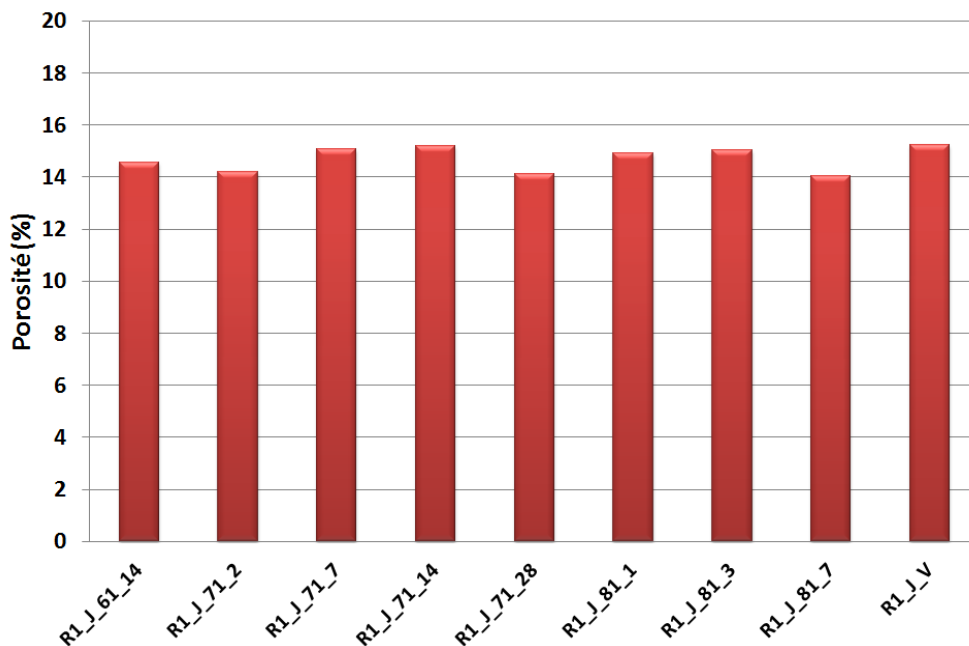


Figure 66 : Résultats de la porosité accessible à l'eau pour les éprouvettes R1 traitées au jeune âge

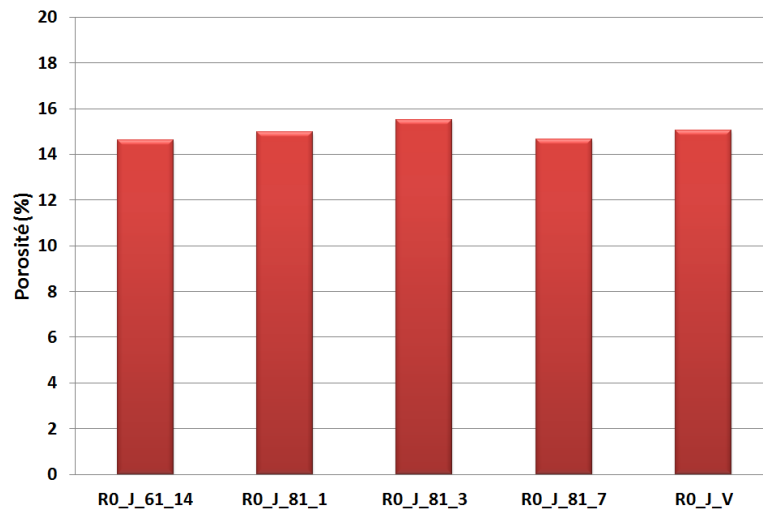


Figure 67 : Résultats de la porosité accessible à l'eau pour les éprouvettes R0 traitées au jeune âge

A partir de ces résultats, il semble qu'il n'existe pas de corrélation directe entre les traitements thermiques au jeune âge et la porosité accessible à l'eau.

2.5.3 Gradient de porosité après un traitement thermique au jeune âge

La [Figure 68] présente les résultats dans les cas des traitements thermiques au jeune âge. Dans la majorité des cas, les éprouvettes présentent un gradient de porosité de la tranche supérieure vers la tranche inférieure, ce qui est normal vu que la partie supérieure en contact avec l'eau lors de la cure thermique présente le rapport E/C le plus élevé au niveau de l'échantillon. Par ailleurs, le serrage du béton dans les moules cylindrique implique une vibration suivant la direction verticale qui explique également ce gradient.

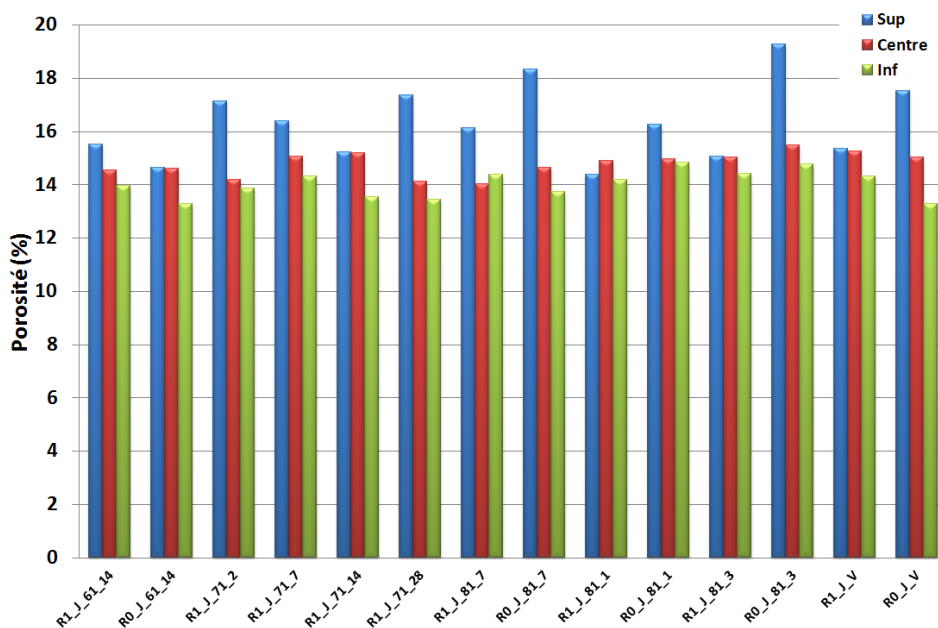


Figure 68 : Résultats de la porosité accessible à l'eau au niveau des tranches supérieures, centrales et inférieures des éprouvettes R1 traitées au jeune âge à 71°C pendant 2, 7, 14 et 28 jours

2.6 Lixiviation des alcalins en phase de cure

L'objectif des mesures décrites dans ce paragraphe est de quantifier la lixiviation des alcalins, dont la présence influence la stabilité et la cinétique de précipitation de l'ettringite lors de la phase de la cure thermique des corps d'épreuve et notamment au moment de la phase de refroidissement qui nécessite des injections d'eau froide afin de garder une vitesse de refroidissement de $-5^{\circ}\text{C}/\text{h}$.

La lixiviation a été quantifiée par le dosage des alcalins au niveau de la tranche centrale (épaisseur de 5 cm) et de la face supérieure (2 cm d'épaisseur) sur une demi éprouvette provenant d'un essai de traction par fendage [Figure 69].

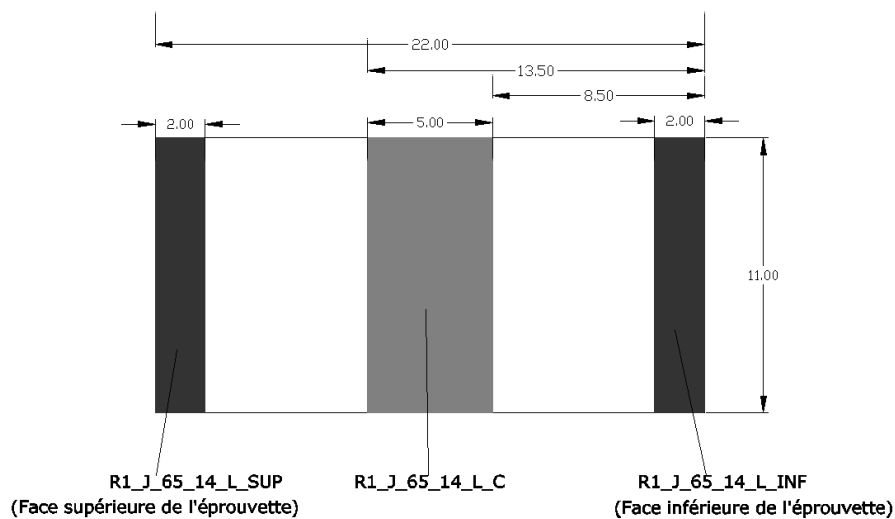


Figure 69 : Coupe transversale cylindre 11-22 - Tranches pour la caractérisation de la lixiviation

Après fendage, les demi-cylindres ont été concassés et broyés jusqu'à l'obtention d'une poudre dont les particules ont un diamètre inférieur à $315\ \mu\text{m}$ [Martin 2010]. Les alcalins sont dosés après une attaque à l'acide nitrique dilué au $1/50^{\text{ième}}$ par spectrométrie d'émission atomique. Les valeurs obtenues sont estimées représentatives à $\pm 0,1\%$ [Martin 2010] en valeur absolue. La [Figure 70] présente les teneurs en alcalins équivalents, après cure thermique, au niveau de la surface et au cœur des éprouvettes, la valeur cible étant de 1%.

Description des expérimentations

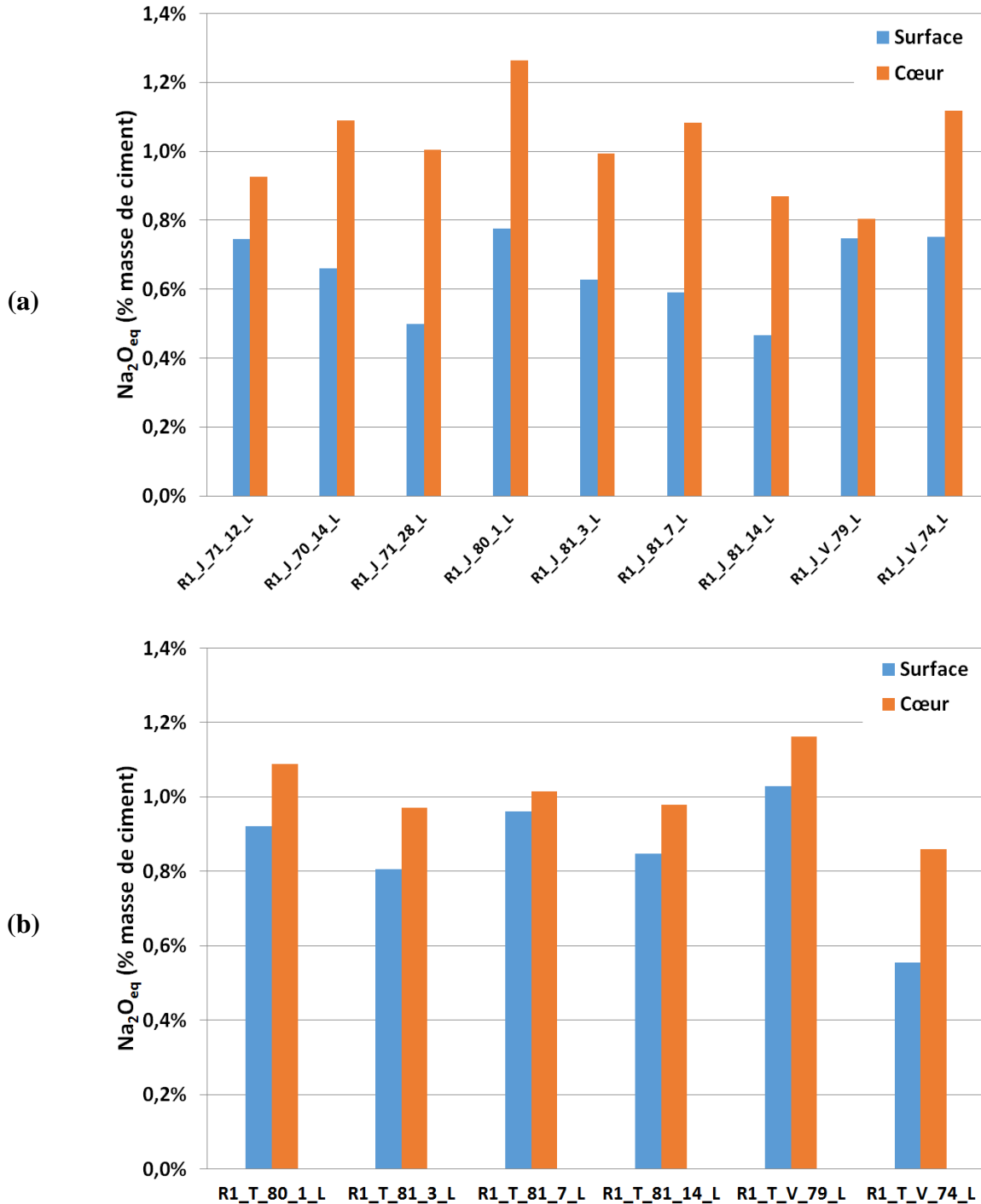


Figure 70 : Lixiviation des alcalins en phase de cure. (a) : cas d'un traitement thermique au jeune âge ; (b) : cas d'un traitement thermique tardif

La lixiviation n'a a priori touché qu'une partie restreinte des corps d'épreuve (au niveau de la surface). A cœur, les éprouvettes n'ont pas été affectées par la lixiviation. On reste aux alentours de la valeur cible de 1% de la masse de ciment. Ceci implique des possibles expansions différentielles au niveau des corps d'épreuve.

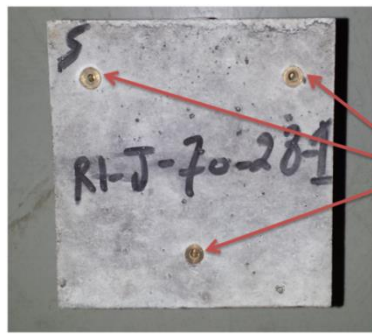
Remarque : A ce jour, on n'a pas tous les résultats de lixiviation des alcalins en phase de cure. Les échantillons des autres traitements thermiques sont en cours de test.

2.7 Suivi des expansions

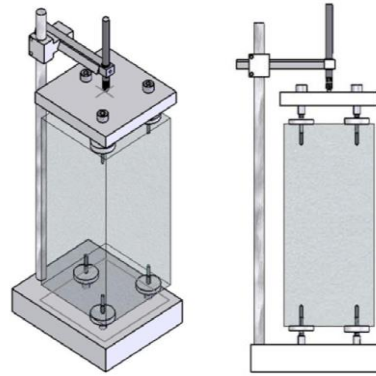
2.7.1 Suivi automatisé par bâtis

Le suivi dimensionnel est effectué sur des prismes de dimensions 11-11-22 cm. Le début des enregistrements a été effectué 12 heures après le décoffrage dans le cas des éprouvettes traitées au jeune âge. Les corps d'épreuve sont conservés à 38°C et immergés dans l'eau. Les prismes contiennent des inserts en laiton noyés dans le béton [Figure 71-a]. La mesure est réalisée à l'aide du capteur LVDT des bâtis de mesure automatisés [Figure 71-b]. Les inserts permettent de fixer sur l'éprouvette six pastilles métalliques servant d'appui, trois sur chaque face (supérieure et inférieure). Une d'entre elles présente un trou conique en son centre et sert de point fixe. L'éprouvette est surmontée d'une plaque métallique servant de surface d'appui au capteur de déplacement. L'horizontalité du dispositif est assurée par le réglage des pastilles à l'aide d'un niveau à bulle [Figure 71-c]. Ce dispositif permet des gonflements entièrement libres de l'éprouvette. La variation de dimension axiale du prisme est transmise au capteur de déplacement [Figure 71-d] par l'intermédiaire de la plaque d'appui et d'une tige de renvoi qui assure la mise hors d'eau du capteur [Figure 71-e].

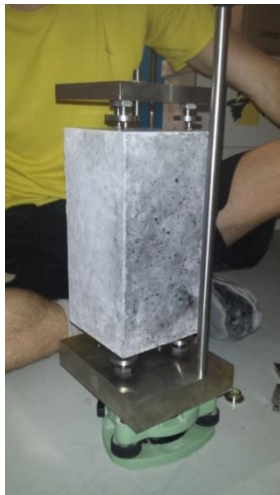
Ce dispositif permet un suivi des expansions des corps d'épreuve en continu, sans intervention d'un opérateur [Martin et al. 2010].



(a)



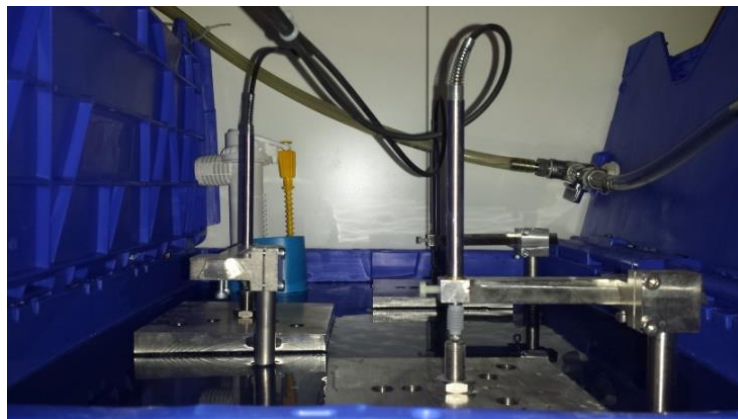
(b)



(c)



(d)



(e)

Figure 71 : Bâti de mesure. (a) : emplacement des inserts dans les prismes 11-11-22 ; (b) : bâtis de mesure des expansions ; (c) : mise à niveau du bâti et du prisme ; (d) : capteurs numériques d'enregistrement des expansions ; (e) : mesure des variations dimensionnelles des prismes 11-11-22

Description des expérimentations

L'enregistrement des expansions a été réalisé sur 93 voies (31 cas x 3) avec une fréquence d'acquisition de 5 minutes.

Les données brutes enregistrées avec les capteurs numériques présentent des perturbations du signal qui n'ont pas de caractère physique (sauts liés à la manipulation d'un capteur en phase d'acquisition, aux vibrations du sol transmises au système, etc.). Ces dernières ont été corrigées, pour tous les cas étudiés. La [Figure 72] illustre un exemple de données enregistrées avant et après traitement. Les données ont été corrigées via une macro semi-automatisée, le raboutage des courbes, par les parties rouges [Figure 72-b], a été fait manuellement.

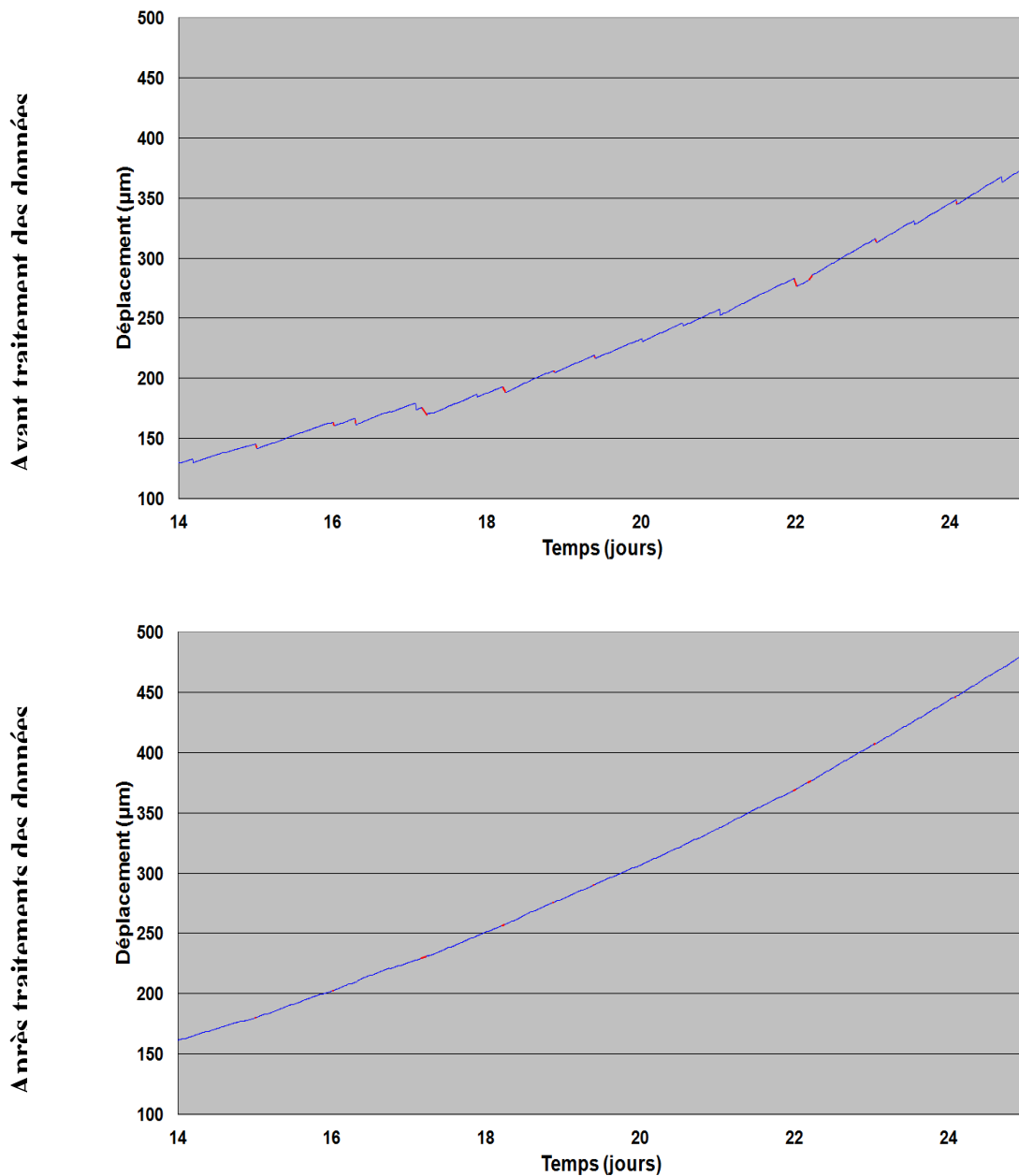


Figure 72 : Exemple des données enregistrées avant et après traitement

2.7.2 Suivi par extensométrie manuelle et suivi massique

En parallèle du suivi automatisé via les bâtis, les prismes ont été instrumentés avec 2 pastilles sur la surface lisse du prisme (surface de fond de moule, à l'opposé de la surface talochée lorsque cela est possible ; sinon, dans le cas de décollement du béton lors du décoffrage, une autre face est choisie), afin d'avoir un point de raccordement en cas de dysfonctionnement de l'acquisition des bâtis (il est à noter qu'aucun incident d'acquisition n'a cependant été rencontré). La [Figure 73] montre l'emplacement des plots qui ont été ajoutés. Les mesures ont été réalisées par extensométrie à pointeaux manuelle [Figure 74], Le calcul d'incertitude lié aux mesures avec cet instrument est présenté dans l'Annexe 2.

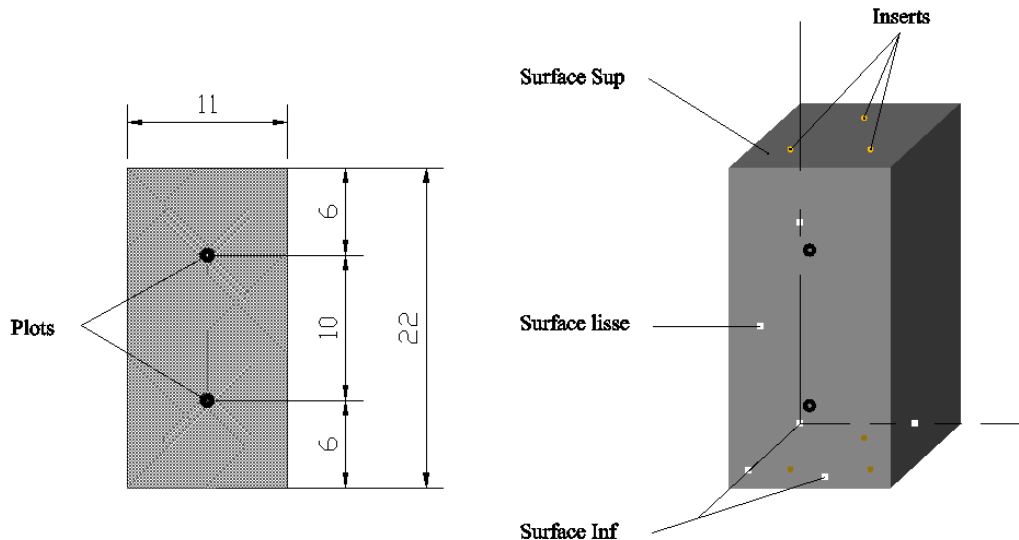


Figure 73 : Emplacement des plots sur les prismes pour les mesures d'extensométrie



Figure 74 : Extensomètre à pointeaux + barre étalon [Martin 2010]

Un suivi massique est effectué en parallèle des mesures manuelles d'extensométrie, afin de comparer l'évolution de la masse des éprouvettes avec les résultats d'expansion. Les éprouvettes sont pesées avant et après la mesure dimensionnelle afin de quantifier la perte d'eau au moment de la mesure.

2.7.3 Comparaison des suivis par bâtis automatisés et par extensométrie manuelle

Les figures 75 et 76 présentent une comparaison entre les enregistrements d'expansion à l'aide du capteur LVDT des bâtis de mesure automatisés (champ B ajouté dans la légende) et les mesures avec un extensomètre manuel à pointeaux (champ P ajouté dans la légende), utilisé en surface, dans le cas des traitements thermiques à 71°C pendant 7 et 28 jours.

Pour les éprouvettes traitées à 71°C pendant 28 jours [Figure 75], les expansions mesurées avec un extensomètre manuel ont des amplitudes finales nettement supérieures et des cinétiques plus rapides que celle enregistrées par les bâtis. Chaque courbe correspond à l'expansion moyenne des 3 prismes. La barre d'erreur correspond à cette moyenne plus ou moins un écart-type. On pense que ceci peut être expliqué entre autres par la lixiviation des alcalins au niveau de la surface du prisme et/ou par le gradient de porosité observé dans la section 2.5.3 ; dans ce cas l'ettringite est plus stable et précipite dans un premier temps au niveau de la peau du béton, ce qui amplifie l'indication de la mesure par extensométrie manuelle.

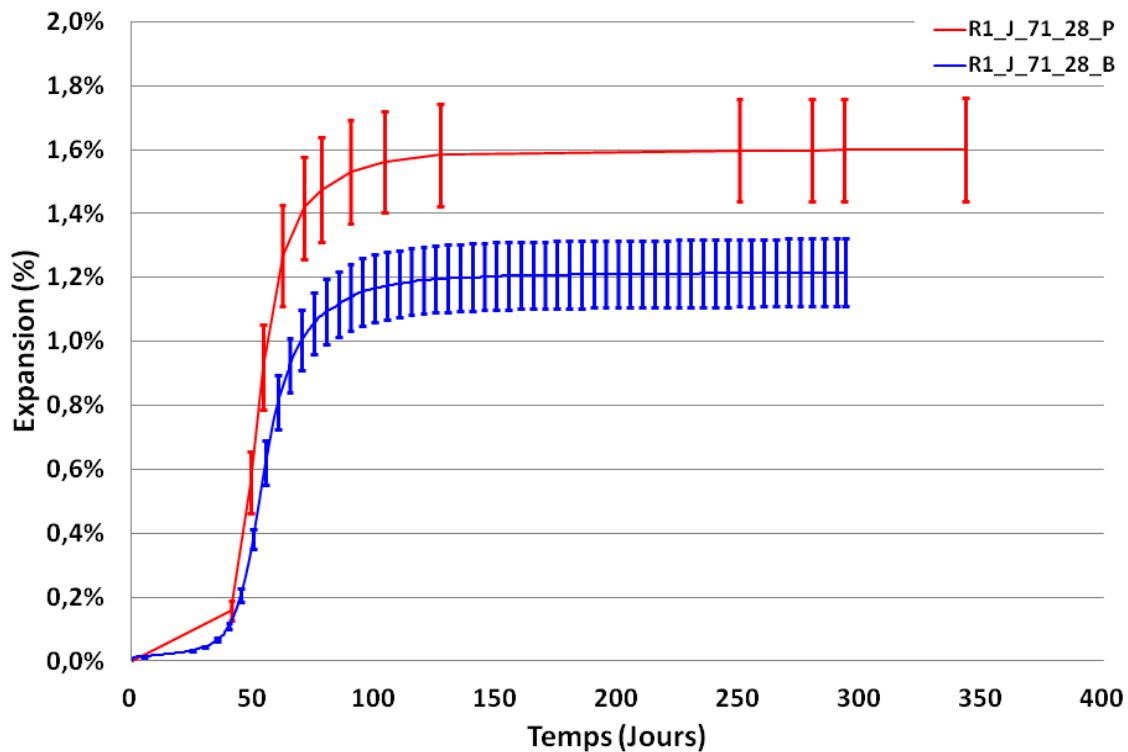


Figure 75 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 28 jours

Par contre, pour le traitement thermique à 71°C pendant 7 jours, les expansions mesurées avec un extensomètre manuel sont comparables à celle enregistrées par les bâtis [Figure 76].

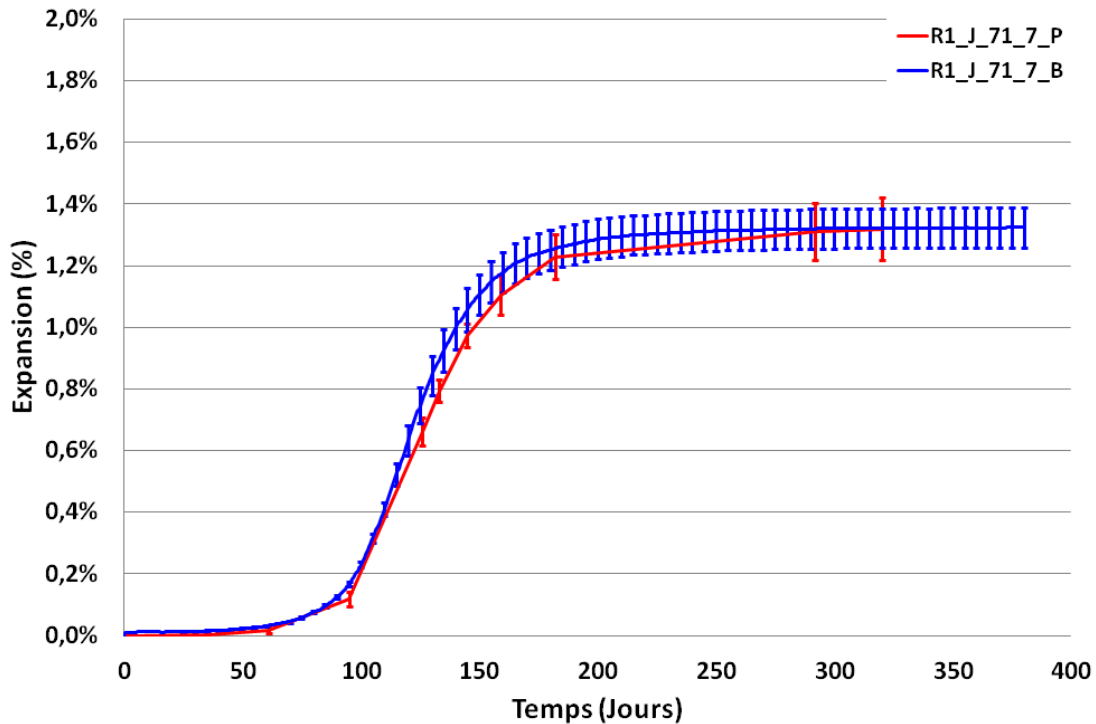


Figure 76 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 7 jours

La suite des comparaisons entre suivi par bâti et par extensomètre à pointeaux des expansions telles qu'enregistrées à ce jour dans les différents cas est reportée dans l'Annexe 3.

2.7.4 Suivi de fissuration

Lors de cette étude, des relevés de fissuration ont été réalisés. Le but est de caractériser l'état final de chaque cas par deux paramètres : la longueur et l'orientation des fissures. On cherche à relier l'état de dégradation final des corps d'épreuve avec les expansions développées après stabilisation, à l'instar de l'indice de fissuration déterminé sur structures (Fasseu & Michel 1997). On s'est intéressé également au suivi de l'évolution du schéma de fissuration lors de la phase de conservation sur deux cas traités à des températures différentes : les cas choisis sont R1_J_81_1 et R1_J_71_14.

Dans un premier temps, un relevé des fissures ouvertes (visibles à l'œil nu après un nettoyage de surface) a été fait sur toutes les faces des prismes ayant atteint l'expansion finale, et sur plusieurs échéances dans les deux cas de suivi de l'évolution [Figure 77].

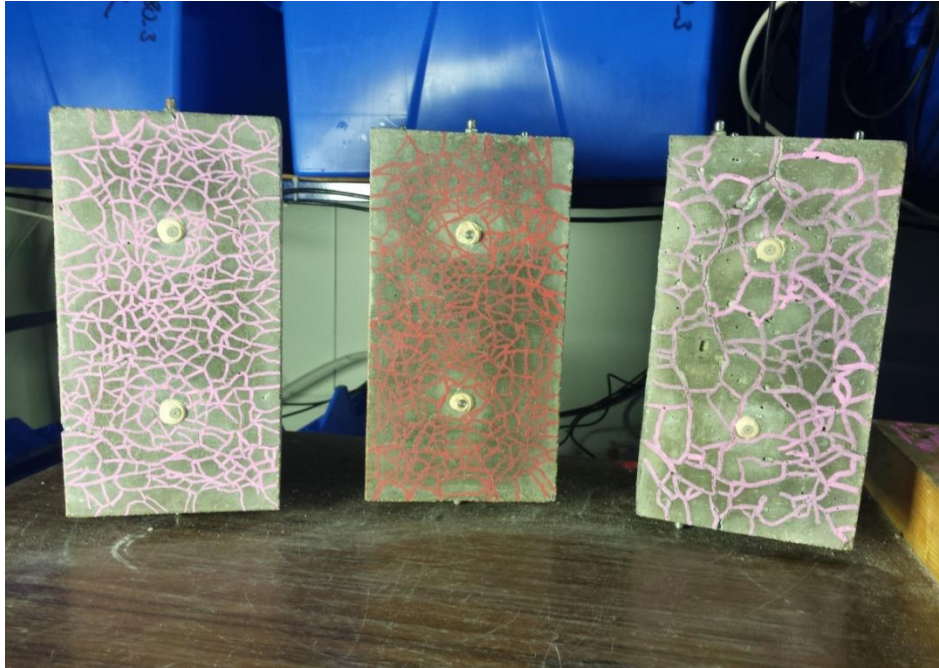


Figure 77 : Exemple de relevé de fissures

L'objectif est d'arriver à calculer la longueur totale et les orientations du réseau de fissures tracées. Pour atteindre cet objectif, on doit récupérer les coordonnées des segments constituant le schéma de fissuration. Pour cela, on suit les étapes montrées dans la [Figure 78]. Le logiciel ImageJ a permis d'extraire que les fissurations tracées en plus du filtrage de tous les parasites existants. La deuxième étape consiste à vectoriser la photo provenant de ImageJ à l'aide du logiciel Wintopo qui permet également de convertir la photo sous format dxf pour qu'on puisse l'ouvrir avec un logiciel de dessin de type DWG editor, sous lequel les coordonnées de tous les segments peuvent être exportées sous format .txt à l'aide d'un Lisp (un exécutable sous logiciel de type autocad). Les coordonnées ont été traitées à l'aide d'une macro afin de calculer la longueur totale et les orientations des fissures comme cela est montré dans la [Figure 79].

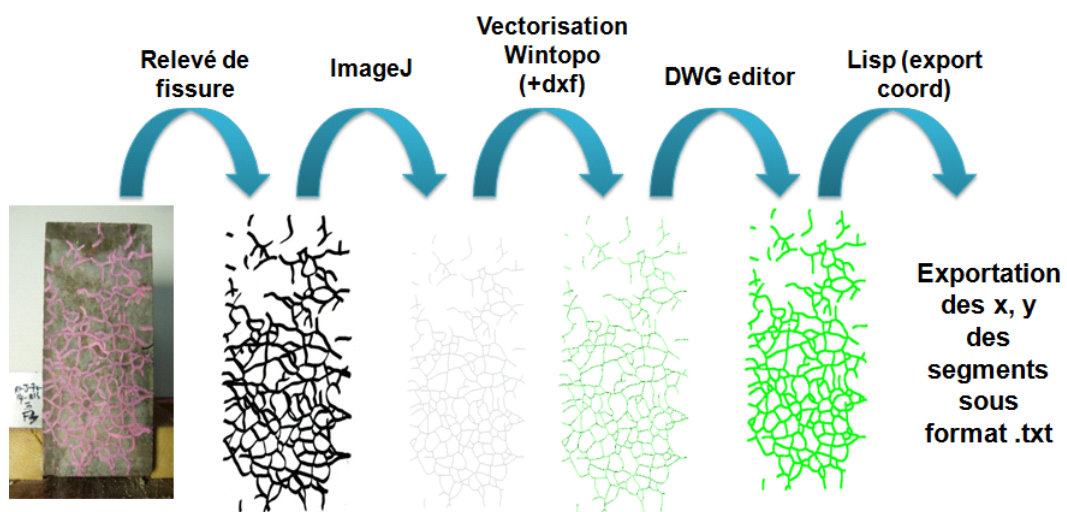


Figure 78 : Etapes de traitement d'image

Description des expérimentations

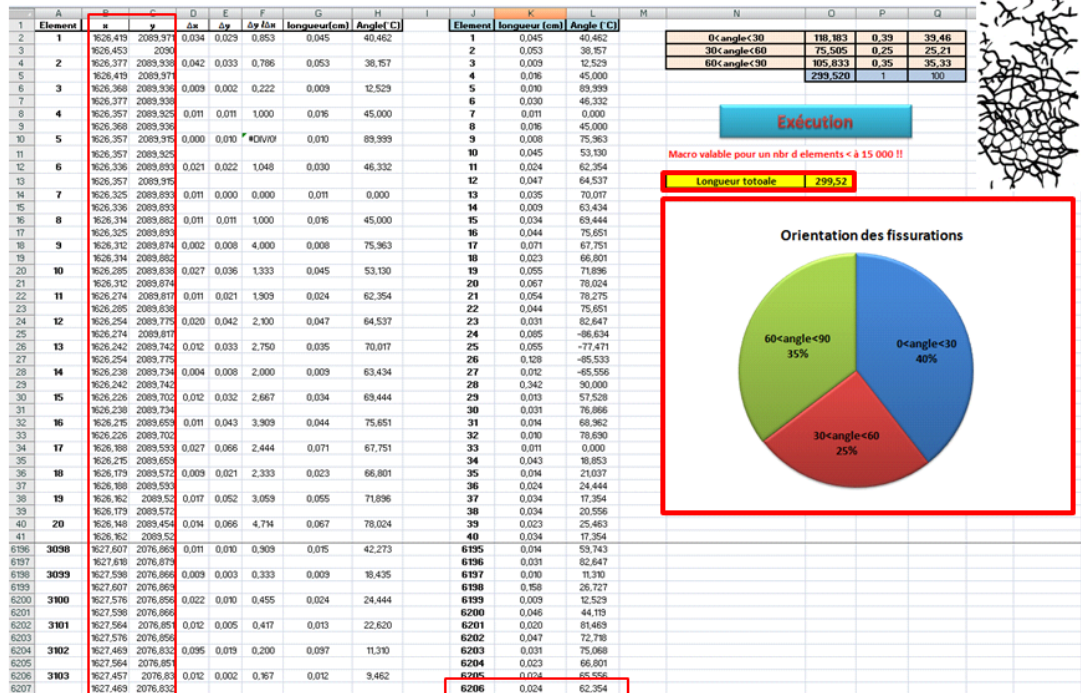


Figure 79 : Calcul de longueur totale et les orientations des fissures.

Les résultats sont détaillés en Annexe 5.

2.7.5 Diffraction aux rayons X

Certains cas de bétons, ayant subi différents traitements thermiques, ont fait objet d'analyse par diffraction aux rayons X (DRX) afin d'identifier les éléments entrant dans leur composition. Ces analyses ont été effectuées au niveau de la tranche centrale (épaisseur 5 cm) [Figure 80] sur une large gamme angulaire (2θ varie entre 4 à 76°). Après l'arrêt du suivi dimensionnel, les échantillons ont été concassés, échantillonnés à 1/16 de la masse initiale de l'échantillon (1500g), placés dans une étuve à 38°C (afin d'éviter l'évolution des produits présents en éliminant la présence d'eau), pesés à 24 heures d'intervalle jusqu'à une variation de masse inférieure à 0,05% entre deux pesées successives et broyés jusqu'à l'obtention d'une poudre dont les particules ont un diamètre inférieur à 315 μm . Les poudres ont été analysées par DRX le jour même du broyage.

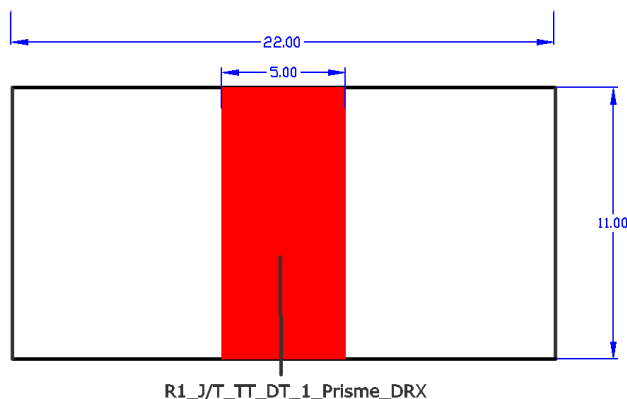


Figure 80 : Prisme 11-11-22 (cm³) - Tranches à découper pour l'analyse DRX

2.8 Conclusion

Dans ce chapitre, l'ensemble du programme expérimental a été présenté ainsi que les différents résultats de caractérisation.

La fabrication des corps d'épreuve s'est avérée conforme aux attentes et confirmée par la caractérisation de la structure poreuse des échantillons.

Les traitements thermiques nécessaires pour la déstabilisation de l'ettringite et le déclenchement de la RSI, dans le cadre de cette étude, ont été présentés. Ils sont conformes aux attentes du cahier des charges et présentent en particulier une très bonne répétabilité, nécessaire à l'identification des lois de couplage recherchées. Les énergies thermiques théoriques et énergies thermiques fournies sont comparables à 0,45% près. Les températures au niveau des paliers sont atteintes avec des fluctuations d'écart-type inférieurs à 0,1°C.

Les résultats des essais mécaniques ont été présentés, ils sont conformes à nos attentes. Des essais de compression à 28 jours sans traitement thermique ont été effectués. La résistance en compression obtenue est de l'ordre de 50 MPa (supérieure à la valeur cible 40 MPa). La résistance en compression des corps d'épreuve traités tardivement (après 99 jours de conservation sous aluminium à température ambiante) est de l'ordre de 60 MPa.

Les résultats de caractérisation à la lixiviation des alcalins en phase de cure ont montré une lixiviation plus importante au niveau de la surface en contact avec l'eau, par rapport au cœur des éprouvettes. Néanmoins, ce phénomène ne semble avoir touché qu'une partie limitée des corps d'épreuve.

3 Résultats

3.1 Introduction

Ce chapitre présente les principaux résultats obtenus lors du suivi des différents corps d'épreuve soumis à différentes histoires thermiques. L'intégralité des courbes d'expansions pour les deux bétons exposés, à plusieurs histoires thermiques au jeune âge et appliquées à un âge tardif, sont présentées. Une comparaison entre les suivis dimensionnels des éprouvettes traitées au jeune âge et tardivement à la même histoire thermique est présentée. Par la suite, le calage des paramètres d'expansion de toutes les courbes est présenté. Enfin, une analyse de l'état de dégradation des corps d'épreuve en fonction de l'expansion est proposée.

3.2 Suivis dimensionnels et massiques

Le suivi automatisé des expansions des corps d'épreuve (prismes $11 \times 11 \times 22 \text{ cm}^3$) est assuré par le matériel décrit dans la section 2.7.1. Le début des enregistrements a été effectué 12 heures après le décoffrage, les corps d'épreuve sont conservés à 38°C et immergés dans l'eau, la périodicité des enregistrements est de 5 minutes.

3.2.1 Effet du traitement thermique au jeune âge sur les expansions

3.2.1.1 Suivi dimensionnel du béton R1 traité au jeune âge

Les figures 81 à 87 illustrent les expansions enregistrées par les capteurs numériques des bâtis de mesure automatisés, pour le béton R1 (réactif) traité thermiquement au jeune âge à 61°C , 66°C , 71°C , 81°C pendant plusieurs durées allant de 1 à 28 jours, ainsi que les expansions des éprouvettes traitées suivant les deux traitements thermiques réalistes V_74 et V_79 (voir section 2.3.2). Chaque courbe correspond à l'expansion moyenne des 3 prismes. La barre d'erreur correspond à cette moyenne plus ou moins un écart-type.

La [Figure 81] montre les expansions des corps d'épreuve traités à 61°C pendant 14 jours. L'amplitude maximale enregistrée après 550 jours d'exposition est d'environ 0,015% et elle est du même ordre de grandeur que l'expansion hydrique enregistrée durant les premiers jours de conservation, celle-ci est liée principalement à la resaturation des éprouvettes lors de leur mise en eau. On constate l'absence d'une tendance significative d'expansions.

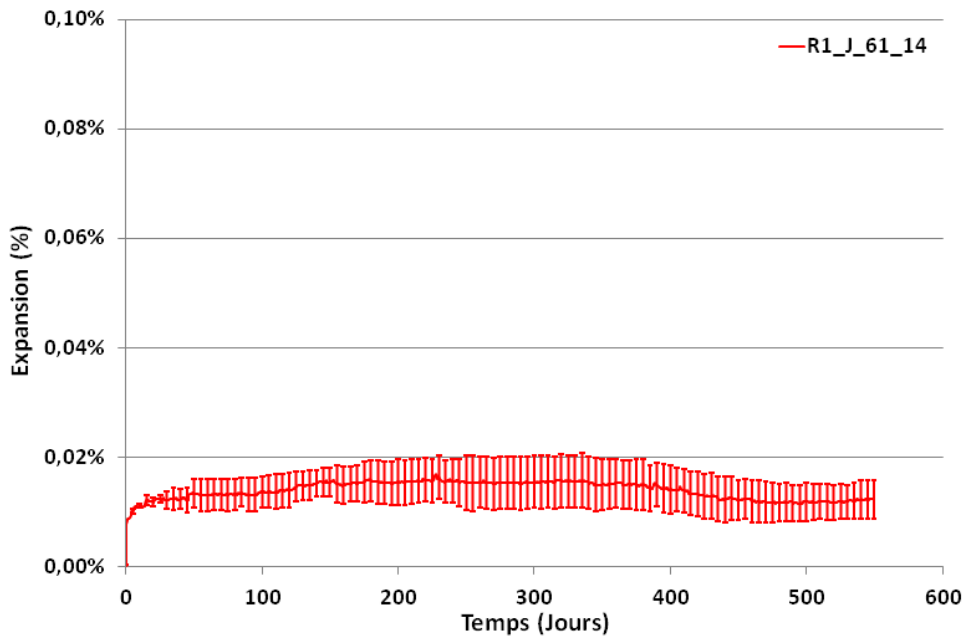


Figure 81 : Expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 61°C pendant 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage)

Les éprouvettes de béton R1 ayant subi un traitement thermique à 66°C pendant 14 jours ont développé des expansions d'environ 0,15% après une durée d'exposition d'environ 180 jours [Figure 82]. Ce résultat montre que si cette tendance est confirmée, la température seuil du déclenchement de la RSI, au moins pour ce béton et dans des conditions de mise en évidence où on considère une durée de 15 mois comme suffisante, se situe entre 61°C et 66°C. La [Figure 83] présente une comparaison des expansions enregistrées des cas R1_J_61_14 et R1_J_66_14 et confirme le caractère significatif de l'expansion mesurée pour R1_J_66_14.

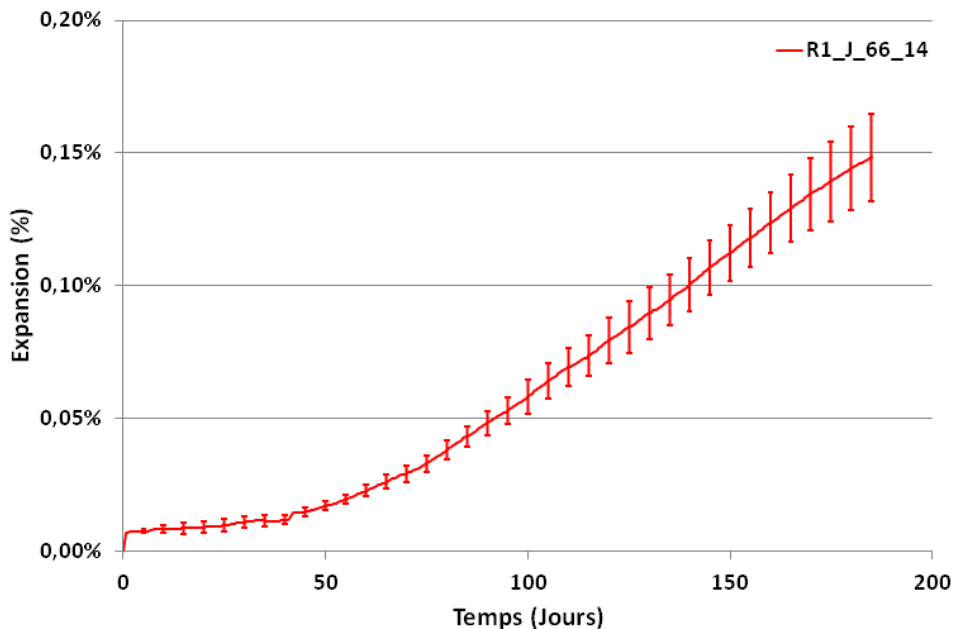


Figure 82 : Expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 66°C pendant 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage)

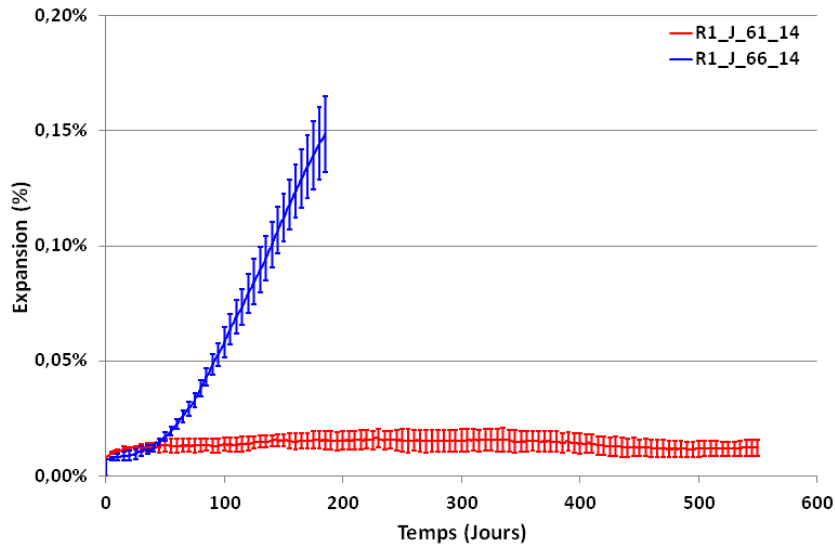


Figure 83 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 61°C et 66°C pendant 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage)

La [Figure 84] présente les enregistrements des expansions des éprouvettes du béton R1 traitées à 71°C pendant 2, 7, 12, 14 et 28 jours. Les cinétiques des expansions sont conformes aux résultats avancés dans la littérature [Baghdadi 2008] : pour une même température de palier de traitement thermique, les expansions ont une cinétique d'autant plus rapide que la durée de l'échauffement est plus longue. Les expansions finales des différentes courbes mettent par ailleurs en évidence l'existence d'un effet pessimum vis-à-vis de la durée d'échauffement pour une température de palier de 71°C. En effet, l'expansion finale pour les corps d'épreuve traités pendant 28 jours est significativement inférieure à celle enregistrée pour les cas de traitement thermique pendant 7, 12 et 14 jours.

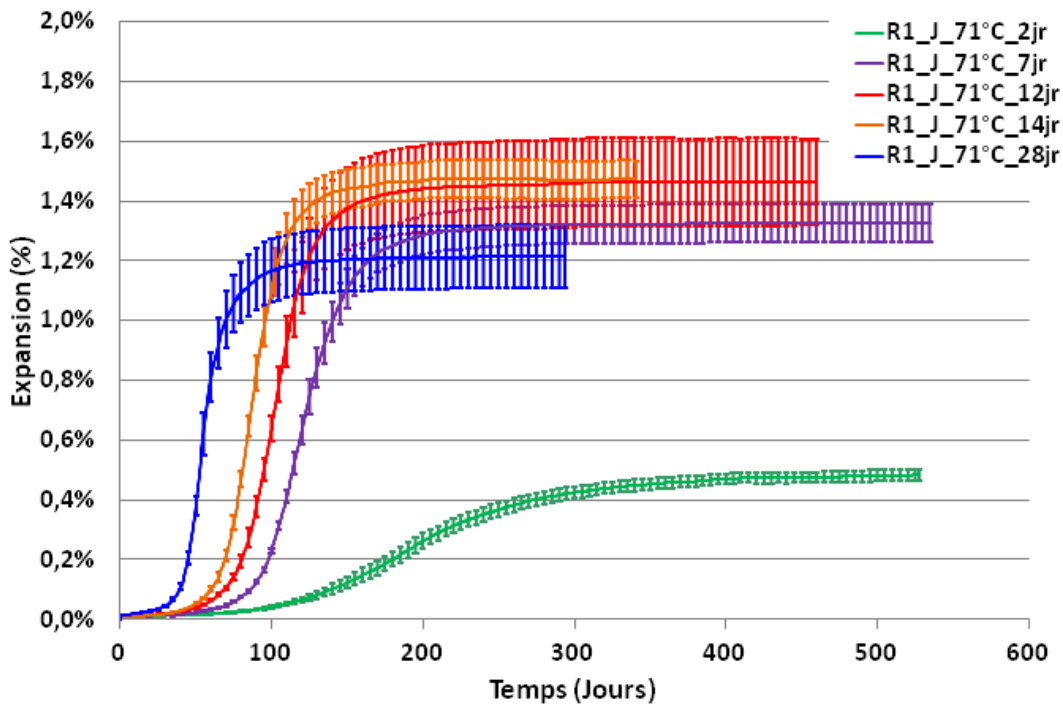


Figure 84 : Expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 71°C pendant 2, 7, 12, 14 et 28 jours (J=Traitement thermique après le coulage)

Résultats

La [Figure 85] présente les résultats d'expansion des corps d'épreuve en béton R1 traités à 81°C pendant 1, 3, 5, 7 et 14 jours.

Comme pour le cas précédent (traitement thermique à 71 °C), les cinétiques (temps de latence) d'expansions sont plus courtes quand la durée du traitement thermique est longue. Il est noté que l'expansion des éprouvettes traitées à 81°C pendant 3 jours est pratiquement superposée à celle enregistrée dans le cas du traitement thermique réaliste appliqué (R1_J_V_79) jusqu'à une amplitude de gonflement de l'ordre de 1,3% [Figure 86], les expansions finales atteintes restent cependant significativement différentes.

Comme pour les traitements thermiques à 71°C, un effet de pessimum vis-à-vis de la durée d'échauffement est mis en évidence. Le pessimum se produit entre 3 et 7 jours. Cet effet de pessimum est plus marqué pour les traitements à 81°C que celui mis en évidence à 71°C. En effet, l'expansion finale dans le cas d'un traitement thermique à 81°C pendant 14 jours (0,9%) est plus faible que celle enregistrée sur les corps d'épreuve traités à 81°C pendant 1 jour (1,2%). Un traitement thermique supplémentaire à 81°C pendant 5 jours a été réalisé afin de mieux identifier la valeur du pessimum. Le résultat de ce cas supplémentaire, dont la stabilisation n'est pas complètement acquise au moment du bouclage de ce manuscrit, montre que le pessimum se produit entre 3 et 5 jours.

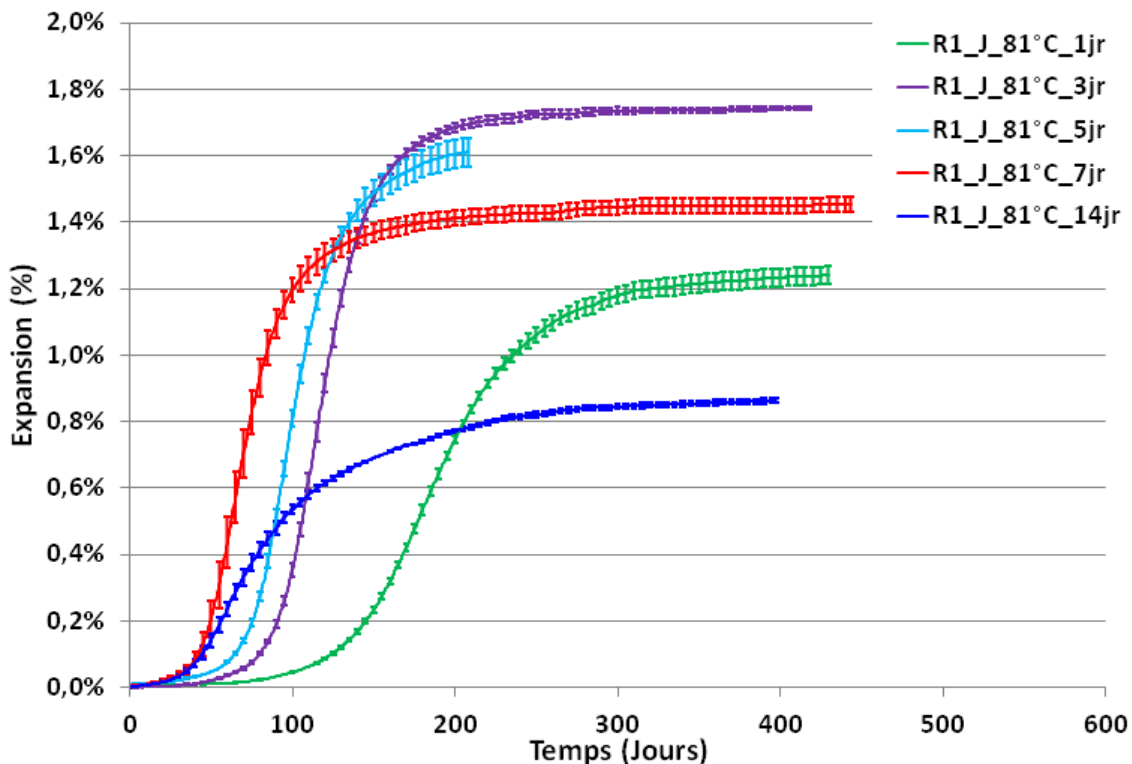


Figure 85 : Expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 5, 7 et 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage)

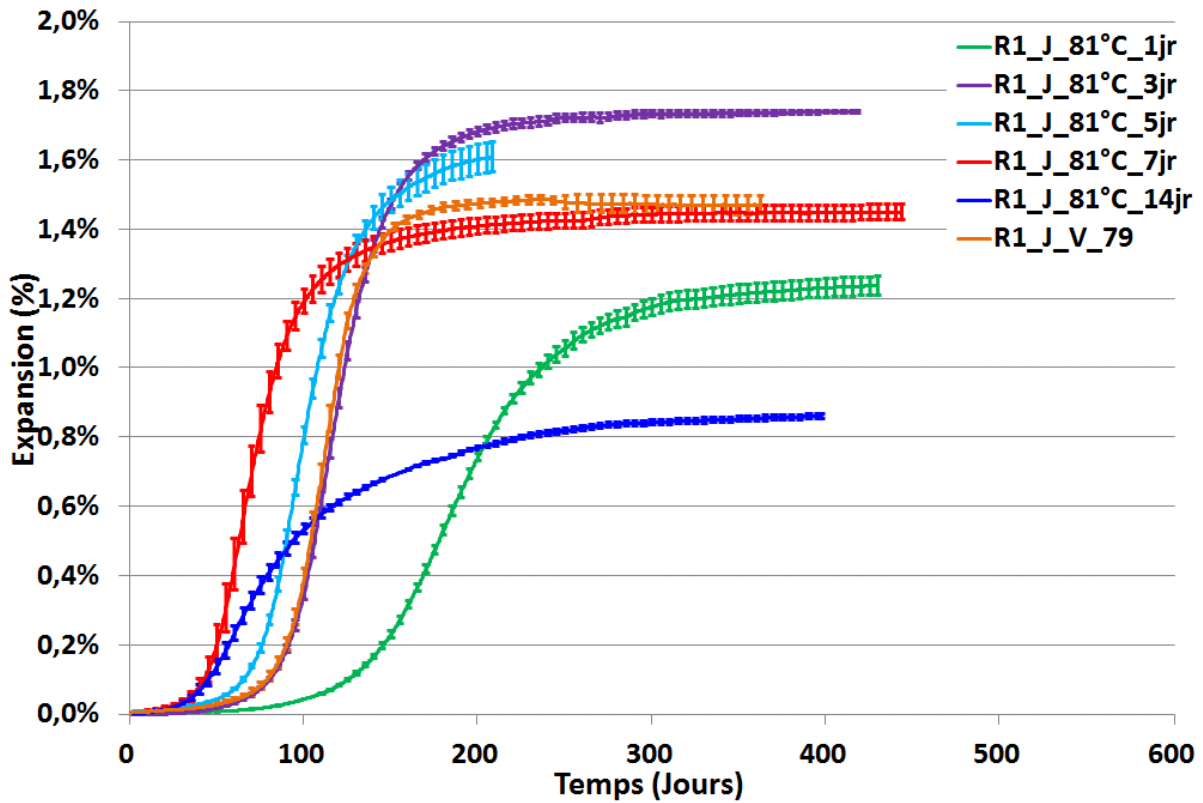


Figure 86 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 5, 7 et 14 jours avec l'expansion du traitement de validation V_79 (J=Traitement thermique après le coulage)

La [Figure 87-a] présente une comparaison entre les expansions enregistrées pour les cas de traitement thermique de validation. Pour le cas R1_J_V_79 (où la température maximale atteinte était de 79°C lors du traitement thermique de validation V_79), l'expansion finale est nettement plus importante et la cinétique est plus rapide que dans le cas R1_J_V_74 [Figure 87-b] (où la température maximale était de 74°C lors du traitement thermique de validation V_74).

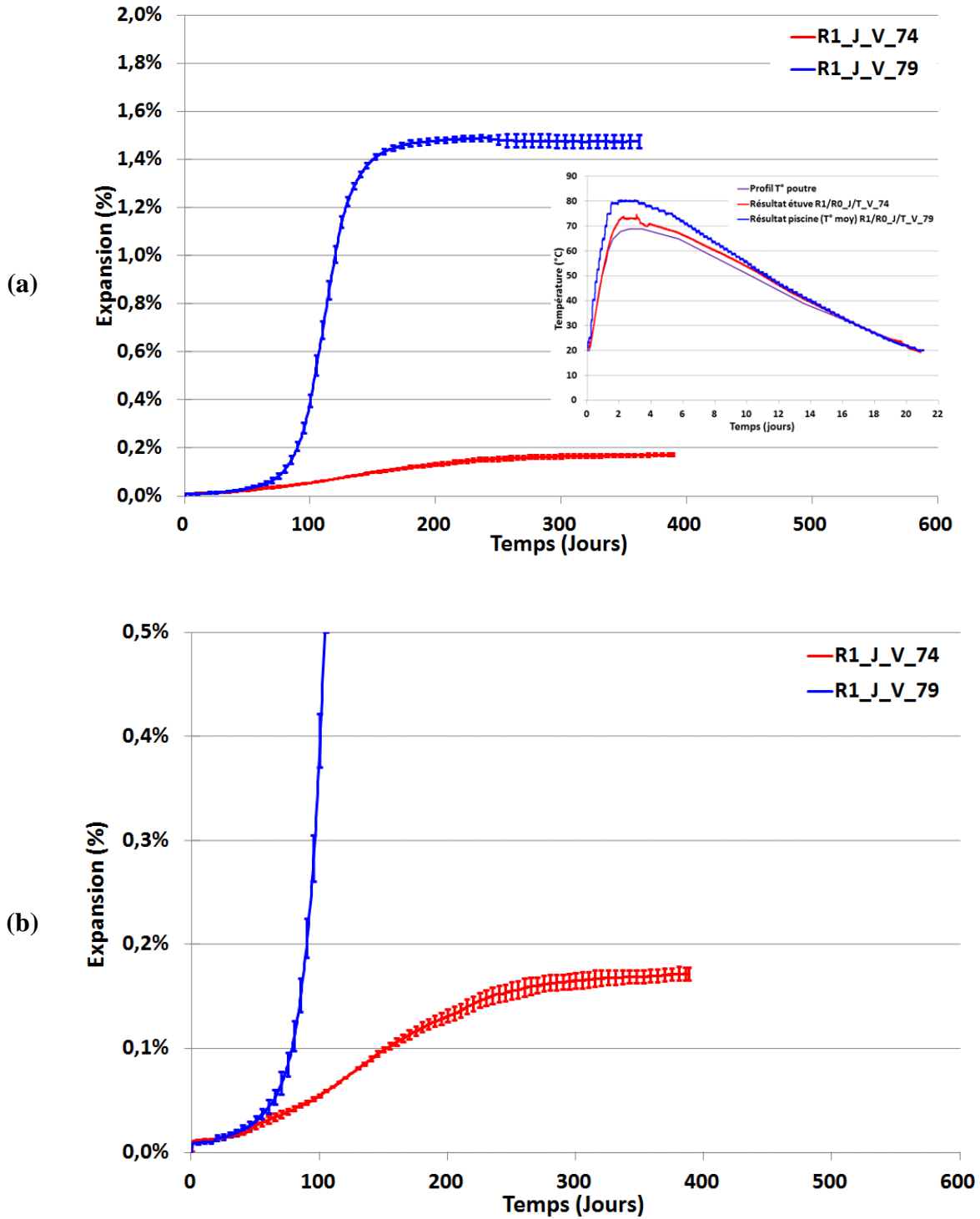


Figure 87 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité dans la piscine et l'étuve (J=Traitement thermique après le coulage) (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

3.2.1.2 Suivi dimensionnel du béton R0 traité au jeune âge

Les figures 88 à 91 présentent les enregistrements des expansions pour le béton R0 (peu réactif vis-à-vis de la RSI) traité thermiquement au jeune âge à 61°C pendant 14 jours, à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours, ainsi que dans les cas de traitements thermiques de validation V_74 et V_79.

Comme pour la formule la plus réactive R1, le béton R0 n'a pas développé d'expansions significatives à la suite du traitement thermique à 61°C pendant 14 jours [Figure 88], et ce, sur une durée d'observation de plus de 550 jours.

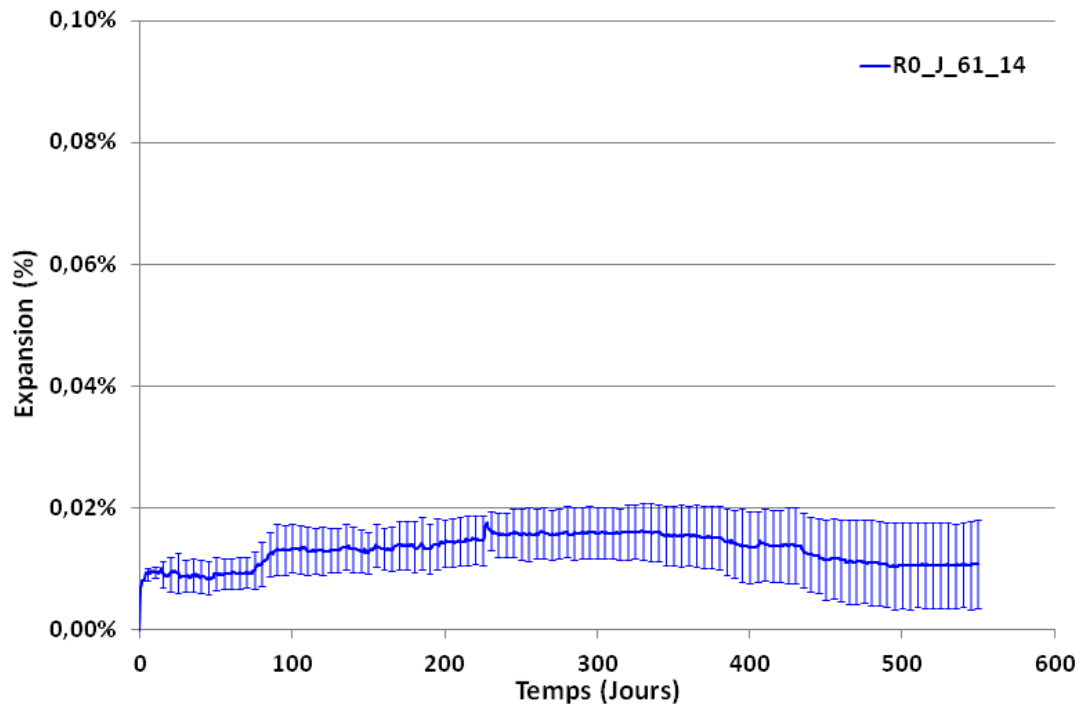


Figure 88 : Expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R0 (béton peu réactif) traité à 61°C pendant 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage)

La [Figure 89-a] illustre les expansions pour les éprouvettes R0 traitées à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours. Un effet de pessimum vis-à-vis de la durée d'échauffement est mis en évidence comme pour la formule R1. Le pessimum se produit entre 3 et 7 jours. Les éprouvettes R0, traitées à 81°C pendant 3 et 7 jours, ont développé des expansions significatives (0,45% dans le cas R0_J_81_3 et 0,40% dans le cas R0_J_81_7), ce qui montre que l'utilisation d'un ciment réputé « peu réactif » n'est pas suffisante pour empêcher les gonflements dus à la RSI. On note un déclenchement tardif (après une durée de conservation dans l'eau à 38°C pendant environ 350 jours) de l'expansion des éprouvettes traitées à 81°C pendant 1 jour [Figure 89-b]. Les éprouvettes traitées à 81°C pendant 14 jours ont développé une expansion de l'ordre de 0,035%, après une durée de vieillissement d'environ 400 jours, avec une tendance croissante [Figure 89-b].

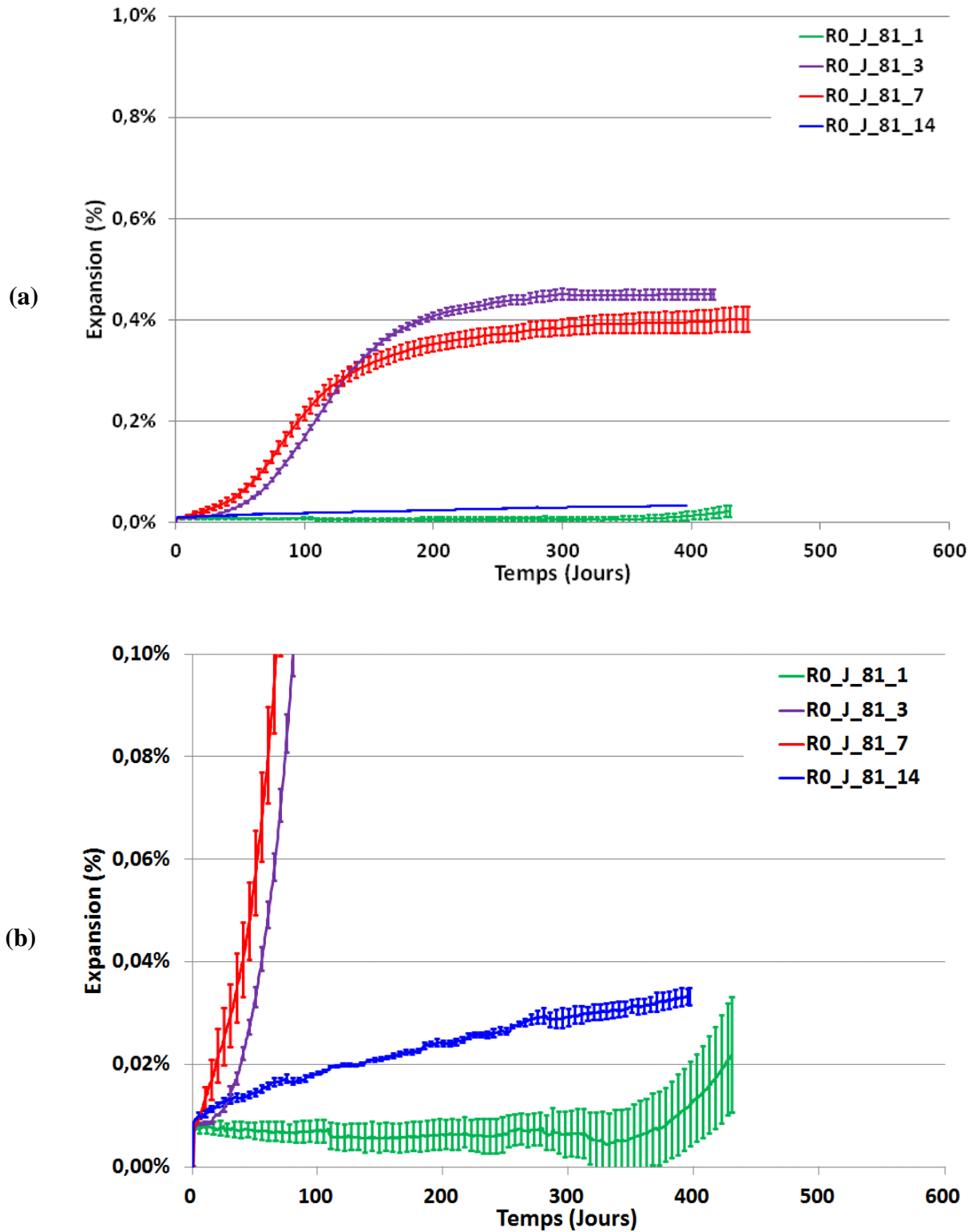


Figure 89 : Expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R0 (béton peu réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage) (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

Résultats

Les éprouvettes ayant subi un traitement réaliste V_79 ont développé des expansions selon une cinétique moins rapide et une expansion finale plus élevée qu'avec les traitements thermiques à 81°C pendant 3 et 7 jours [Figure 90].

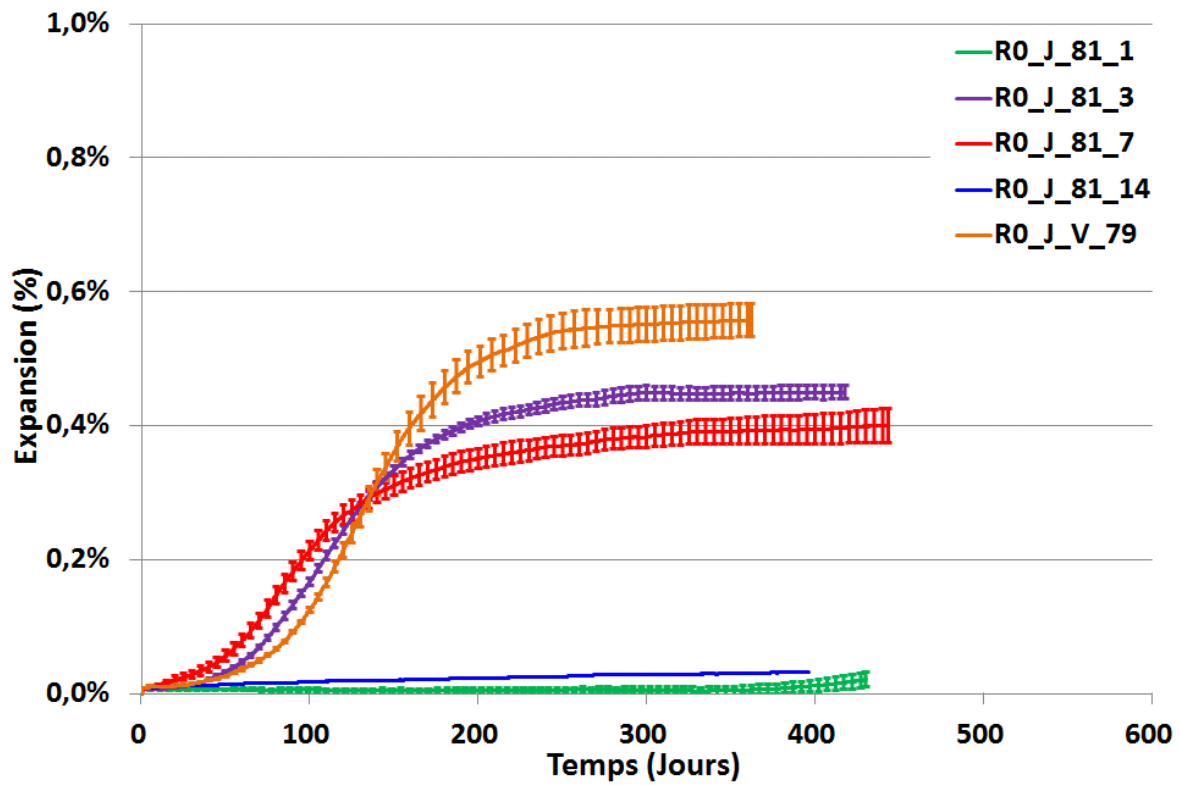


Figure 90 : Comparaison de l'expansion des prismes 11-11-22 pour le béton R0 (béton peu réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours avec l'expansion suite au traitement thermique réaliste V_79 (J=Traitement thermique après le coulage)

La [Figure 91-a] montre une comparaison entre les expansions correspondant aux deux cas de traitements thermiques réalistes étudiés (R0_J_V_79 et R0_J_V_74). Les éprouvettes ayant subi le traitement thermique V_79, dans le bain de cure thermique, ont développé des expansions nettement plus importantes que les éprouvettes traitées dans l'étuve selon le profil de température V_74. Ce résultat montre l'influence du couple température et durée de maintien à une température supérieure à une température seuil. En plus de l'effet de l'histoire thermique, la lixiviation des alcalins lors de la phase de cure pourrait être également responsable de cet écart très important entre les deux résultats d'expansion, vu que les éprouvettes du cas V_74 ont été traitées thermiquement dans une étuve où la quantité d'eau est largement plus faible que dans le bain de cure thermique (cas V_79) (voir section 2.6).

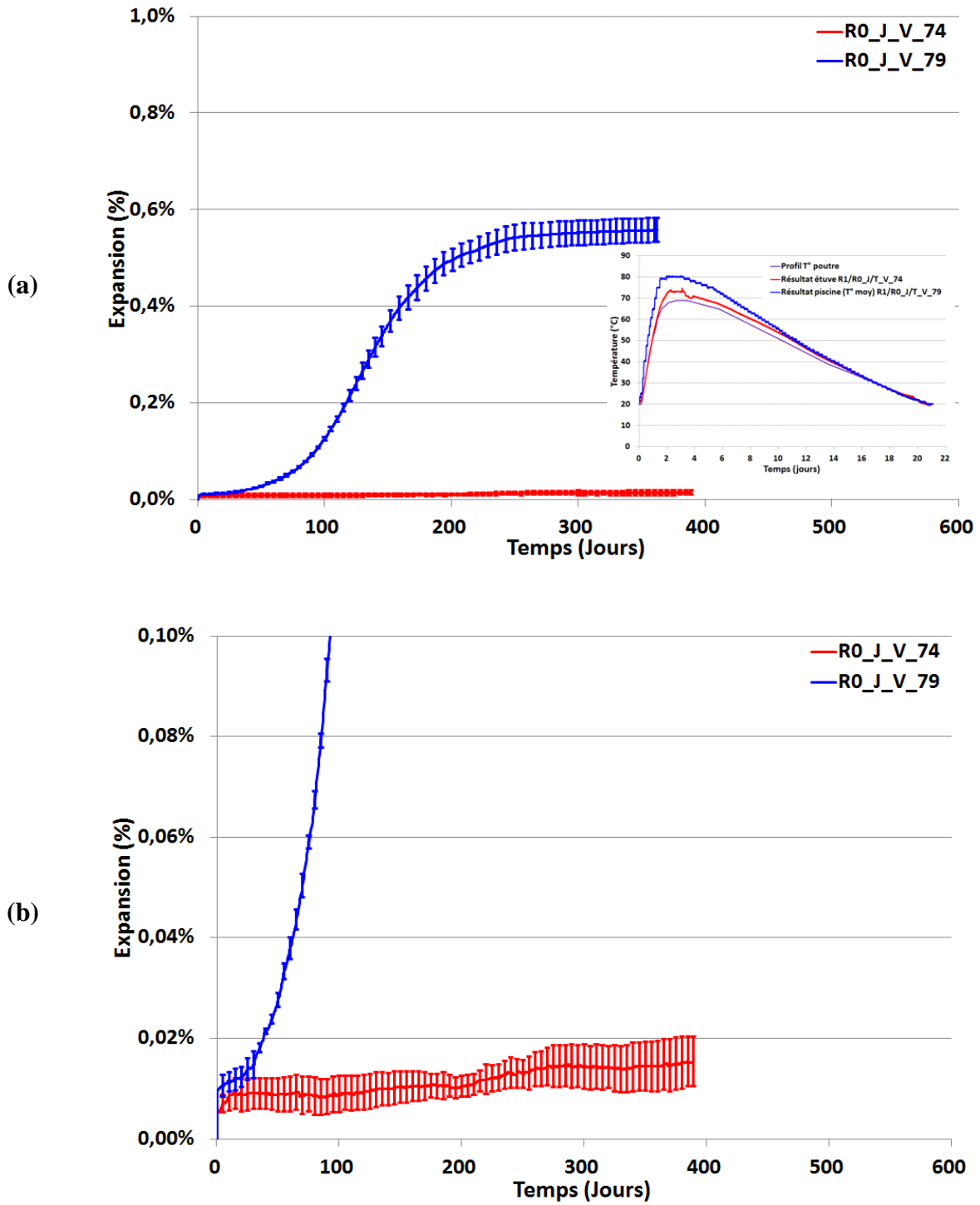


Figure 91 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R0 (béton peu réactif) traité dans la piscine et l'étuve (J=Traitement thermique après le coulage) (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

3.2.2 Effet du traitement thermique tardif sur les expansions

3.2.2.1 Suivi dimensionnel du béton R1 traité tardivement

Les figures 92 et 93 présentent les résultats de suivi dimensionnel des éprouvettes en béton R1 traitées tardivement (après 100 jours de conservation sous aluminium à température ambiante) à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours ainsi que celles traitées à 86°C pendant 5 jours.

La [Figure 92] illustre les expansions des éprouvettes traitées tardivement à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours. En termes de cinétiques d'expansion, les mêmes constats ont été mis en évidence que pour le béton R1 traité au jeune âge. En effet, le temps de latence est plus court quand la durée d'échauffement augmente. Par ailleurs, un effet de pessimum a été mis en évidence vis-à-vis de la durée d'échauffement, l'expansion finale du cas R1_T_81_7 est d'environ 1.40% alors qu'elle est d'environ 0.60% dans le cas du traitement tardif pendant 14 jours. Le pessimum se situe donc a priori entre 7 et 14 jours.

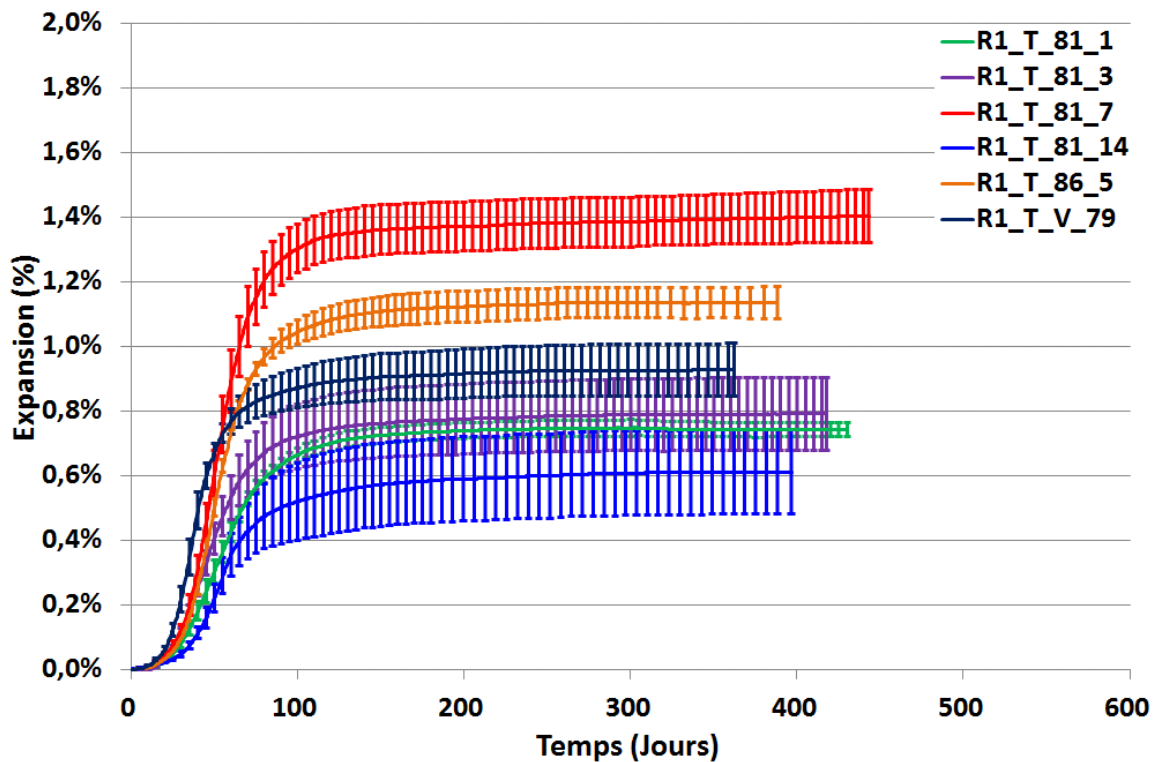


Figure 92 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à : 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours ; 86°C pendant 5 jours ; selon le traitement thermique réaliste V_79 (T=Traitement thermique après 100 jours)

La [Figure 93] présente une comparaison entre les suivis dimensionnels des cas réalistes étudiés. Comme au jeune âge, l'expansion enregistrée pour les éprouvettes traitées tardivement selon le profil de température V_79 est nettement plus importante que le cas V_74.

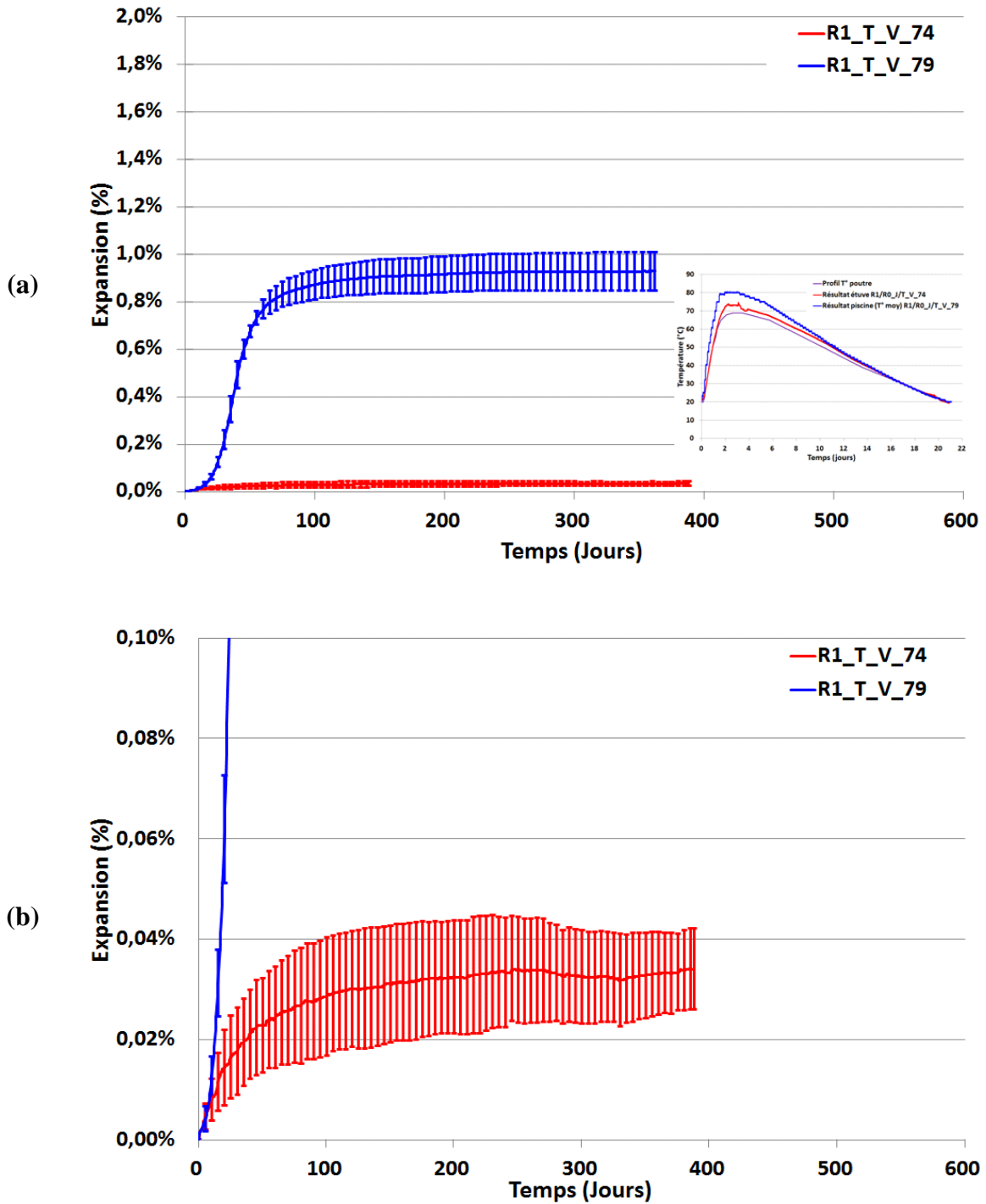


Figure 93 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité dans la piscine et l'étuve (T=Traitement thermique après 100 jours) (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

3.2.2.2 Suivi dimensionnel du béton R0 traité tardivement

Les éprouvettes en béton R0 traitées tardivement à 81°C ont présenté une expansion finale de l'ordre de 0,10% à 0,12% [Figure 94], nettement plus faible que pour les traitements thermiques au jeune âge à 3 et 7 jours, mais néanmoins significative et évolutive contrairement au traitement au jeune âge d'un jour à 81°C. Par ailleurs, un effet de pessimum a été identifié vis-à-vis de la durée d'échauffement, l'expansion finale du cas R0_T_81_7 (0,09%) est plus faible que celle enregistrée dans le cas R0_T_81_3 (0,12%). Dans ce cas, et sous réserve des effets d'une dispersion qui reste importante compte tenu des expansions (relativement faibles), l'effet de pessimum se situe entre 3 et 7 jours.

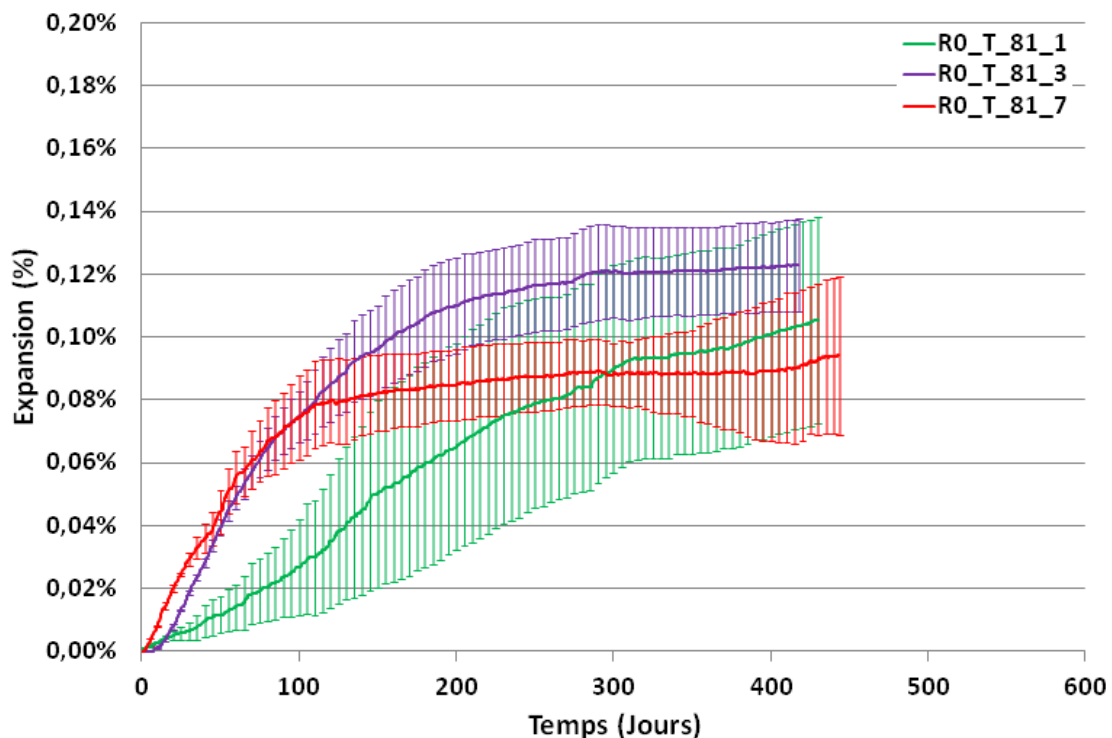


Figure 94 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R0 (béton peu réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 7 jours (T=Traitement thermique après 100 jours)

3.2.3 Effet de la température pour une même durée d'échauffement sur les expansions

Dans cette section les expansions des éprouvettes en béton R1 ayant subi des traitements thermiques au jeune âge pendant une même durée d'échauffement sont comparées afin d'évaluer l'effet de la température sur le développement des expansions.

Deux durées d'échauffements ont été appliquées, sur des éprouvettes en béton R1, à des températures différentes, il s'agit du traitement thermiques pendant 7 jours à 71 et 81°C [Figure 95], et du traitement thermique pendant 14 jours à 61, 66, 71 et 81°C [Figure 96].

La [Figure 95] présente la comparaison des expansions du béton R1 traité pendant 7 jours à 71 et 81°C. Cette figure montre que la cinétique (temps de latence) est plus rapide pour les

éprouvettes traitées à 81°C qu'à 71°C. Pour ces deux traitements thermiques, l'expansion finale est un peu supérieure dans le cas du traitement à 81°C.

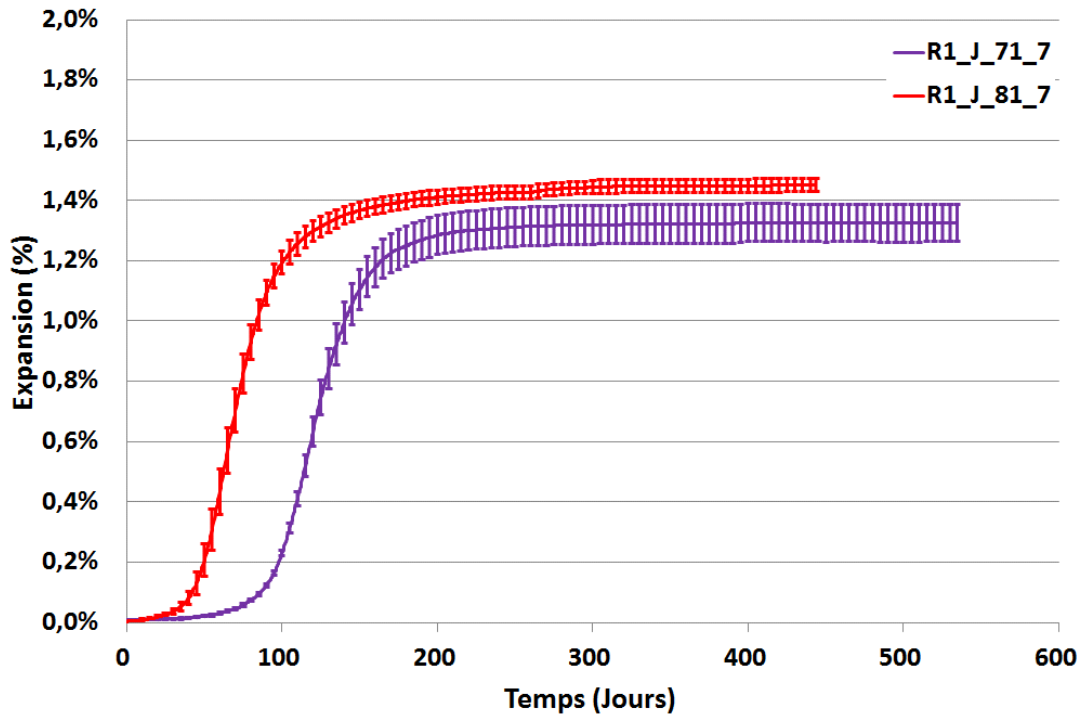


Figure 95 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité pendant 7 jours à 71 et 81°C (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

La [Figure 96-a] présente la comparaison des expansions du béton R1 traité pendant 14 jours à 61, 66, 71 et 81°C. Un effet de pessimum vis-à-vis de la température de traitement thermique est mis en évidence. Le pessimum se produit entre 71 et 81°C. En effet, l'expansion finale dans le cas d'un traitement thermique à 81°C pendant 14 jours (0,9%) est plus faible que celle enregistrée sur les corps d'épreuve traités à 71°C pendant 14 jours (1,5%). Cette figure montre également que, pour une même durée d'échauffement de 14 jours, la cinétique (temps de latence) est plus courte quand la température est élevée, ceci est aussi valable par rapport au temps d'induction (correspondant à une expansion de 0,04%) [Figure 96-b]

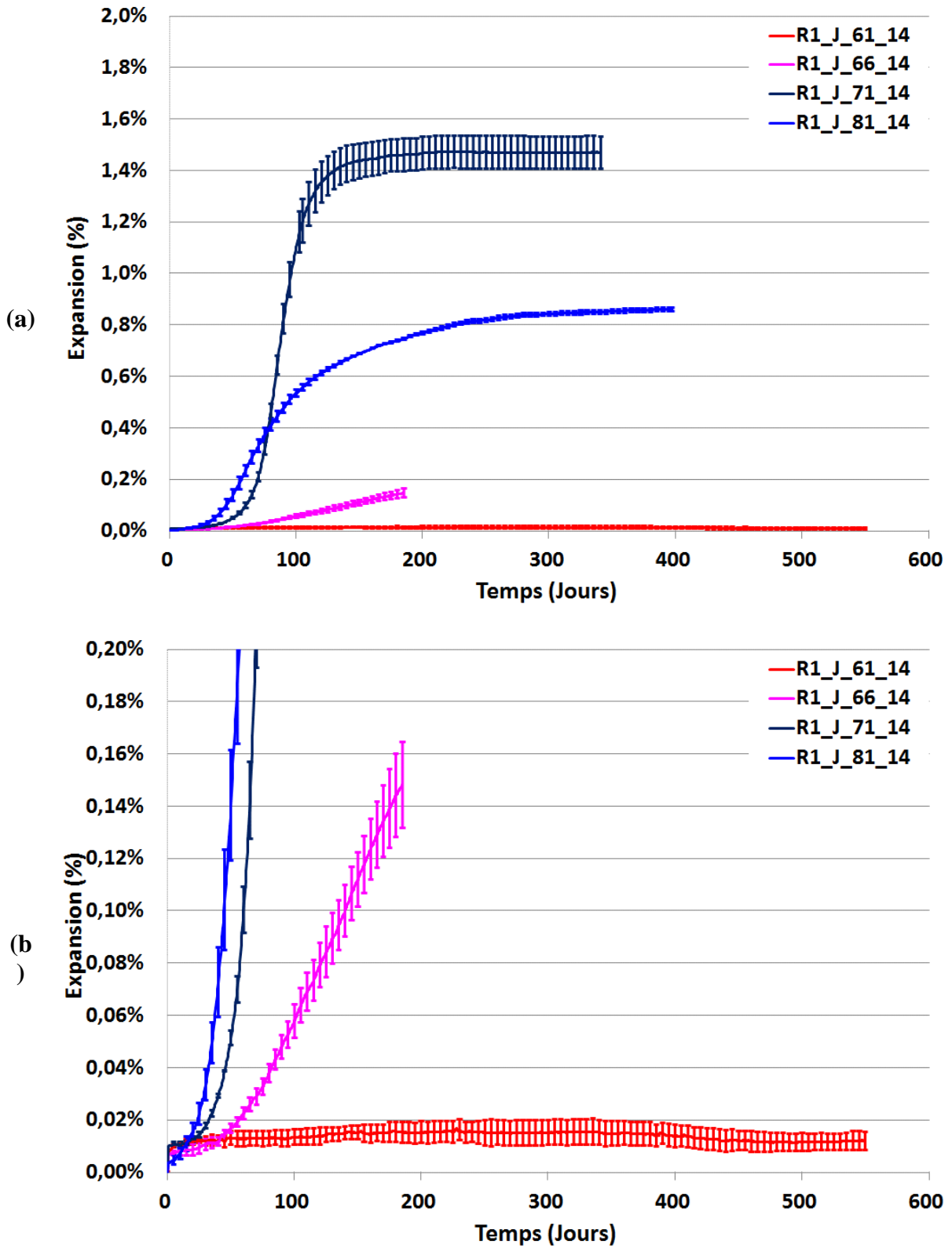


Figure 96 : Comparaison des expansions des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité pendant 14 jours à 61, 66, 71 et 81°C (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

3.2.4 Comparaison des expansions suite aux traitements thermiques au jeune âge et tardif

Les figures 97 à 102 présentent les comparaisons des expansions des bétons R1 ayant subi le même traitement thermique au jeune âge et après 100 jours.

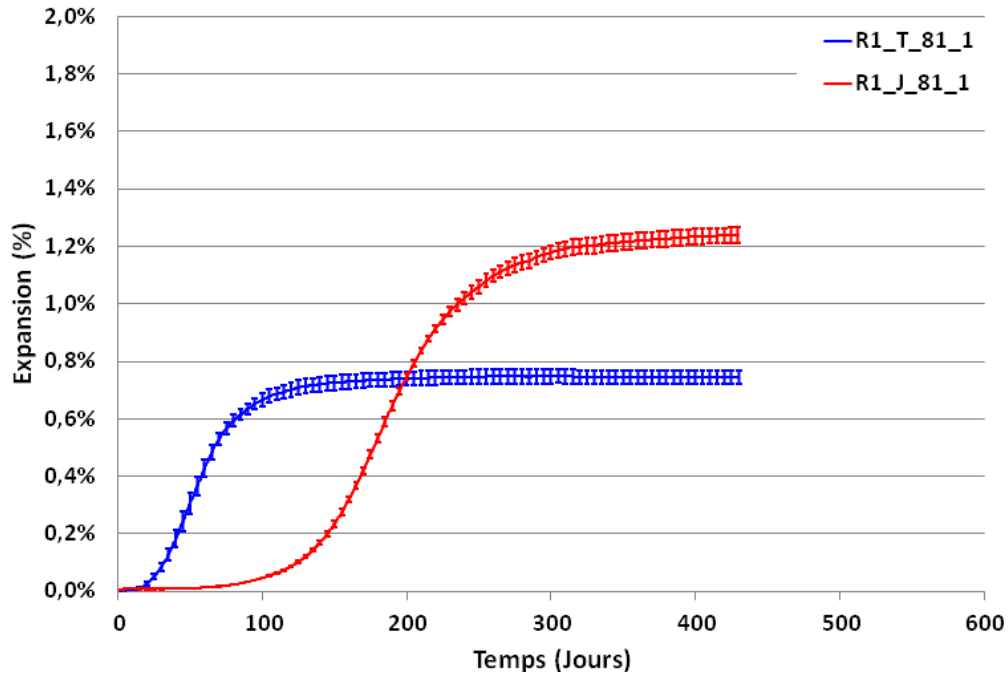


Figure 97 : Comparaison des expansions des éprouvettes R1 traitées au jeune âge et tardivement à 81°C pendant 1 jour

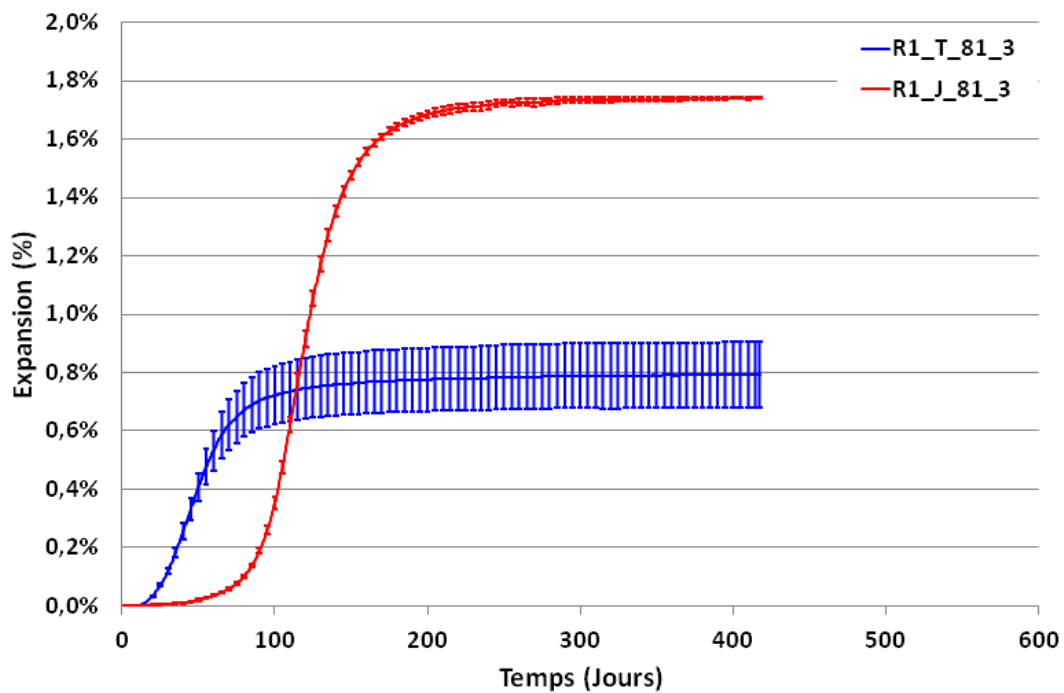


Figure 98 : Comparaison des expansions des éprouvettes R1 traitées au jeune âge et tardivement à 81°C pendant 3 jours

Résultats

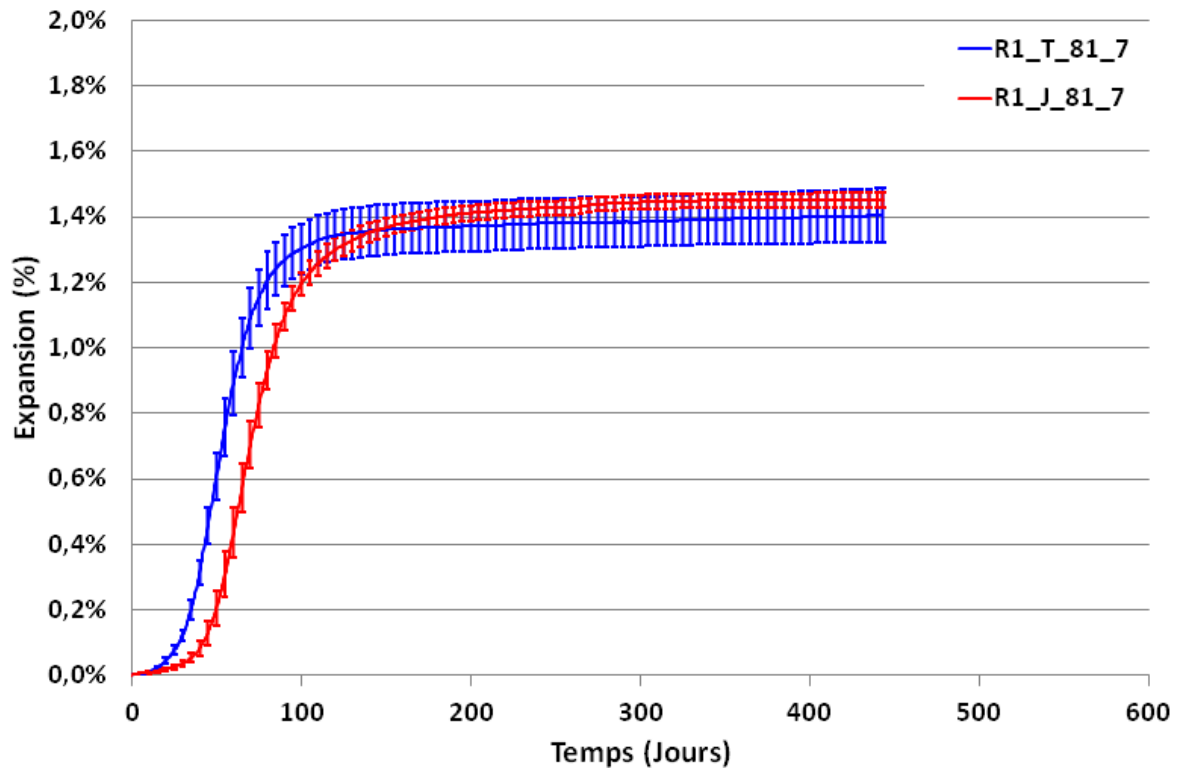


Figure 99 : Comparaison des expansions des éprouvettes R1 traitées au jeune âge et tardivement à 81°C pendant 7 jours

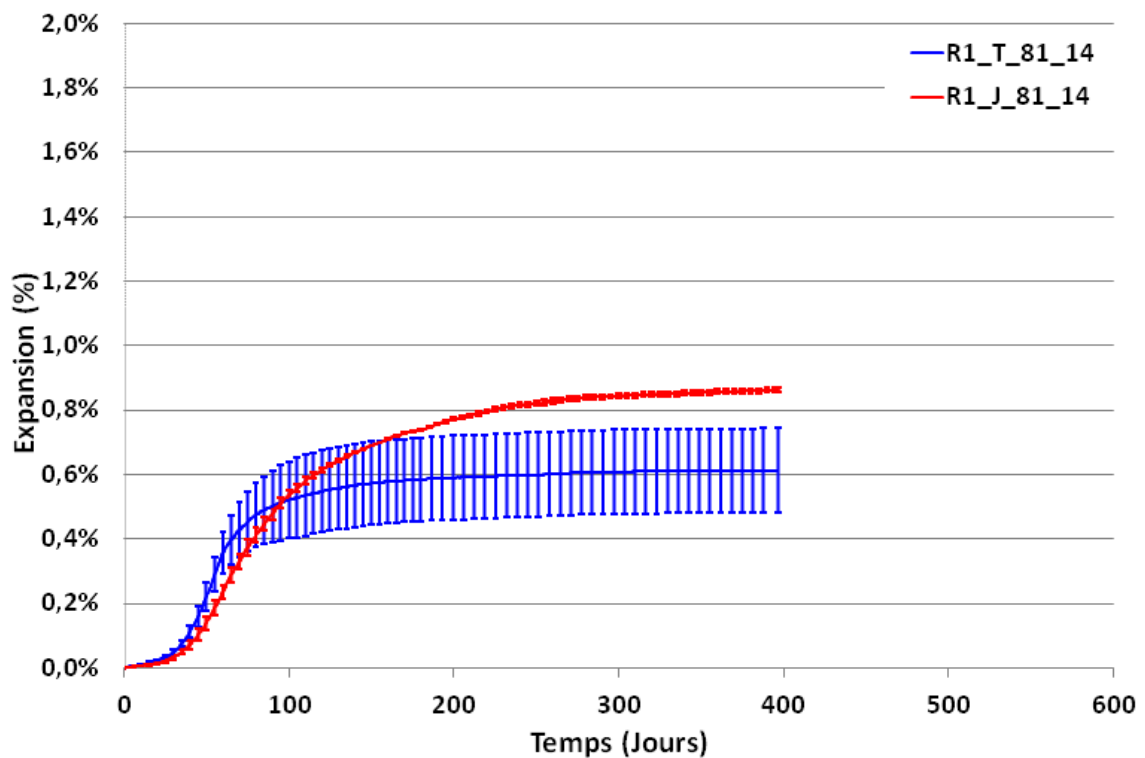


Figure 100 : Comparaison des expansions des éprouvettes R1 traitées au jeune âge et tardivement à 81°C pendant 14 jours

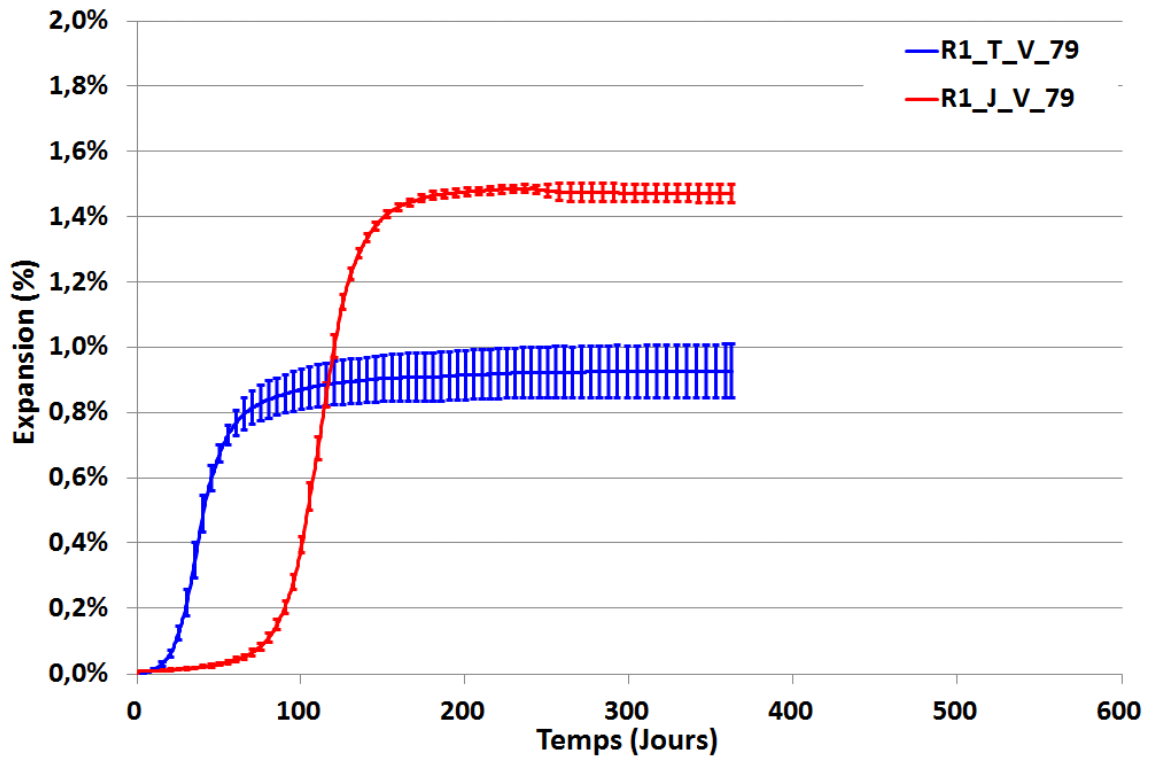


Figure 101 : Comparaison des expansions des éprouvettes R1 suite au traitement thermique de validation dans la piscine (V_79)

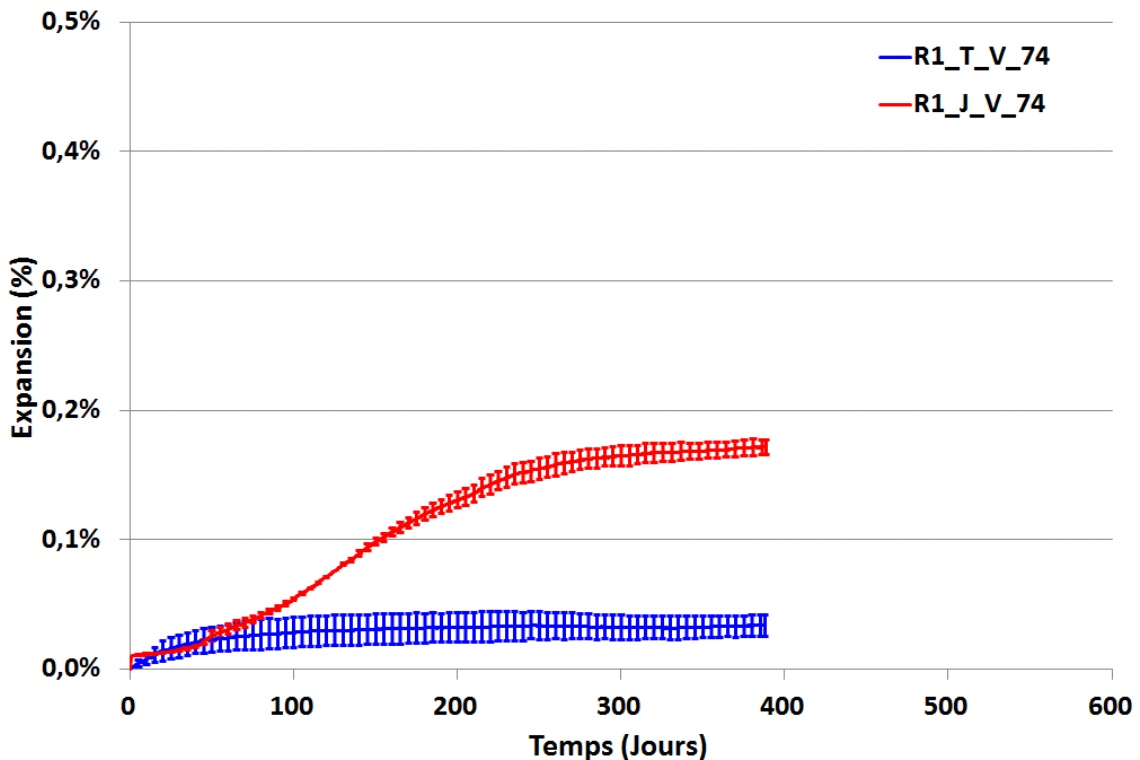


Figure 102 : Comparaison des expansions des éprouvettes R1 suite au traitement thermique de validation dans l'étuve (V_74)

Pour tous les cas étudiés, pour la même histoire thermique appliquée, la cinétique des gonflements des éprouvettes traitées tardivement est systématiquement plus rapide que celle des éprouvettes traitées au jeune âge. Ceci peut être lié à la différence des mécanismes de la

RSI au jeune âge et dans le cas d'un échauffement tardif. Cette interprétation sera détaillée au chapitre 4.

La comparaison entre les amplitudes finales des expansions montre des différences en fonction de l'histoire thermique appliquée. Ainsi, les expansions finales des éprouvettes traitées au jeune âge à 81°C pendant 1 et 3 jours sont nettement plus importantes que celles traitées tardivement. Cet écart diminue pour les durées de palier longues (cas 81°C_7 jours et 81°C_14 jours). On note également de plus faibles écarts-types des expansions dans tous les cas de traitement thermique au jeune âge à 81°C que pour celles des éprouvettes traitées tardivement à la même température.

3.2.5 Suivi massique

Le suivi de l'évolution de la prise de masse des prismes 11x11x22 cm³ (immergés) a été effectué en parallèle avec le suivi dimensionnel. Les figures 103 à 105 présentent le suivi massique des prismes en béton R1 traités au jeune âge à 71°C et 81°C et tardivement à 81°C.

Dans tous les cas, un gain initial de masse de l'ordre de 0,5% est observé au début de la période de conservation, ceci pourrait être attribué à la dessiccation superficielle des corps d'épreuve en phase de préparation qui est compensée lors de la mise en eau. On note en effet que les mesures dimensionnelles grâce aux bâtis ont permis de mettre en évidence le gonflement hydrique initial. Tout comme les expansions enregistrées, la cinétique de la prise de masse est d'autant plus rapide que la durée d'échauffement est grande. Cette prise de masse est souvent attribuée à un apport en eau lié à l'ouverture des fissures [Brunetaud 2005] [Martin 2010].

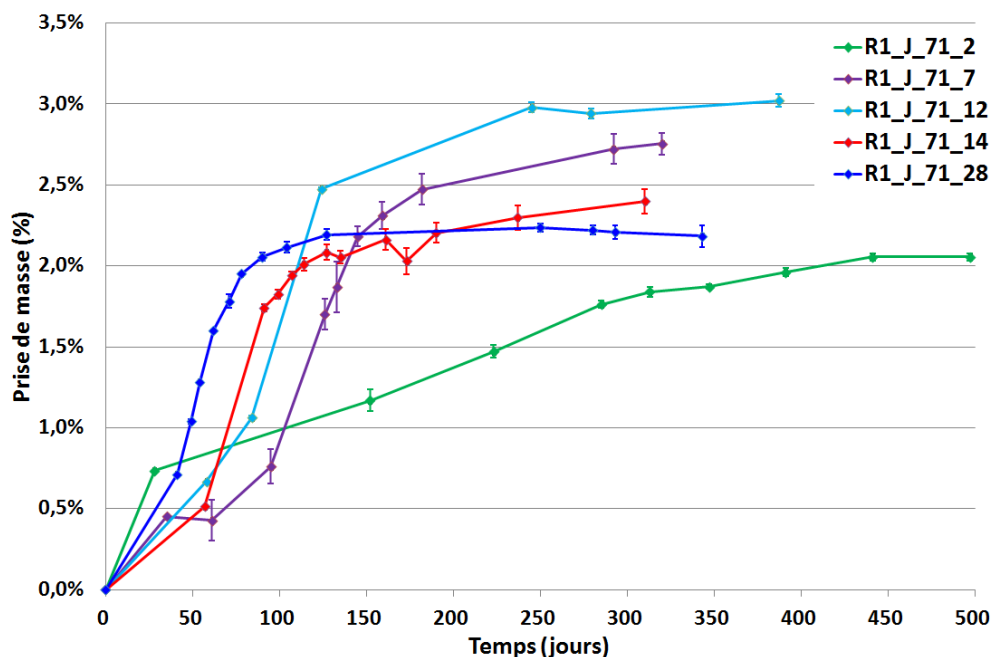


Figure 103 : Prise de masse des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 71°C pendant 2, 7, 12, 14 et 28 jours (J=Traitement thermique après le coulage)

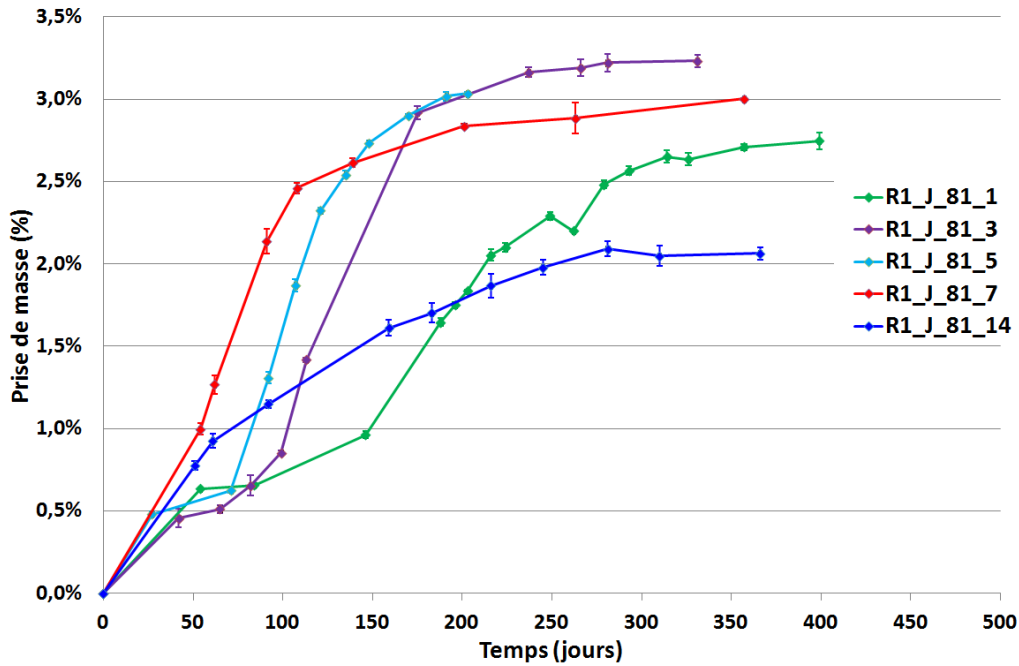


Figure 104 : Prise de masse des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 5, 7 et 14 jours (J=Traitement thermique après le coulage)

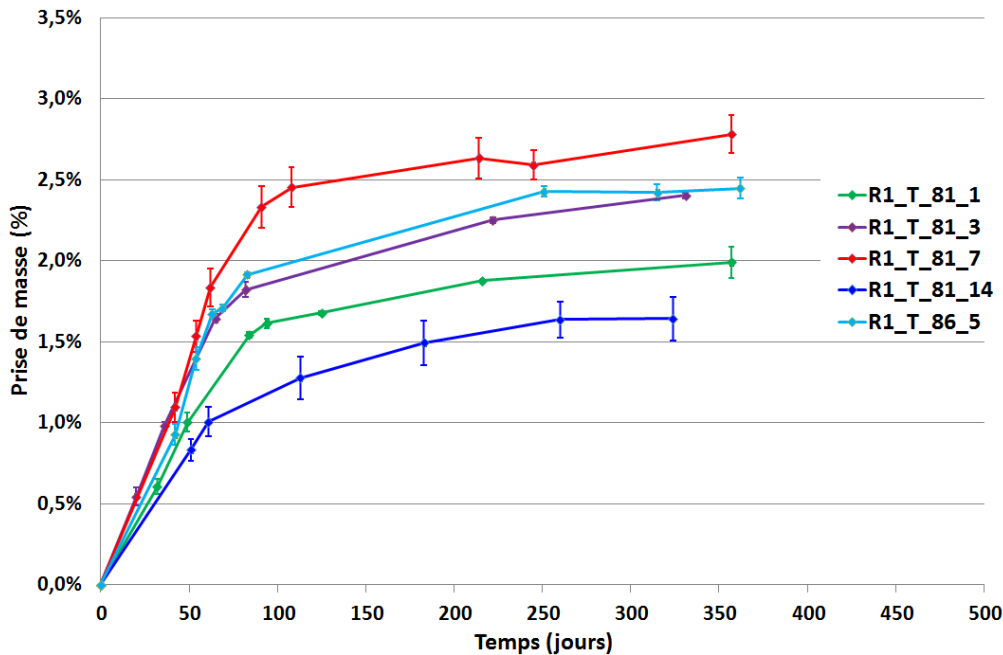


Figure 105 : Prise de masse des prismes 11-11-22 pour le béton R1 (béton réactif) traité à 81°C pendant 1, 3, 5, 7 et 14 jours (T=Traitement thermique après 100 jours)

3.2.6 Comparaison des suivis massique et dimensionnel

La [Figure 106] illustre les déformations enregistrées en fonction de la prise de masse relative. Pour les différents cas, on note des comportements hydriques similaires. Les pentes de régression sont très comparables pour le béton R1 traité au jeune âge et tardivement, le béton R0 ayant subi le traitement thermique réaliste V_79 ainsi que le résultat de l'étude de

[Martin 2010] [Tableau 20]. Ceci confirme l'existence d'une relation qui lie l'évolution dimensionnelle et la prise de masse, indépendamment du matériau et du type de traitement thermique appliqué (jeune âge ou tardif).

D'autre part, on note des prises de masse initiales plus élevées que celle indiquée dans les travaux de [Martin 2010]. Ceci pourrait être lié au temps de la préparation des prismes à 38°C, et à une humidité relative d'environ 50%, avant le lancement des enregistrements, ce qui pourrait conduire à un séchage plus important que dans l'étude de [Martin 2010] où les éprouvettes ont été mises directement dans l'eau après enlèvement de l'aluminium autocollant. Cet apport en eau initial est lié au remplissage de la porosité lors des premiers jours de conservation.

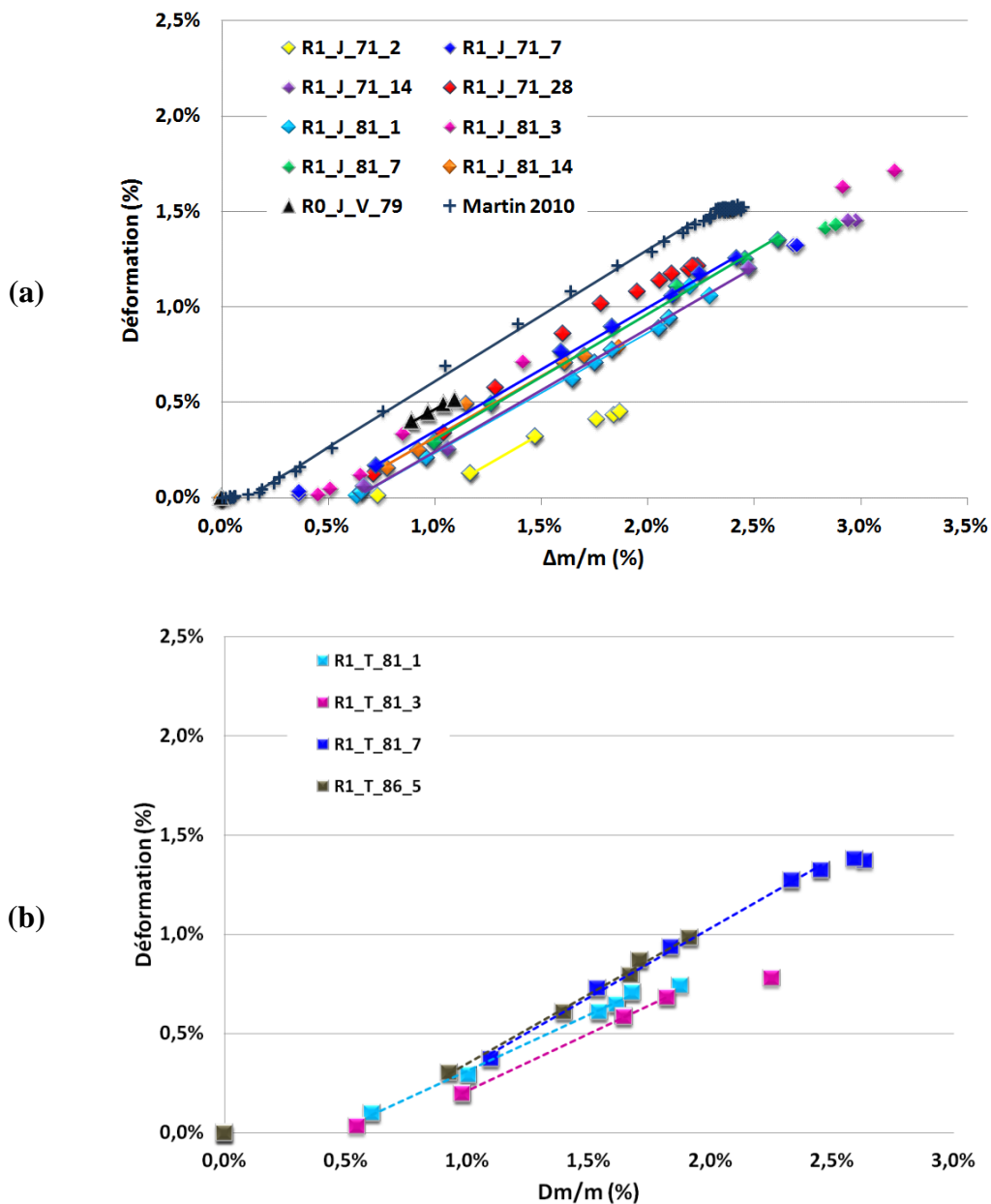


Figure 106 : Déformation des éprouvettes en fonction de la prise de masse relative (a : cas jeune âge ; b : cas tardif)

Tableau 20 : Estimation des pentes de régression linéaire (déformation en fonction de la prise de masse)

Cas des traitements thermiques au jeune âge	Pente de régression	Cas des traitements thermiques tardifs	Pente de régression
R1_J_71_2	0,637	R1_T_81_1	0,564
R1_J_71_7	0,645	R1_T_81_3	0,577
R1_J_71_14	0,644	R1_T_81_7	0,700
R1_J_71_28	0,77	R1_T_86_5	0,696
R1_J_81_1	0,629		
R1_J_81_3	0,660		
R1_J_81_7	0,659		
R1_J_81_14	0,639		
R0_J_V_79	0,606		
[Martin 2010]	0,690		

3.2.7 Calage des paramètres de gonflement

3.2.7.1 Modèle Brunetaud 2005

Afin de caractériser quantitativement les courbes d'expansion en termes de cinétique et d'amplitude, on a utilisé, dans un premier temps, la loi proposée par [Brunetaud 2005] [Equation (17)]. Cette loi a été inspirée de la loi de [Larive 1998] dans le cas des expansions dues à la RAG (Réaction Alkali-Granulats). Le terme d'avancement de la réaction a été modifié par [Brunetaud 2005] afin de prendre en considération la partie asymptotique caractérisant la fin des courbes d'expansion dans le cas de la RSI.

$$\left\{ \begin{array}{l} \varepsilon(t) = \varepsilon_{\infty} \cdot \frac{1 - e\left(\frac{-t}{\tau_c}\right)}{1 + e\left(\frac{-t-\tau_L}{\tau_c}\right)} \cdot \left(1 - \frac{\Phi}{\delta + t}\right) + \varepsilon_{hyd} \\ \text{avec : } 0 < \phi < \delta \end{array} \right. \quad 17$$

Avec :

- ε_{∞} : Amplitude finale de l'expansion.
- τ_L : Temps de latence qui correspond à l'abscisse du point d'inflexion de la courbe. Ce paramètre correspond à la période d'accélération de l'expansion au niveau du matériau.
- τ_c : Temps caractéristique, correspond au ralentissement de la cinétique de l'expansion, qui diminue soit par limitation en réactifs (sulfates, aluminates) soit par l'apparition des fissures assez larges pour contenir l'ettringite formée [Brunetaud 2005].

- Φ et δ : Deux paramètres permettant de prendre en compte l'évolution linéaire de l'expansion dans la phase d'atteinte progressive d'un éventuel palier [Brunetaud 2005].
- Un paramètre (ε_{hyd}) a été ajouté afin de prendre en compte le gonflement hydrique instantané aux premières heures d'enregistrement. Les six paramètres ont été calés par une méthode d'optimisation aux moindres carrés à l'aide du programme Scilab.

Afin de caler les courbes, on suit la procédure suivante :

- On détermine la dernière valeur de l'expansion mesurée et on la fait varier de $\pm 5\%$ dans l'espace des solutions possibles.
- Le temps de latence est déterminé graphiquement (abscisse au point d'inflexion de la courbe d'expansion obtenue par différenciation de la courbe d'expansion) et on le fait varier de ± 5 jours dans l'espace des solutions possibles.
- On garde les mêmes bornes de variation des paramètres : l'espace de recherche des valeurs de τ_c , Φ , δ et ε_{hyd} n'est pas restreint.

Les paramètres de calage sont obtenus par minimisation de l'écart entre la courbe et les points expérimentaux, au sens des moindres carrés. Cette loi a permis de bien caler la majorité des cas étudiés. Cependant, elle s'est avérée inadaptée au cas R1_J_81_14, où la cinétique au-delà du point d'inflexion de la courbe est lente. Le [Tableau 21] récapitule les paramètres de calage du cas R1_J_81_14, en suivant la procédure présentée ci-dessus (qu'on appellera cas 1). La [Figure 107] présente une comparaison entre les prédictions de la loi de Brunetaud (cas 1) avec les résultats expérimentaux.

Tableau 21 : Paramètres de calage du cas R1_J_81_14 avec la loi de Brunetaud 2005 (cas 1)

	ε_{∞} (%)	τ_L (Jours)	τ_c (Jours)	Φ (Jours)	δ (Jours)	ε_{Hyd} (%)	Erreur quadratique
Brunetaud 2005 (cas 1)	0,906	55	34	25	6	0,00	2,20E-05

Résultats

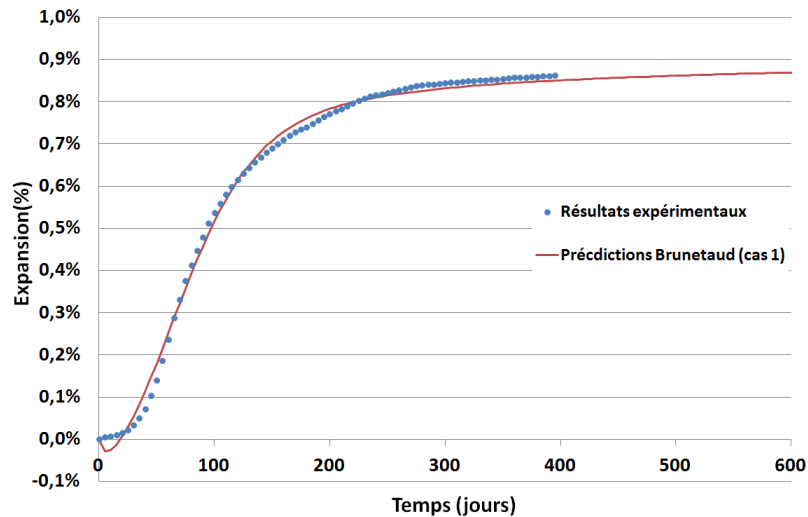


Figure 107 : Comparaison avec les prédictions du modèle de Brunetaud (cas 1)

Le calage des paramètres avec la procédure adoptée n'a pas donné des résultats satisfaisants. Le paramètre Φ obtenu est supérieur à δ , ce qui a donné un avancement négatif au début de la courbe. On note aussi que la pente de la courbe de prédiction est moins raide que les résultats expérimentaux. Ce calage a été jugé non satisfaisant.

Un deuxième calage avec la loi de Brunetaud a été fait, sans définition des bornes de variation des différents paramètres. Le [Tableau 22] récapitule les paramètres calés avec cette deuxième alternative (qu'on appellera cas 2). La [Figure 108] présente la comparaison entre les résultats expérimentaux (R1_J_81_14) et les prédictions de la loi de Brunetaud (cas 2).

Tableau 22 : Paramètres de calage du cas R1_J_81_14 avec la loi de Brunetaud 2005 (cas 2)

	ε_{∞} (%)	τ_L (Jours)	τ_C (Jours)	Φ (Jours)	δ (Jours)	ε_{Hyd} (%)	Erreur quadratique
Brunetaud 2005 (cas 2)	1,09	64	18	87	91	0,00	1,18E-05

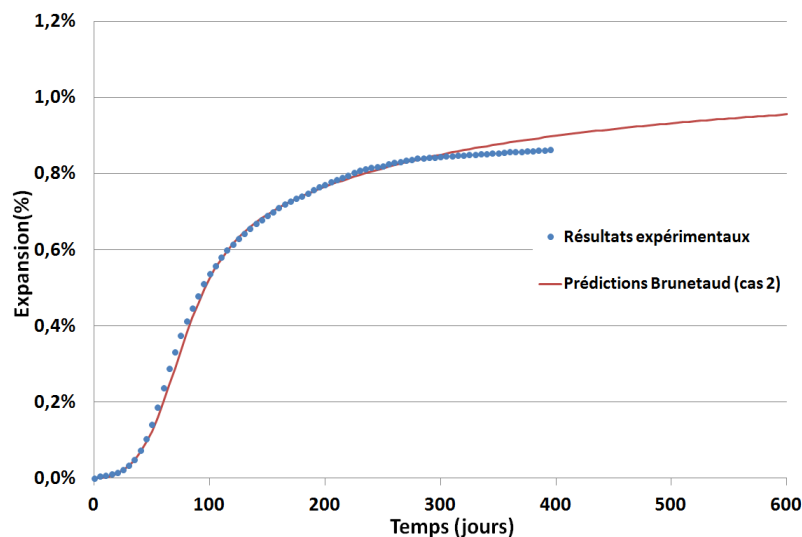


Figure 108 : Comparaison avec les prédictions du modèle de Brunetaud (cas 2)

Cette figure montre que ce deuxième calage a permis de mieux prédire les résultats expérimentaux initiaux que le premier cas (cas 1). Par contre, la valeur de l'expansion finale calée est très élevée par rapport à la valeur réelle enregistrée. Ce deuxième cas permet de bien prédire les expansions, mais au détriment de la valeur finale d'expansion. Ce calage a été jugé non satisfaisant vu qu'il surestime la valeur de l'expansion finale. Le calage a été aussi réalisé via un algorithme génétique, cependant sans amélioration des prédictions.

Il semble que la prise en compte de la phase asymptotique par un avancement linéaire soit responsable de la surestimation de la valeur de l'expansion finale. La difficulté de calibrer ce type de courbe d'expansion a été rencontrée dans le cadre de l'étude de [Martin 2010] dans le cas d'expansions dues à une concomitance RAG-RSI [Figure 109]. De la même manière, le paramètre Φ obtenu est supérieur à δ ce qui produit un avancement négatif au début de la courbe, et l'expansion finale calée a été surestimée (2,44%) pour une valeur enregistrée de l'ordre de 2,19%.

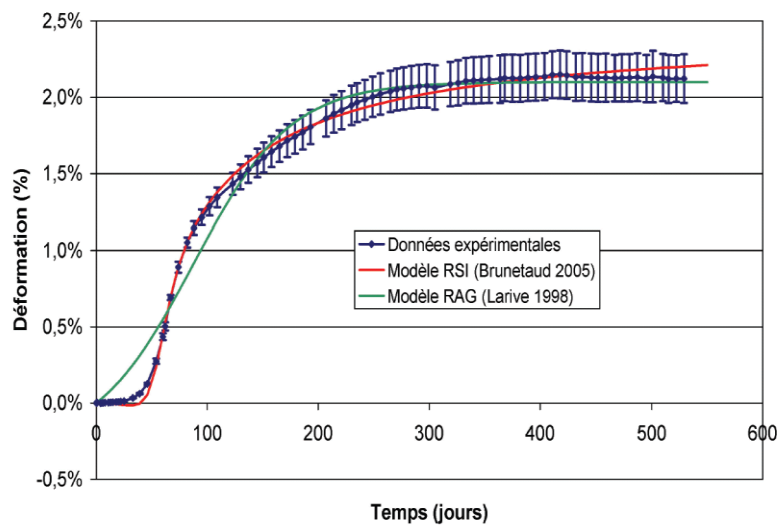


Figure 109 : Comparaison des prédictions des modèles de Brunetaud 2005 et Larive 1998 aux résultats de suivi dimensionnel (R2_H100-H30_GL_28) [Martin 2010]

3.2.7.2 Modèle proposé

Dans l'objectif de quantifier au mieux les courbes d'expansion des différents cas étudiés, en particulier le cas R1_J_81_14 qui s'est avéré difficile à calibrer avec la loi de [Brunetaud 2005], ainsi que les expansions dues à des situations de concomitance RAG-RSI, on propose une modification du terme d'avancement linéaire de la loi de [Brunetaud 2005] qui semble causer la surestimation de l'expansion finale. On a choisi de décrire la partie asymptotique de la courbe d'expansion par une fonction exponentielle [Equation 18)], afin de décrire la partie linéaire caractérisant la phase finale des expansions de la RSI, sans pour autant surestimer la valeur de l'expansion finale. Cette nouvelle fonction d'avancement a deux paramètres de calage α et β .

$$\left\{ \begin{aligned} \varepsilon(t) &= \varepsilon_{\infty} \cdot \frac{1 - e^{\left(\frac{-t}{\tau_c}\right)}}{1 + e^{\left(\frac{-t-\tau_L}{\tau_c}\right)}} \cdot \left(1 - \beta \cdot e^{\left(\frac{-t}{\alpha}\right)}\right) + \varepsilon_{hyd} \\ &\text{avec : } \alpha > 0 \text{ et } 0 \leq \beta \leq 1 \end{aligned} \right. \quad 18$$

Résultats

Le paramètre β (sans unité) varie entre 0 et 1, de manière à ce que l'avancement ait une valeur finale de 1. Il peut être pris égal à 0 afin de décrire les expansions liées à la RAG (Larive 1998).

Le paramètre α (exprimé en jours), influence la partie asymptotique de la courbe d'expansion, auquel s'ajoute le paramètre β qui joue sur la phase initiale de déclenchement de l'expansion. Ces deux paramètres sont liés, ils doivent être pris en compte sous forme de couple.

Cette [Equation 18]) a été utilisée pour caler le cas R1_J_81_14. Le calage a été effectué par un algorithme génétique (réalisé sous Matlab). Le [Tableau 23] présente les résultats des paramètres calés ainsi que l'erreur quadratique. La [Figure 110] illustre la comparaison entre les résultats expérimentaux et les prédictions de la loi modifiée.

Tableau 23 : Paramètres de calage du cas R1_J_81_14 avec la loi proposée

	ε_{∞} (%)	τ_L (Jours)	τ_C (Jours)	α (Jours)	β	ε_{Hyd} (%)	Erreur quadratique
Loi proposée	0,89	53	15	98	1,00	0,001	1,66E-06

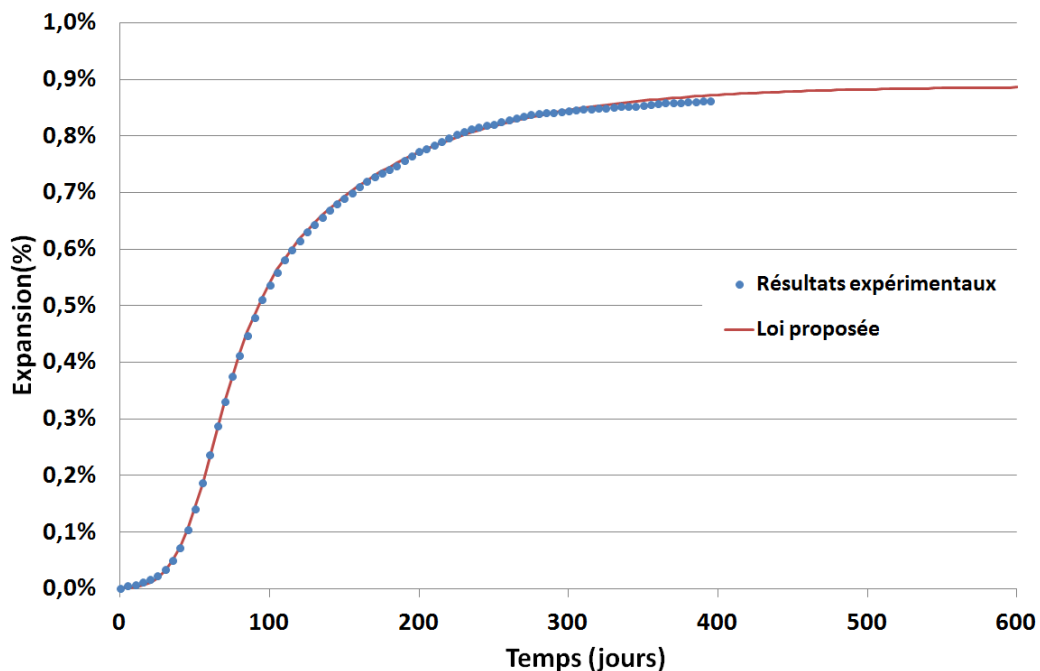


Figure 110 : Comparaison entre les prédictions de la loi proposée et les résultats expérimentaux R1_J_81_14

Cette figure montre que cette loi est nettement mieux adaptée à ce type de courbe d'expansion. Les cinétiques sont très comparables, sans surestimer pour autant la valeur de l'expansion finale : 0,89% avec la loi modifiée contre 1,09% avec la loi de [Brunetaud 2005]. On a abouti également à une erreur quadratique (1,66E-06) nettement plus faible que celle de la loi de [Brunetaud 2005] (2,20 E-05 pour le cas 1 et 1,18E-05 pour le cas 2).

De même pour le cas de concomitance RSI-RAG étudié par [Martin 2010], cette loi proposée prédit correctement les expansions dues à ce genre de situation. Le [Tableau 20] récapitule les paramètres de calage ainsi que l'erreur quadratique. La [Figure 111] illustre la

comparaison entre les résultats expérimentaux du cas de concomitance RSI-RAG [Martin 2010] et les prédictions de loi modifiée.

Tableau 24 : Paramètres de calage du cas de concomitance RSI-RAG (R2_H100-H30_GL_28) [Martin 2010] avec la loi proposée

	ε_{∞} (%)	τ_L (Jours)	τ_C (Jours)	α (Jours)	β	ε_{Hyd} (%)	Erreur quadratique
Loi proposée	2,18	9	61	108	1,00	0,001	5,09E-06

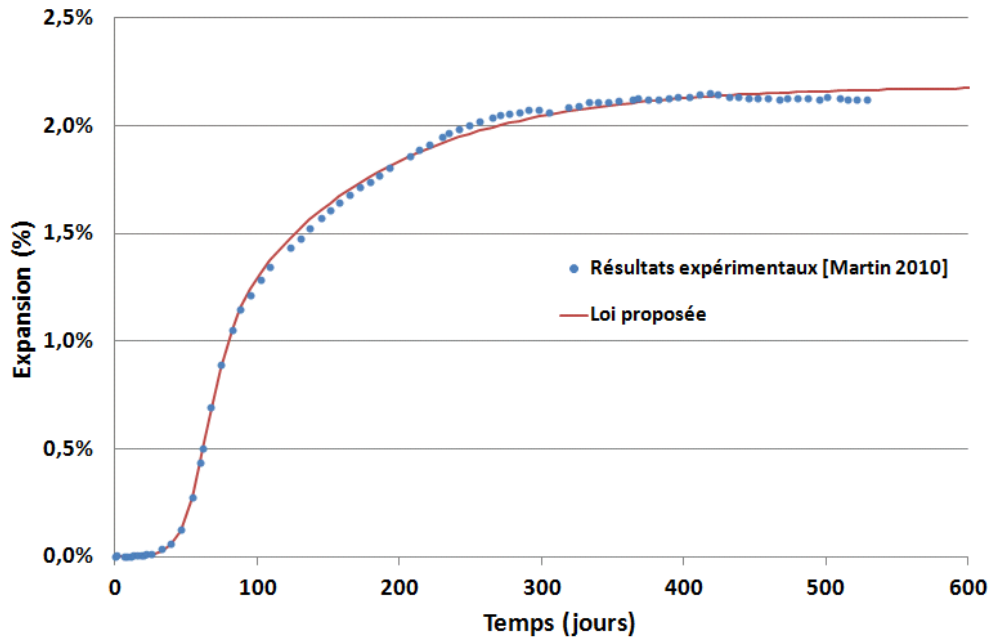


Figure 111 : Comparaison entre les prédictions de la loi proposée et les résultats expérimentaux du cas de concomitance RSI-RAG (R2_H100-H30_GL_28) [Martin 2010]

Cette figure montre que cette loi est également adaptée au cas de concomitance RSI-RAG. Les cinétiques sont très comparables, sans surestimer pour autant la valeur de l'expansion finale : 2,18% avec la loi modifiée contre 2,44% avec la loi de [Brunetaud 2005]. On a abouti également à une erreur quadratique (5,09-06) nettement plus faible que celle de la loi de [Brunetaud 2005] (1,26 E-05).

Cette loi proposée nous paraît très satisfaisante pour notre étude, elle a de ce fait été utilisée pour le calage de toutes les courbes d'expansion. Les tableaux 5 à 27 récapitulent l'ensemble des paramètres de calage ainsi que les erreurs quadratiques associées.

Résultats

Tableau 25 : Paramètres de calage des expansions du béton R1 traité au jeune âge (loi proposée)

	ε_{∞} (%)	τ_L (Jours)	τ_C (Jours)	α (Jours)	β	ε_{Hyd} (%)	Erreur quadratique
R1_J_71_2	0,49	182	39	200	0,52	0,010	6,36E-07
R1_J_71_7	1,33	115	14	105	0,31	0,012	3,67E-06
R1_J_71_12	1,48	95	12	96	0,22	0,011	5,16E-06
R1_J_71_14	1,51	64	9	54	0,79	0,012	5,51E-06
R1_J_71_28	1,22	55	6	43	0,52	0,012	5,97E-06
R1_J_81_1	1,25	181	27	100	0,77	0,005	5,86E-06
R1_J_81_3	1,74	120	14	61	0,92	0,012	5,70E-06
R1_J_81_5	1,66	101	13	62	1,00	0,012	5,96E-06
R1_J_81_7	1,45	84	12	62	0,71	0,010	3,09E-06
R1_J_81_14	0,89	53	15	98	1,00	0,001	1,66E-06
R1_J_V_79	1,47	111	12	29,5	0,58	0,003	1,09E-05
R1_J_V_74	0,16	123	57	61	0,76	0,01	7,91E-08

Tableau 26 : Paramètres de calage des expansions du béton R1 traité tardivement (loi proposée)

	ε_{∞} (%)	τ_L (Jours)	τ_C (Jours)	α (Jours)	β	ε_{Hyd} (%)	Erreur quadratique
R1_T_81_1	0,74	47	12	43	1	0,005	1,98E-06
R1_T_81_3	0,79	39	10	41	1	0,001	1,45E-06
R1_T_81_7	1,40	52	11	104	0,13	0,012	5,46E-06
R1_T_81_14	0,61	47	11	66	0,63	0,012	2,64E-06
R1_T_86_5	1,14	47	10	43	0,75	0,001	1,99E-06
R1_T_V_79	0,92	36	8	42	0,48	0,006	3,11E-06

Tableau 27 : Paramètres de calage des expansions du béton R0 traité au jeune âge (loi proposée)

	ε_{∞} (%)	τ_L (Jours)	τ_C (Jours)	α (Jours)	β	ε_{Hyd} (%)	Erreur quadratique
R0_J_81_3	0,44	102	29	70	1,00	0,002	6,27E-07
R0_J_81_7	0,40	75	24	122	0,65	0,002	3,91E-07
R0_J_V_79	0,56	128	29	87	0,379	0,010	1,20E-06

3.2.8 Effet de la température et la durée d'échauffement sur les paramètres d'expansion

3.2.8.1 Expansion finale

Les figures 112 à 114 présentent les résultats des paramètres de gonflement (expansion finale, temps de latence et temps caractéristique), calés avec la loi modifiée [Equation 18)], en fonction de la température et de la durée d'échauffement.

La [Figure 112] illustre l'effet de pessimum vis-à-vis de la durée d'échauffement, sur la valeur de l'expansion finale. Celui-ci se situe probablement entre 14 et 28 jours pour les traitements thermiques au jeune âge à 71°C, entre 3 et 5 jours dans le cas des traitements thermiques au jeune âge à 81°C et entre 3 et 14 jours dans le cas des traitements thermiques tardifs à 81°C.

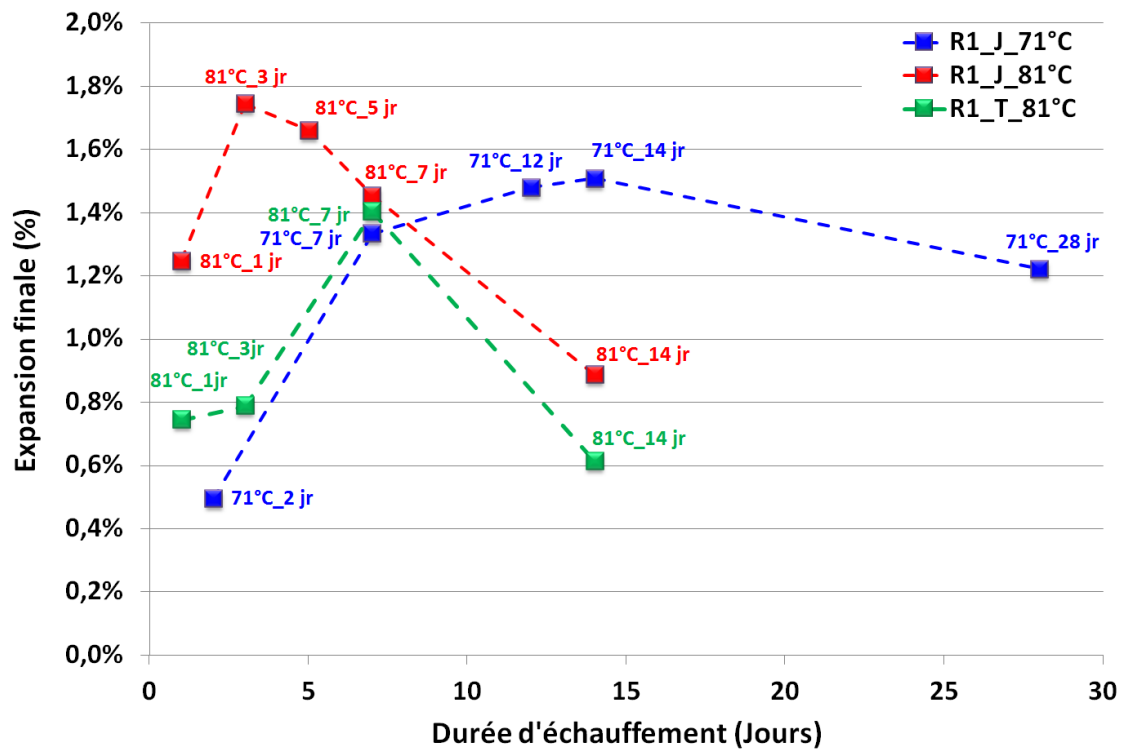


Figure 112 : Expansion finale en fonction de la durée d'échauffement pour le béton R1 traité au jeune âge à 71°C et à 81°C

3.2.8.2 Temps de latence

La [Figure 113] présente le temps de latence en fonction de la durée d'échauffement pour les différents cas. Pour les traitements thermiques au jeune âge à 71°C et à 81°C, le temps de latence diminue en fonction de la durée d'échauffement. En outre, pour une même durée d'échauffement, le temps de latence est plus court quand la température d'échauffement est élevée. Pour les traitements thermiques tardifs à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours, les temps de latence sont relativement comparables, ils sont de l'ordre d'environ 50 jours, et sont plus courts que ceux développés dans les cas de traitement thermique au jeune âge, notamment pour les courtes durées d'échauffement (1 et 3 jours). Il est aussi noté que les éprouvettes traitées au jeune âge et tardivement à 81°C pendant 14 jours ont développé des temps de latence très comparables.

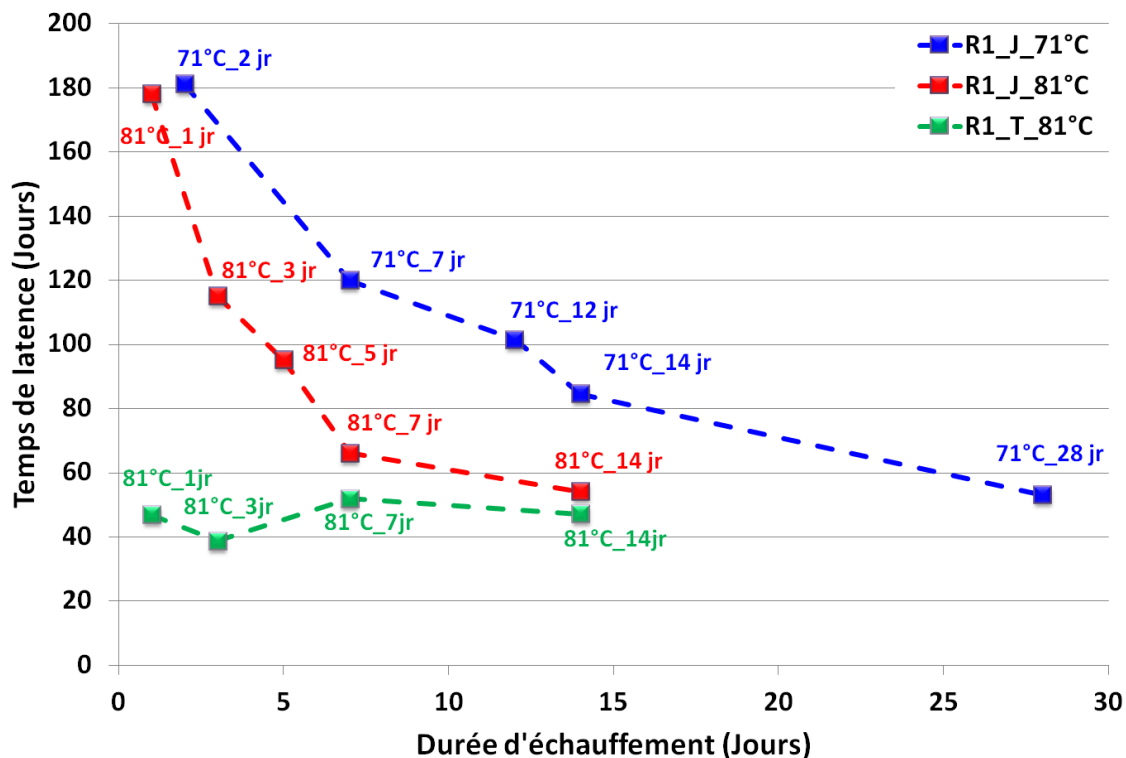


Figure 113 : Temps de latence en fonction de la durée d'échauffement pour le béton R1 traité au jeune âge à 71°C et à 81°C

3.2.8.3 Temps caractéristique

La [Figure 114] présente les résultats de calage du temps caractéristique des corps d'épreuve en béton R1 traités au jeune âge à 71°C et 81°C, et tardivement à 81°C. D'une manière générale, le temps caractéristique diminue significativement dès que les durées d'échauffement atteignent 3 jours.

Pour les traitements thermiques au jeune âge à 71°C, le temps caractéristique diminue jusqu'à une durée de chauffe entre 7 et 28 jours. Alors que dans le cas des traitements thermiques à 81°C, il semble qu'il existe un effet de pessimum sur la valeur du temps caractéristique vis-à-vis de la durée d'échauffement entre 3 et 14 jours.

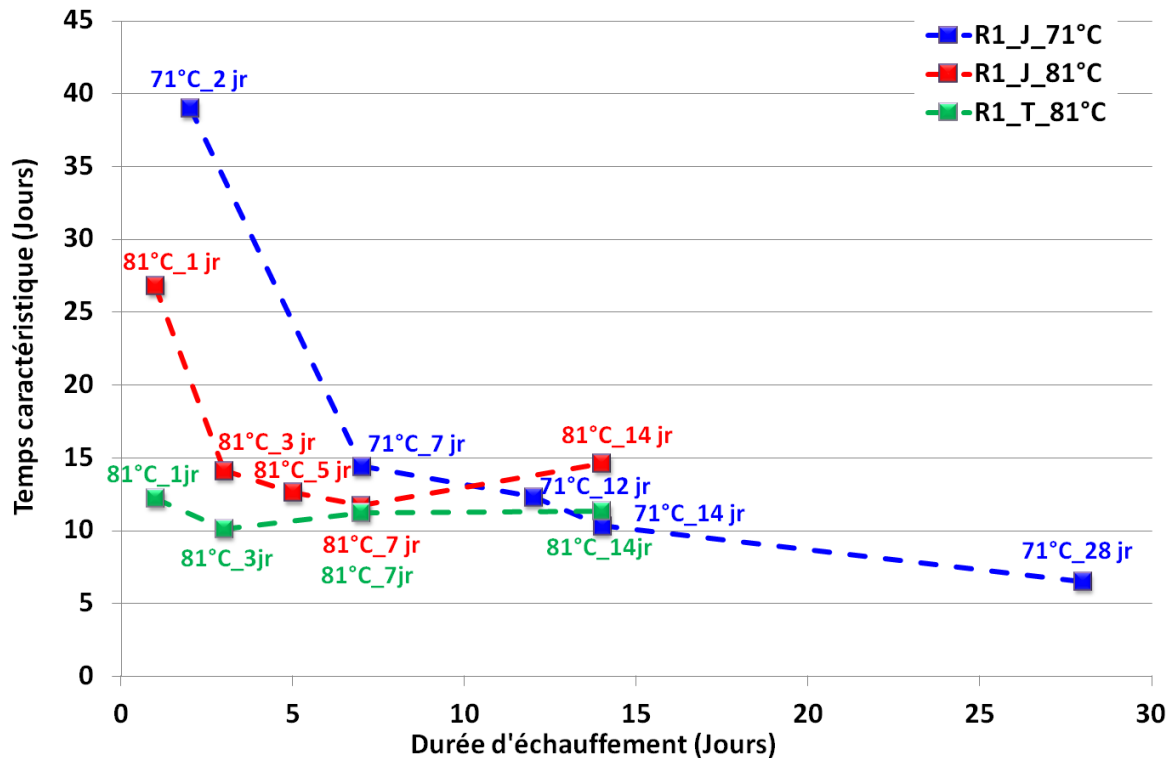


Figure 114 : Temps caractéristique en fonction de la durée d'échauffement pour le béton R1 traité au jeune âge à 71°C et à 81°C

3.2.9 Synthèse des résultats des suivis dimensionnels et massiques

La collecte des données d'expansions a montré :

- Dans le cas du traitement thermique à 61°C :
 - Pas d'expansions significatives dans le cas du traitement thermique au jeune âge à 61°C pendant 14 jours après 550 jours d'exposition, aussi bien pour le béton R1 que pour R0, l'expansion hydrique instantanée restant limitée à 0,015%.
- Dans le cas du traitement thermique à 66°C :
 - Les éprouvettes en béton R1 traitées à 66°C pendant 14 jours ont développé un gonflement de l'ordre de 0,15% après environ 180 jours de conservation. Ceci montre que la température seuil pour le développement des expansions liées à la RSI se situe probablement entre 61 et 66°C pour le béton R1.
- Dans le cas des traitements thermiques à 71°C appliqués au béton R1 :
 - La cinétique des expansions des corps d'épreuve est toujours d'autant plus courte que la durée du palier est longue (de 2 à 28 jours).
 - Un effet de pessimum sur la valeur du gonflement final a été mis en évidence. Le gonflement final dû à un échauffement pendant 28 jours est moins

important que celui enregistré dans le cas de l'échauffement pendant 7 et 14 jours.

- Dans le cas des traitements thermiques à 81°C :
 - Un gonflement plus important pour la formule R1 que pour la formule R0.
 - Une cinétique plus rapide dans le cas des éprouvettes traitées tardivement.
 - Un effet de pessimum sur la valeur de l'expansion finale. Pour les éprouvettes traitées (au jeune âge pour les deux formules R1 et R0 et tardivement pour la formule R1) à 81°C pendant 14 jours, ces dernières ont un gonflement final moins important que celui des éprouvettes traitées à la même température pendant 3 et 7 jours.
 - Les éprouvettes R0 ont développé des expansions significatives. Ce qui montre que l'utilisation d'un ciment peu réactif n'est pas suffisante pour empêcher les gonflements dus à la RSI.
 - La loi de [Brunetaud 2005] s'est avérée insatisfaisante pour certains cas de cette étude notamment le cas R1_J_81_14 (gonflement lentement évolutif). Une loi de calibration modifiée des paramètres de gonflement a été proposée [Equation 18)]. Elle permet de mieux prédire les expansions des différentes courbes d'expansion.

3.3 Analyse par diffraction aux rayons X

Les résultats des suivis dimensionnels ont montré l'existence d'un effet de pessimum vis-à-vis de la durée d'échauffement. Afin d'expliquer ce phénomène sur la base des produits d'hydratation formés après la stabilisation des expansions, des analyses par diffraction des rayons X (DRX) ont été réalisées. Sept échantillons ont fait l'objet de cette étude, il s'agit de :

- Béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours où un effet de pessimum a été observé entre 3 et 7 jours.
- Béton R1 traité tardivement à 81°C pendant 1, 3 et 14 jours où un effet de pessimum a été observé entre 7 et 14 jours.

Vu les faibles écarts (sur 3 éprouvettes) observés lors du suivi dimensionnel des corps d'épreuves traités à 81°C au jeune âge et tardivement, il a été décidé de faire l'analyse par DRX sur une éprouvette par cas et de continuer le suivi des expansions sur les deux éprouvettes restantes. Le Tableau 28 récapitule les échantillons testés :

Tableau 28: Echantillons testés en DRX

Cas testés	Numéro de repérage de l'éprouvette	Nombre de mois de suivi
R1_J_81_1	1	12
R1_J_81_3	1	11
R1_J_81_7	1	12
R1_J_81_14	1	10
R1_T_81_1	1	12
R1_T_81_3	1	11
R1_T_81_14	1	10

Les figures 15 et 16 présentent les résultats de l'analyse de diffraction aux rayons X, suite aux traitements thermiques au jeune âge et tardifs. La suite des résultats d'analyse de diffraction aux rayons X des cas étudiés est reportée dans l'Annexe 7.

Résultats

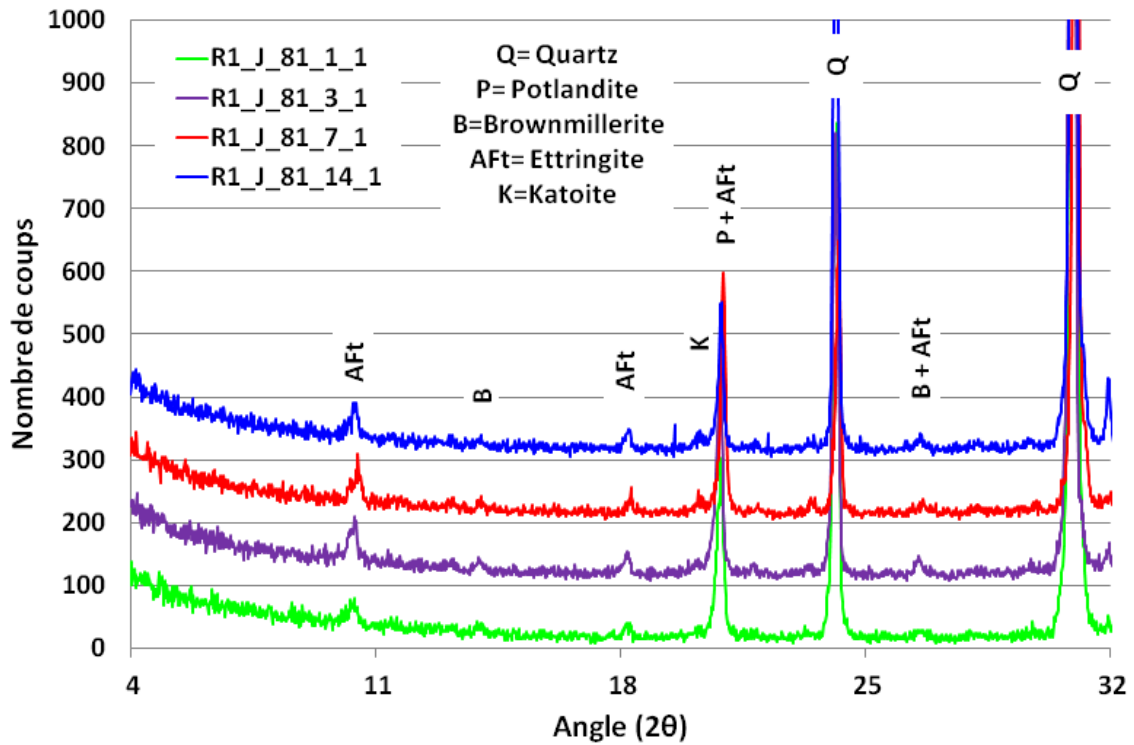


Figure 115 : Résultat de DRX pour le béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours

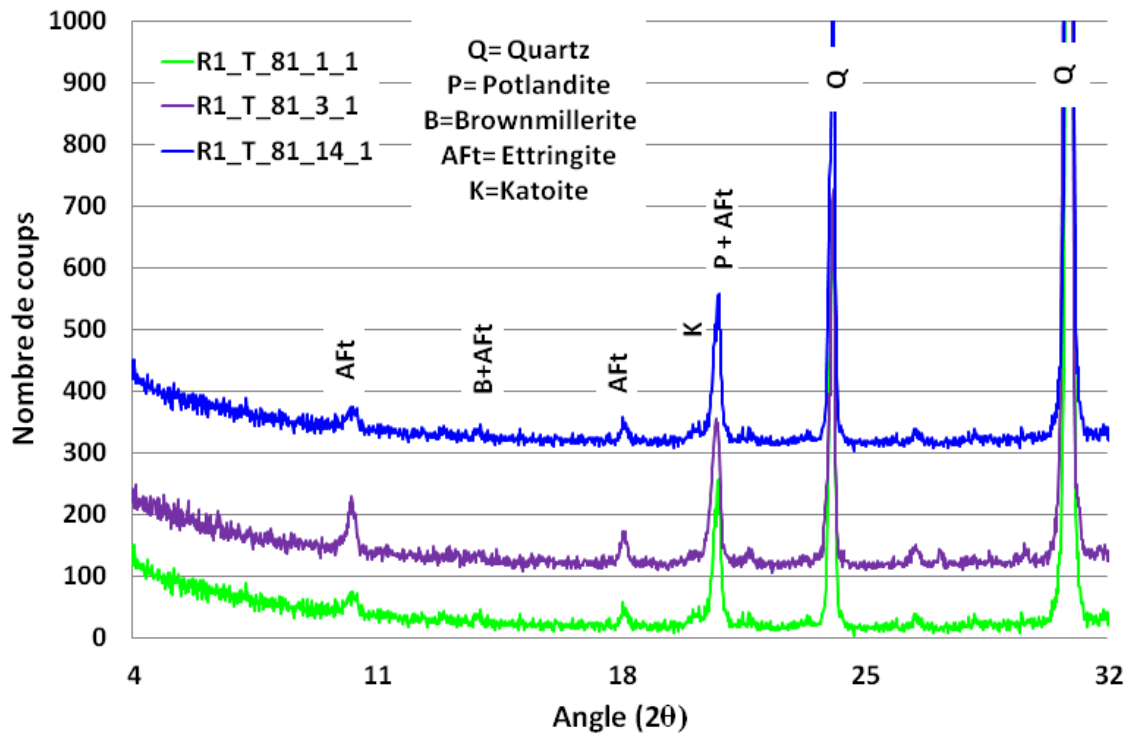


Figure 116 : Résultat de DRX pour le béton R1 traité tardivement à 81°C pendant 1, 3 et 14 jours

Le Quartz représente la phase dominante pour tous les échantillons testés, ceci est lié à la nature pétrographique des granulats. La Portlandite, l'ettringite (AFt) ont été détectées pour tous les cas analysés. On note aussi la présence de traces de Katoite (C_3AH_6) pour tous les cas

sauf le béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 1 et 3 jours. Il s'agit d'une forme de combinaison de l'aluminium appartenant à la catégorie des hydrogrenats, a priori stable dans toute la gamme de température rencontrée, ce qui est de nature à conforter l'explication de l'effet de pessimum par un piégeage des Al issus de la dissolution de l'ettringite dans des formes stables, au-delà d'une énergie thermique suffisante (cf. chapitre 4). Le monosulfoaluminate de calcium (AFm) n'a été observé dans aucun cas.

3.4 Suivi de fissuration

3.4.1 Evolution du schéma de fissuration

La [Figure 117] présente un exemple du suivi de la longueur de fissuration sur une face d'un prisme pour le cas R1_J_71_14 en comparaison avec les résultats d'expansion enregistrés. Cette figure montre l'existence d'une corrélation entre ces deux paramètres. En particulier l'apparition des premières fissures visibles à l'œil semble coïncider avec le point d'inflexion de la courbe d'expansion, point par ailleurs caractérisé par une chute importante du module d'Young [Al Shamaa 2013] et [Brunetaud 2005].

La suite des relevés de fissuration de tous les cas est reportée dans l'Annexe 5.

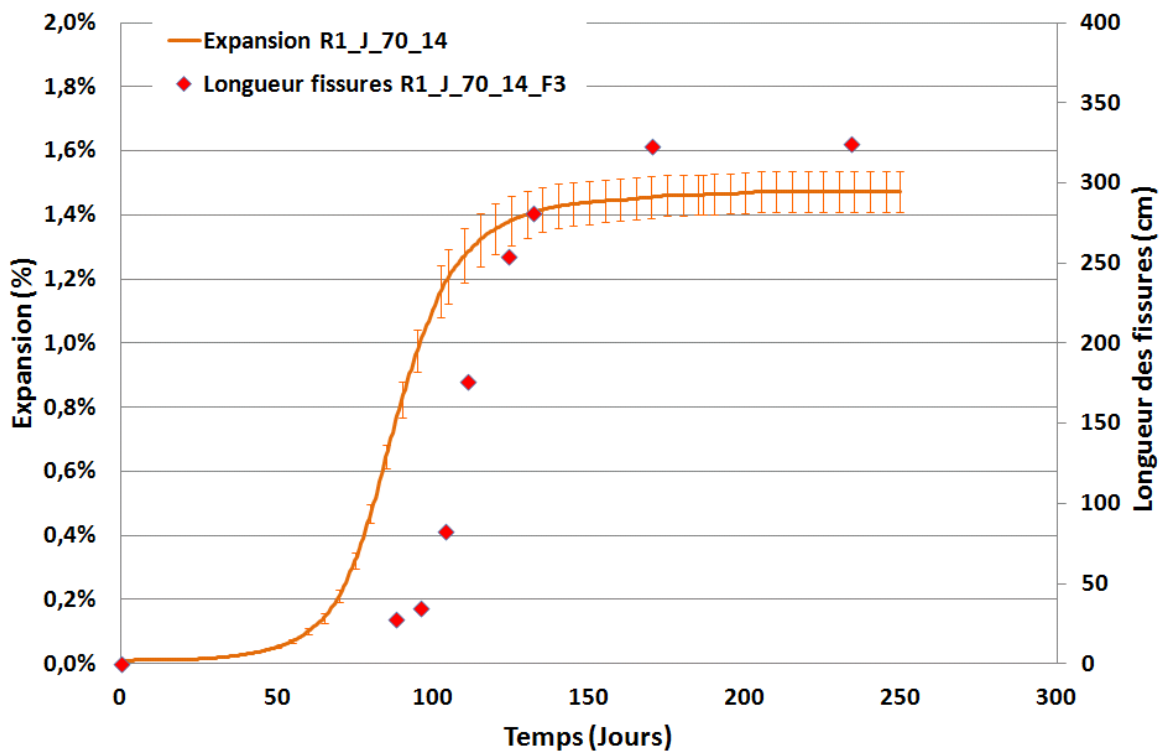


Figure 117 : Comparaison de l'évolution de la longueur des fissures avec les expansions enregistrées

3.4.2 Comparaison des états finaux suite aux traitements thermiques au jeune âge et tardif

La [Figure 118] présente une comparaison du réseau de fissuration des corps d'épreuve en béton R1 traités au jeune âge et tardivement à 81°C pendant 3 jours.

(a)



(b)



Figure 118 : Comparaison des relevés de fissures en fin d'expansion du béton R1 traité à 81°C pendant 3 jours (a) : au jeune âge ; (b) : après 100 jours

Ces observations ont montré l'existence d'une différence entre les conséquences, à l'échelle des prismes d'étude supposés représentatifs d'un comportement du matériau, des expansions liées à la RSI suite à un échauffement au jeune âge et tardif. Le béton R1 traité thermiquement au jeune âge à 81°C pendant 3 jours, a développé un réseau de fissures plus dense que le béton R1 traité tardivement suivant le même profil thermique. Il est aussi noté des

ouvertures de fissure relativement plus importantes dans le cas d'un traitement tardif que celui d'un traitement au jeune âge.

En outre, les éprouvettes traitées tardivement ont développé un réseau de fissures assez similaire et relativement bien réparti sur les quatre faces latérales du même prisme. Alors que pour un cas de traitement thermique au jeune âge, la face opposée à la face talochée a développé un réseau de fissures relativement bien réparti sur toute la surface, ce qui n'a pas été le cas pour les deux faces latérales [Figure 119], où le réseau de fissures apparaît moins dense à 2 cm de la face talochée (caractérisée également par un séchage plus important [Figure 119]). Cette observation pourrait être attribuée au fait que la face talochée est la plus touchée par la lixiviation des alcalins, c'est également celle qui a présenté une porosité plus élevée qu'au niveau du cœur suite à la phase de cure comme il a été montré dans la section 2.5.3. Cette observation est nettement plus marquée dans le cas des éprouvettes traitées à 71°C qu'à 81°C.

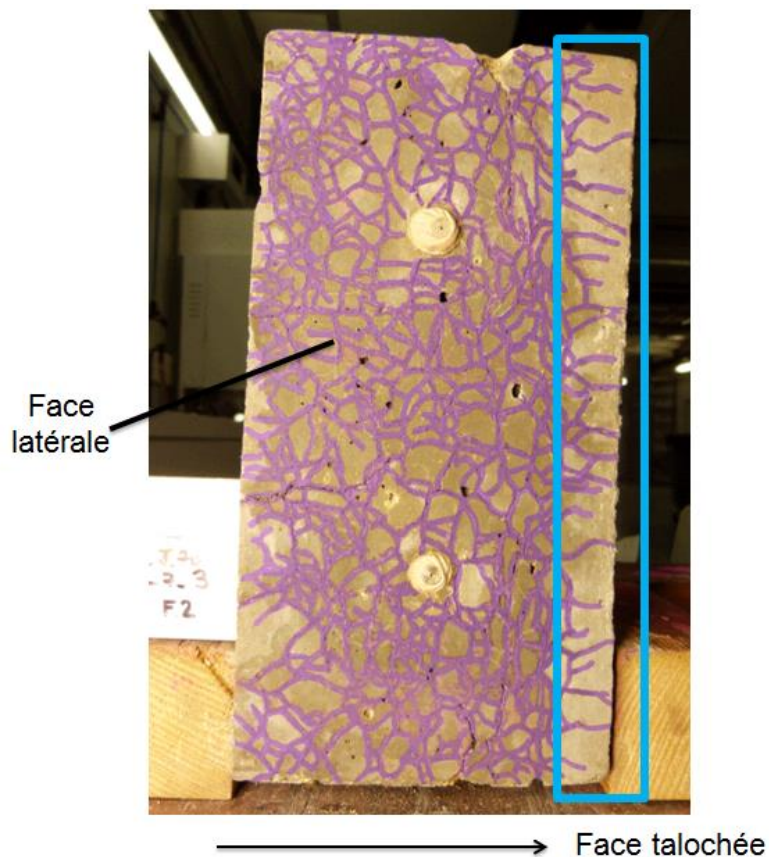


Figure 119 : Relevé de fissures de l'éprouvette R1_J_71_7 (face latérale)

Ce suivi « exploratoire » est qualitativement cohérent avec les résultats présentés en section 3.2, mais n'apporte pas de complément décisif aux interprétations. En particulier, on ne peut pas substituer l'analyse de la fissuration de surface à la donnée dimensionnelle intégrée que constitue l'expansion longitudinale.

3.5 Conclusion

Les résultats présentés dans ce chapitre fournissent d'ores et déjà plusieurs éléments de réponse importants à nos questions.

Vis-à-vis du mode de mise en évidence retenu dans nos travaux, une température seuil de déclenchement de la RSI située entre 61°C et 66°C a été identifiée pour le béton R1, et entre 61 et 81°C pour le béton R0. Il paraît en effet confirmé que pour de très faibles variations (quelques °C) d'une température de palier atteinte suffisamment longtemps, l'expansion dues à la RSI passe brutalement d'une non-réaction (moins de 0.02% à environ 2 ans) à des valeurs très significatives (typiquement entre 0.5% et 2%)

Un effet de pessimum a été mis en évidence vis-à-vis de la durée du palier d'échauffement pour les deux formules R1 et R0 traitées au jeune âge et tardivement.

Les éprouvettes R0 ont développé des expansions significatives (0.50% dans le cas R0_J_81_7 après 350 jours), ce qui montre que l'utilisation d'un ciment peu réactif n'est pas suffisante pour empêcher les gonflements dus à la RSI.

Il est aussi notable que les gonflements, dans le cas d'un échauffement tardif, ont un temps de latence plus court que dans le cas d'un échauffement au jeune âge.

Les éprouvettes en béton R1 traité au jeune âge et tardivement à 71°C, 81°C et suite au traitement thermique réaliste V_79 ont développé une prise de masse lors des premiers jours d'immersion dans l'eau à 38°C de l'ordre de 0.5%. Cette phase correspond au remplissage de la porosité initiale du béton. Suite à cette phase, la prise de masse augmente avec l'expansion enregistrée. La corrélation linéaire entre ces deux grandeurs (déformation et prise de masse) a montré, comme il a été mis en évidence dans la littérature [Martin 2010] [Barbarulo 2002], des pentes très comparables pour les différents cas de traitement thermique. Cette relation est souvent attribuée à un apport en eau lié à l'ouverture de nouvelles fissures suite à l'avancement des gonflements, et nos résultats ne mettent pas en défaut cette interprétation.

Une loi de calibration des paramètres d'expansion a été proposée, elle a permis de mieux synthétiser de façon quantitative l'information contenue dans l'ensemble des courbes d'expansion.

Les analyses par diffraction des rayons X ont mis en évidence l'existence de l'ettringite et l'absence de monosulfoaluminate dans les échantillons testés après stabilisation des expansions. Des traces de Katoite (C_3AH_6) ont été détectées pour le béton R1 traité tardivement à 81°C pendant 1, 3 et 14 jours, et pour le béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 7 et 14 jours, ce qui n'a pas été le cas suite au traitement au jeune âge à la même température pendant 1 et 3 jours. Cette observation est cohérente avec la possibilité d'interpréter l'effet de pessimum par substitution du silicium par l'aluminium dans la structure des CSH (cf. chapitre suivant).

Une corrélation qui lie l'expansion enregistrée et la longueur de fissuration développée a été mise en évidence. Ceci pourrait être utilisé sous forme d'un indice de fissuration [Fasseu & Michel 1997] simplifié (on ne fait en effet pas intervenir l'ouverture des fissures) souvent utilisé comme indicateur de l'état d'avancement des expansions des ouvrages in-situ. Néanmoins, le début des indices visibles intervient assez tardivement par rapport à l'initiation des gonflements détectés par un suivi dimensionnel, ce qui en limite l'intérêt.

Les observations à l'échelle du matériau ont montré une différence des conséquences (en termes de densité et d'ouvertures des fissures) entre le béton R1 traité au jeune âge et tardivement. Ceci devrait être pris en compte dans la discussion des mécanismes d'expansion suite aux échauffements.

L'ensemble de ces observations mérite une interprétation quantitative cohérente avec les mécanismes chimiques et mécaniques sous-jacents, qui sera détaillée au chapitre 4.

4 Interprétations

4.1 Introduction

L'étude bibliographique a montré que l'histoire thermique représente le paramètre clé pour le développement des expansions dues à la RSI. Dans leurs travaux, [Baghdadi 2008] et [Brunetaud 2005] ont montré qu'il faut considérer le couple température et durée d'échauffement lors de l'étude de la RSI. Pour quantifier les expansions en termes de cinétique et d'amplitude finale par la durée d'échauffement.

Le programme expérimental réalisé dans le cadre de cette thèse a permis de quantifier l'effet de plusieurs histoires thermiques appliquées au jeune âge et tardivement sur les caractéristiques des courbes d'expansions (cinétique et amplitude finale). Deux formules de béton utilisant des ciments de teneurs en sulfate, aluminat et alcalin différentes ont été étudiées dans l'objectif de quantifier les différences des comportements expansifs de deux matériaux différents vis-à-vis d'une histoire thermique similaire. Comme il a été précédemment présenté dans le chapitre 3, les résultats obtenus ont mis en évidence plusieurs éléments de réponse à nos objectifs.

Le présent chapitre s'efforce d'interpréter quantitativement l'ensemble des résultats décrits dans le chapitre 3 en faisant le lien avec les mécanismes chimiques et mécaniques supposés ou avérés. Dans un premier temps, les paramètres d'expansion, calés avec la loi proposée dans la section 3.2.7.2, sont confrontés aux histoires thermiques appliquées dans le but de mettre en évidence des relations liant les évolutions des expansions en fonction de la température et la durée d'échauffement. Par la suite, de la même manière que les expansions, les résultats de la caractérisation mécanique (module d'Young et résistance en compression) sont mis en relation avec les traitements thermiques afin de quantifier l'évolution des propriétés mécaniques suite aux différents traitements thermiques et sont confrontées aux expansions associées. Enfin, une modélisation des expansions obtenues (cinétique et expansion finale) est proposée en fonction de la composition chimique des ciments des bétons étudiés.

4.1.1 Histoire thermique

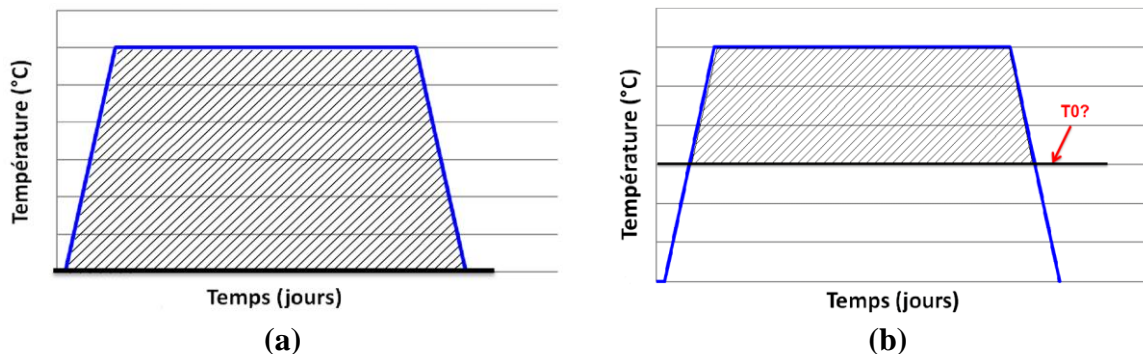
La nécessité de la prise en compte du couple température / durée d'échauffement, comme il a été montré par les résultats des suivis dimensionnels présentés dans la section 3.2, ainsi que les études de [Baghdadi 2008], [Brunetaud 2005] et [Martin et al. 2012], nous ont conduit à prendre en compte l'histoire thermique sous la forme d'une intégrale du profil de la température lors de la phase de cure. Ceci nous impose le choix d'une température seuil. Ainsi, l'histoire thermique a été prise en compte sous la forme suivante [Equation 19] :

$$\text{Energie thermique} = \begin{cases} \int (T(t) - T_0) dt & \text{Si } T(t) > T_0 \\ 0 & \text{Sinon} \end{cases} \quad 19$$

Cette intégrale [Equation 19] multipliée par la capacité calorifique des éprouvettes de béton, supposée constante, est homogène à l'énergie thermique fournie au système, si T_0 est la température ambiante supposée constante du laboratoire. Bien que cette capacité ne soit pas strictement constante au cours du temps, et d'un béton à l'autre, on parlera par abus de langage d'énergie thermique pour caractériser l'intégrale de l'histoire thermique sur la durée de traitement.

Dans un premier temps, on a considéré l'énergie thermique totale (ET), soit l'intégrale du profil de température fonction du temps lors de la phase de cure, lorsque la température est supérieure à 20°C [Figure 120-a], ce qui correspond à l'hypothèse que toute l'énergie fournie par le système est responsable du développement de la RSI.

Dans un second temps, on a considéré une énergie thermique appelée utile (EU), dans ce cas, on suppose que l'énergie thermique fournie au-delà d'une certaine température seuil est responsable des expansions dues à la RSI [Figure 120-b], et T_0 correspond à une température seuil associée à la déstabilisation de l'ettringite.



4.2 Effet de l'énergie thermique pour un traitement thermique appliqué au jeune âge sur les paramètres d'expansion

Dans cette partie, les paramètres d'expansion (expansion finale, temps de latence et temps caractéristique) sont confrontés aux énergies thermiques totale et utile, afin de quantifier l'effet de ces deux grandeurs sur l'évolution des paramètres d'expansion.

4.2.1 Effet de l'énergie thermique sur l'expansion finale

4.2.1.1 Béton R1

La [Figure 121] présente les résultats de calage (cf. chapitre 3) de l'expansion finale des cas traités thermiquement au jeune âge, en fonction de l'énergie thermique fournie lors de la phase de cure en calculant l'intégrale de la température en fonction du temps à partir de plusieurs températures seuils : 20, 50, 60, 61, 62, 63, 64 et 65°C.

Interprétations

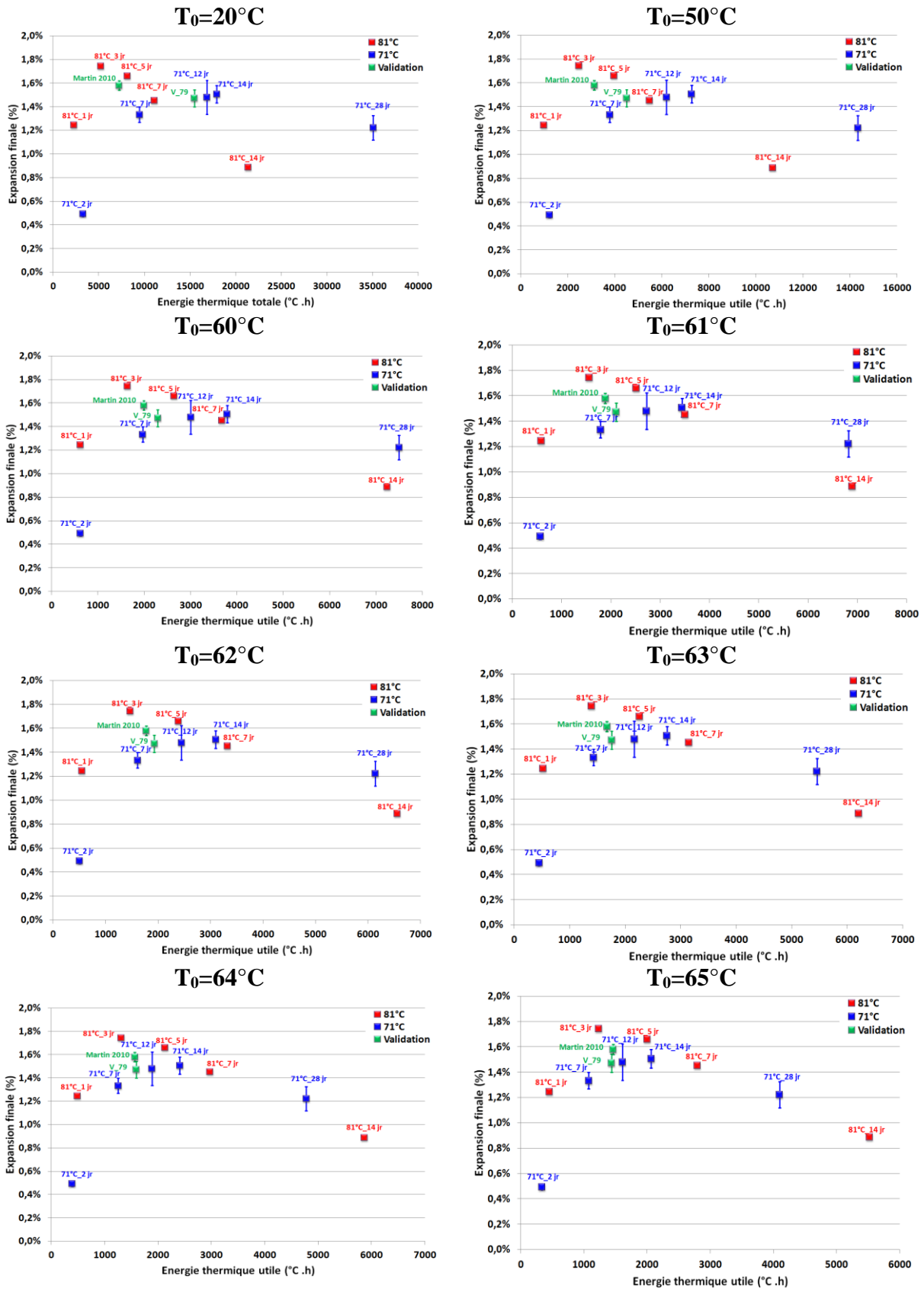


Figure 121 : Influence de l'intégrale du profil de température en fonction de temps lors de la phase de cure en prenant une température de référence de 20, 50, 61, 62, 63, 64 et 65 °C

Interprétations

Cette figure montre qu'il n'existe pas de corrélation évidente entre l'expansion infinie et l'énergie fournie à partir des températures seuil entre 20 à 63°C. Dans cet intervalle, l'EU augmente en fonction de la durée de maintien de la température au niveau du palier. Par conséquent, le couple température / durée d'échauffement ne peut être pris en compte entre 20 et 63°C dans le but de lier l'expansion finale à l'intégrale de courbe de cure thermique, et décrire l'effet de pessimum observé dans la section 3.2. En revanche une température seuil de 64 ou 65°C donne une corrélation qui paraît significative entre l'EU et l'expansion finale.

Dans la suite de ce document, afin de pouvoir analyser les résultats, la notion d'EU sera associée à une température seuil de 65°C [Figure 122]. Le choix de cette température seuil est appuyé par les données de la littérature [Scrivener et al. 1999].

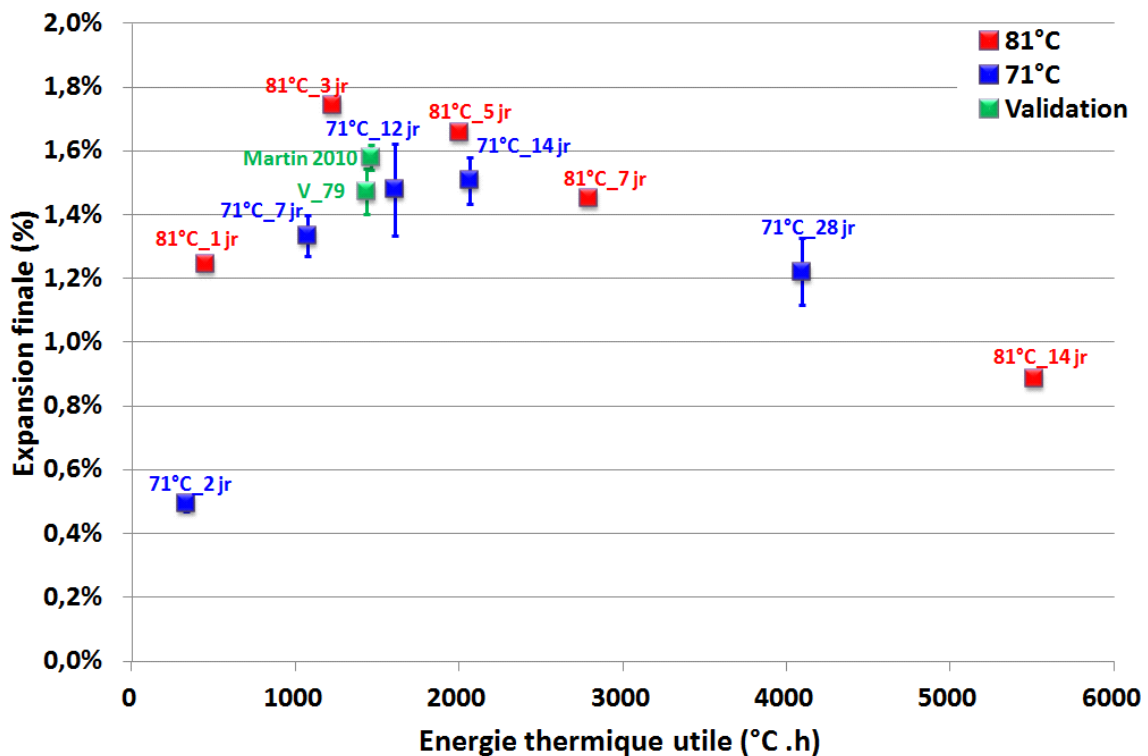


Figure 122 : Effet de l'énergie thermique utile sur l'expansion finale (béton R1)

La [Figure 122] présente l'expansion finale en fonction de l'EU avec une température seuil de 65°C. Cette figure tend à montrer que les résultats expérimentaux s'alignent sur une courbe maîtresse liant l'expansion asymptotique et l'EU. L'expansion augmente en fonction de l'EU jusqu'à une valeur de pessimum située à une valeur EU comprise entre 1500°C.h et 2000°C.h, à partir de laquelle les expansions diminuent.

A partir de cette figure, on peut distinguer trois domaines :

- Pré-pessimum $EU < \sim 2000^{\circ}\text{C.h}$: Cette gamme est caractérisée par une augmentation des expansions finales en fonction de l'EU. La précipitation de l'ettringite dans cette zone dépendrait de la quantité de sulfates et d'aluminium disponibles suite au traitement thermique. Dans ce cas, la quantité d'ettringite augmente avec la formation de la phase CASH au jeune âge, ce qui se traduit par la suite par une augmentation de l'expansion finale.

- Pessimum $EU \sim 2000^{\circ}\text{C.h}$: Cette valeur conduit à une expansion finale maximale, elle correspondrait à la disponibilité de sulfates et d'aluminates dans un rapport Al/S de l'ordre de 2/3 donnant une précipitation maximale de l'ettringite, d'où une expansion finale maximale.
- Post-pessimum $EU > \sim 2000^{\circ}\text{C.h}$: Dans cette zone la précipitation de l'ettringite serait limitée par la non disponibilité d'une quantité suffisante d'aluminium (piégés dans les CASH) afin de réagir avec tous les sulfates disponibles. Dans ce cas, la quantité d'ettringite formée diminue en fonction de l'EU et ainsi l'expansion finale diminue.

Ainsi, avant le pessimum, l'effet principal serait la déstabilisation de l'ettringite, selon un mécanisme susceptible d'être thermoactivé au-delà d'une certaine barrière énergétique, et d'obéir à une loi de type Arrhenius [Pourchez et al. 2006], et le gonflement final dépend directement de la quantité de sulfates rendus réactifs. Le pessimum peut être lié, comme il a été présenté dans l'étude bibliographique [Famy et al. 2002] [Hôpital 2014], au phénomène de substitution du silicium (Si^{4+}) présent dans les CSH par l'aluminium (Al^{3+}). Selon [Famy et al. 2002] la différence de charge est probablement équilibrée par un proton H^+ , afin de former une nouvelle phase CASH. Ce phénomène peut conduire à une diminution du rapport Al/S qui pilote la précipitation de l'ettringite. Cette hypothèse a été utilisée par [Salgues 2013], dans le cadre de son modèle physico-chimique afin de décrire le pessimum observé par [Brunetaud 2005], et d'expliquer l'apparition des expansions dues à la RSI pour le ciment PM ES de l'étude de [Martin 2010].

4.2.1.2 Béton R0

Le ciment utilisé dans le béton R0, a des teneurs en sulfates, aluminates et alcalins, respectivement de 2,61%, 3,33% et 0,44% en pourcentage massique de ciment. Ces teneurs sont inférieures aux seuils proposés par les recommandations [Kretz et al. 2007]. Cependant, les éprouvettes en béton R0 traitées à 81°C pendant 3 et 7 jours et suite au traitement thermique de validation (V_79, température de pointe de 79°C) ont développé des expansions de l'ordre de 0,55%. Ceci montre que l'utilisation d'un ciment réputé peu réactif n'est pas suffisante pour empêcher les expansions dues à la RSI, si l'échauffement est suffisamment important.

De la même manière que le béton R1, les expansions asymptotiques issues du calage du modèle proposé en section 3.2.7.2 pour le béton R0 ont été comparées à l'EU [Figure 123].

Interprétations

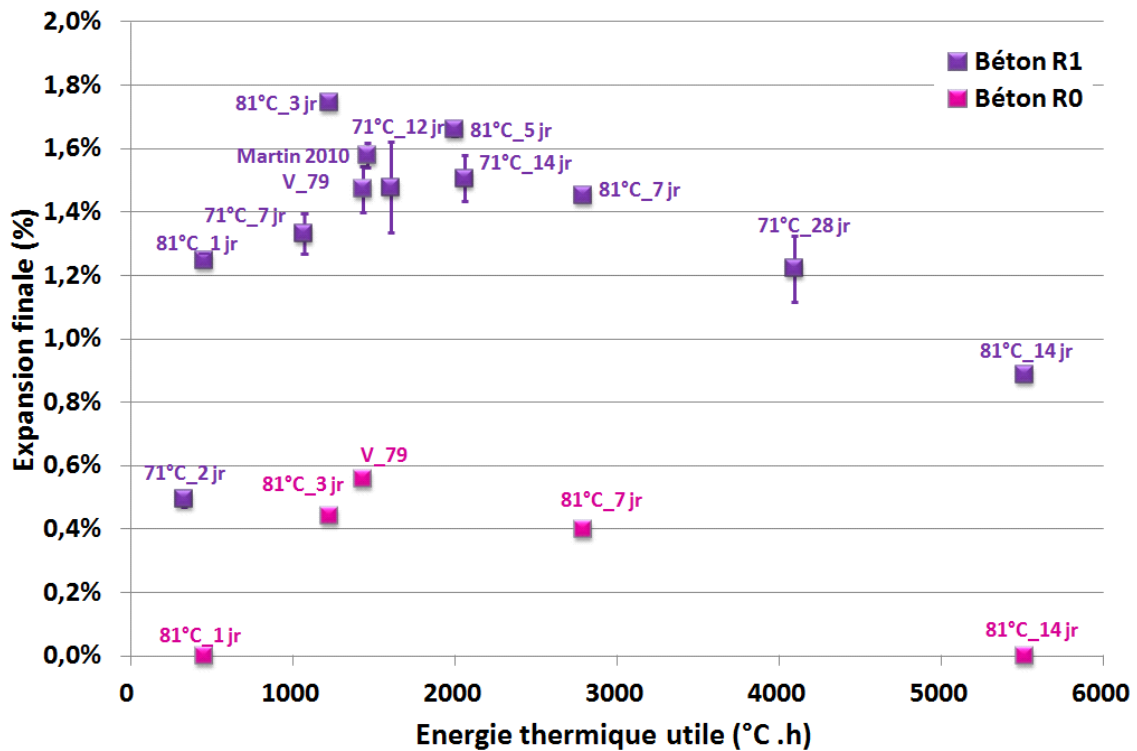


Figure 123 : Effet de l'énergie thermique utile sur l'expansion finale (Béton R0 et R1)

Comme observé pour le béton R1, les expansions finales de éprouvettes en béton R0 augmentent avec l'EU jusqu'à une valeur de EU située entre 1500 et 2000°C.h à partir de laquelle les expansions diminuent. Ceci montre que :

- Pour une énergie thermique utile entre 0 et 450°C.h (correspondant au traitement thermique à 81°C pendant 1 jour ayant développé un déclenchement d'expansion après environ 350 jours) la formation de la phase CASH donnerait des concentrations en aluminium suffisantes à long terme afin de réagir avec les sulfates pour ne former que de l'AFm qui ne présente pas de caractère expansif, ou de l'AFm avec une quantité faible d'AFt pas suffisante pour générer des expansions, d'où l'absence des expansions entre 0 et au moins 450°C.
- Pour EU entre 450°C et 1500°C.h : l'expansion finale augmente avec l'EU, ceci pourrait être attribué au fait que la formation de CASH offre un rapport Al/S suffisant pour former de l'ettringite avec un caractère expansif. L'expansion maximale atteinte est de l'ordre de 0,55% (cas V_79) nettement plus faible que dans le cas du béton R1 vu que la quantité d'AFt susceptible d'être formée est plus faible dans le cas du béton R0.
- Pour EU entre 1500°C et au plus 5500°C.h (correspondant au cas du traitement thermique à 81°C pendant 14 jours) : l'expansion finale diminue, ce qui peut être expliqué par la diminution de la quantité d'AFt formée liée à la diminution de la concentration de l'aluminium. Dans cet intervalle d'EU, l'ettringite est thermodynamiquement plus stable, mais précipite en faible quantité par manque d'aluminium. Ceci pourrait expliquer la diminution du potentiel d'expansion finale, jusqu'à atteindre une valeur nulle.

- Pour EU supérieure à 5500°C.h : l'expansion finale est nulle au-delà de cette EU, ceci pourrait être lié à la mobilisation de tout l'aluminium dans les CASH. Dans ce cas ni AFt ni AFm ne pourraient précipiter, ce qui explique l'absence des expansions.

Le phénomène de substitution de Si par Al pourrait expliquer également l'apparition des expansions pour le béton R0. L'augmentation de la formation de la phase CASH en fonction de l'énergie thermique fournie, pourrait induire une diminution de la concentration d'aluminium disponible à long terme afin de réagir avec les sulfates désorbés des CSH (phénomène réversible selon [Divet & Randriambololona 1998]). Comme il a été proposé par [Salgues 2013], cette diminution de la concentration de l'aluminium pourrait conduire à un rapport Al/S proche de 2/3. Dans ce cas l'AFt constitue la phase thermodynamiquement la plus stable, engendrant par la suite des expansions, avec une amplitude plus faible que le béton R1 vu que la quantité l'AFt susceptible d'être formée est plus importante dans le béton R1 que le béton R0.

Il est ainsi noté une évolution similaire des expansions des deux formules R1 et R0 en fonction de l'EU. Cependant, étant donné que les éprouvettes en béton R0 traitées thermiquement à 81°C pendant 1 et 14 jours n'ont pas développé, à ce jour, d'expansion significative, respectivement après une durée de conservation de 400 et 350 jours, l'interprétation de la même allure de l'expansion finale des bétons R1 et R0 doit être prise avec précaution.

En outre, on note que, contrairement au cas du béton R1, l'expansion finale pour les éprouvettes en béton R0 ayant subi le traitement de validation est supérieur à celle développée lors d'un traitement thermique à 81°C pendant 3 jours. Ceci montre que l'effet de pessimum lié à l'expansion finale pourrait ne pas se produire exactement pour la même valeur de EU pour les bétons R1 et R0. Ceci pourrait être lié à la différence des teneurs en alcalins dans les deux bétons, cette teneur en alcalins influence la température seuil de déclenchement de la RSI comme il a été montré par [Brunetaud 2005]. Par conséquent, il est possible que pour le béton R0, la température seuil soit supérieure à 65°C vu qu'il présente une teneur en alcalins plus faible.

A partir de ces résultats, l'utilisation d'un ciment avec une faible teneur en sulfates (inférieure au seuil annoncé par les recommandations [Kretz et al 2007]) n'est pas une condition suffisante pour limiter le développement des expansions dues à la RSI. Le caractère expansif de ce type de ciment bien que moindre à cause de la moindre quantité de sulfates disponible, semble apparaître dans un intervalle de EU ayant une limite inférieure pilotée par la présence d'une quantité suffisante d'aluminium afin de réagir avec les sulfates pour former de l'ettringite expansive, et une limite supérieure qui dépend de la non disponibilité d'une ressource d'aluminium causée par la substitution de tout l'aluminium ; au-delà de cette limite supérieure, ni l'AFm ni l'AFt ne peut se former.

4.2.1.3 Résultats de la littérature

Les résultats des études précédentes [Baghdadi 2008] et [Brunetaud 2005] ont été mis en relation avec l'EU afin d'évaluer la corrélation mise en évidence sur d'autres types de bétons [Figure 124]. Il s'agit en particulier des résultats de l'expansion finale de l'étude de [Brunetaud 2005] sur des bétons de rapport E/C égal à 0,48, utilisant un ciment CEM I, des granulats siliceux avec une teneur d'alcalins équivalents de 0,5, 0,75 et 1% sont représentés sur la [Figure 124]. Les traitements thermiques appliqués sont : 65°C et 85°C pendant 2h, 6h, 2 jours et 10 jours.

Interprétations

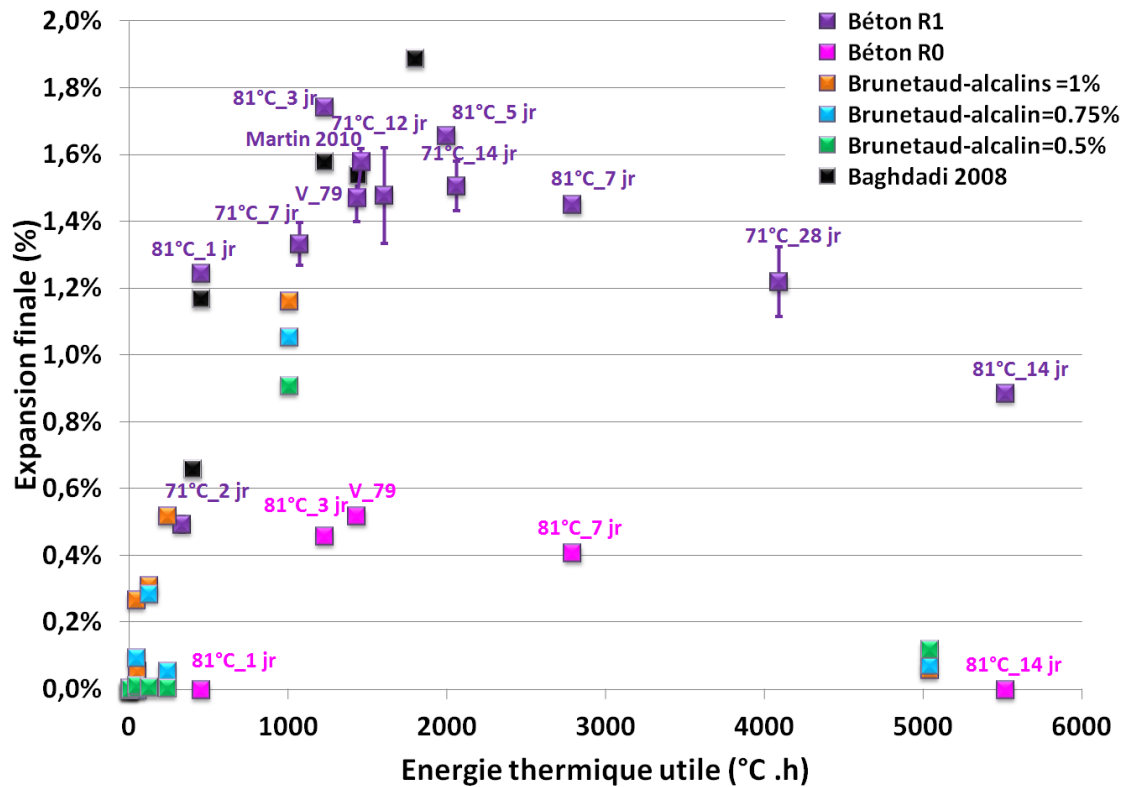


Figure 124 : Résultats de littérature en lien avec EU

Cette figure montre que pour les études de [Brunetaud 2005] et [Baghdadi 2008], les résultats de l'expansion finale peuvent être liés à l'EU de façon similaire.

Concernant les résultats de [Brunetaud 2005], on note comme il a été montré pour le béton R0, l'existence d'une énergie thermique seuil à partir de laquelle l'expansion se développe, ceci est dû au fait que, quand la teneur en alcalins diminue, la température seuil de déclenchement de la RSI est plus élevée [Brunetaud 2005]. Dans ce genre de situation, deux configurations sont possibles, soit garder la même température seuil et raisonner en termes d'énergie thermique utile seuil à partir de laquelle les expansions se développent, soit mettre la température seuil de l' [Equation 20)] variable en fonction de la teneur en alcalins. La [Figure 125] présente une proposition de dépendance de la température seuil à la teneur en alcalins d'une manière à mettre les résultats de [Bruentaud 2005] sur le même nuage de points.

$$T_0 = 65 \times (\text{teneurs en alcalins}(\%))^{-0.1}$$

20

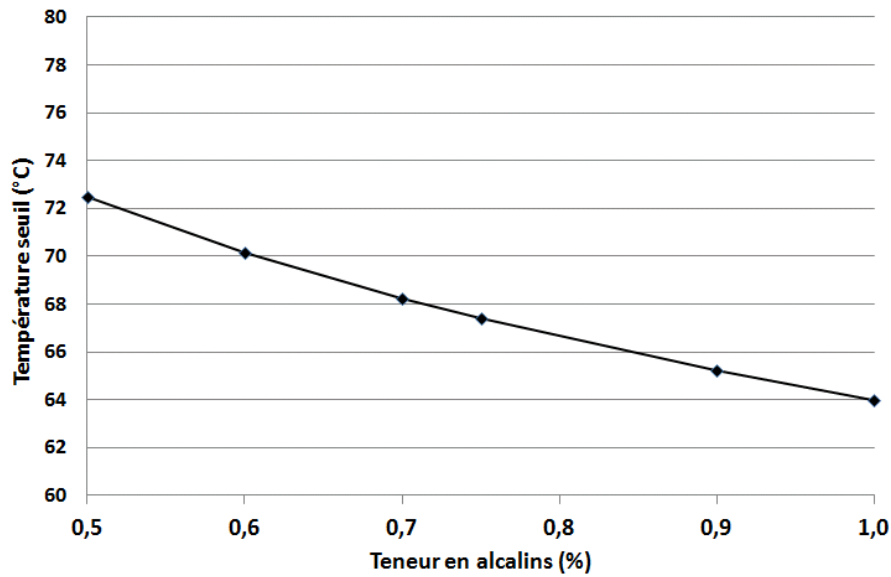


Figure 125 : Influence de la teneur en alcalins sur la température seuil]

Dans ce cas, tous les résultats d'expansions finales des trois bétons, étudiés par [Brunetaud 2005], ayant des teneurs en alcalins différentes se mettent sur le même nuage de points [Figure 126] (Contrairement à la [Figure 124], on note également dans cette configuration l'absence d'énergie thermique utile seuil à partir de laquelle les expansions se développent).

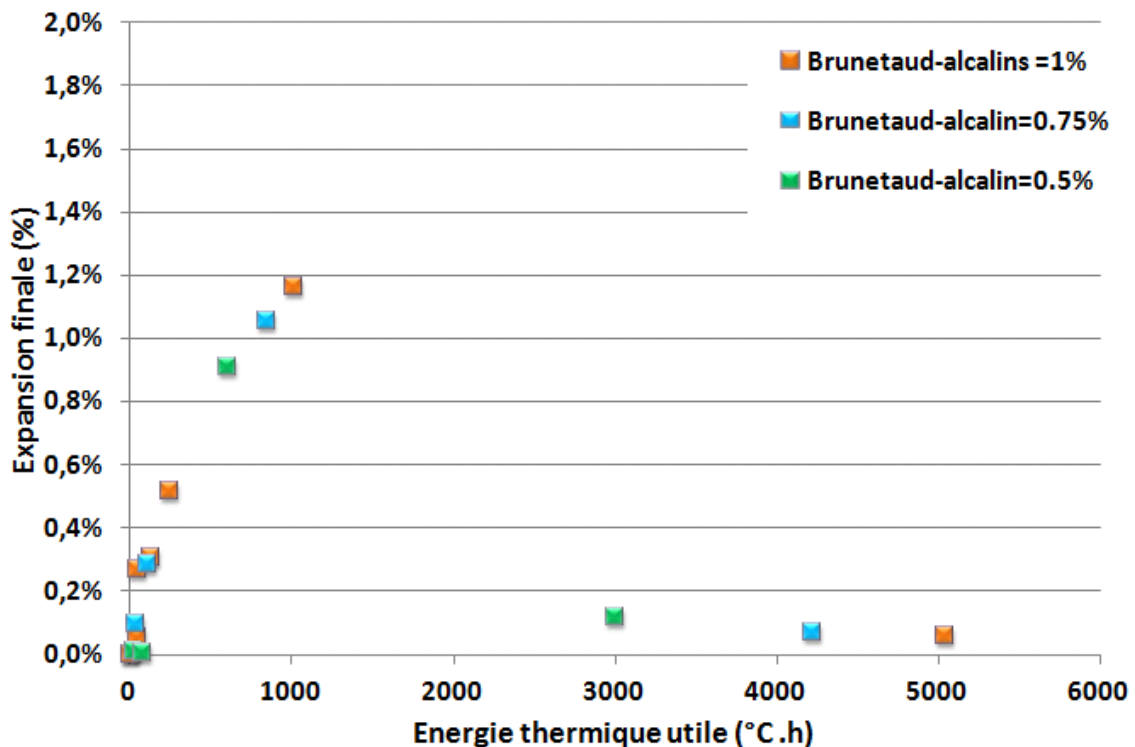


Figure 126 : Expansion finale en fonction de l'énergie thermique utile (résultats de [Brunetaud 2005])

4.2.2 Effet de l'énergie thermique sur le temps de latence

4.2.2.1 Béton R1

Dans cette partie, les temps de latence déterminés à partir des courbes d'expansion sont tracés en fonction de l'ET et l'EU.

La [Figure 127] présente l'évolution du temps de latence des courbes d'expansion des éprouvettes en béton R1, ayant subi différentes histoires thermiques, en fonction de l'ET. Cette figure montre que, pour une même température de cure thermique, le temps de latence diminue en fonction de l'EU. En outre, les temps de latence des traitements thermiques appliqués à 81°C sont plus courts que les traitements à 71°C. Ceci peut être lié à la quantité de sulfates adsorbés dans les CSH qui est plus importante à 81°C qu'à 71°C [Divet & Randriambololona 1998] pour une même durée de maintien de la température. Ainsi lors de la phase de vieillissement, les éprouvettes traitées à 81°C présenteraient un produit d'activité de l'ettringite plus faible que dans le cas d'un traitement thermique à 71°C. Par conséquent, le rapport entre le produit d'activité et le produit de solubilité de l'ettringite (constant dans notre cas vu que les éprouvettes ont été conservées à la même température 38°C), serait plus élevé suite à un traitement à 81°C qu'à 71°C pour une même durée de maintien, ainsi que pour une même température de traitement thermique quand la durée de chauffe est plus longue. Par conséquent, la cristallisation de l'Aft serait plus rapide dans le cas des traitements thermiques à 81°C, causant un développement des expansions plus rapides.

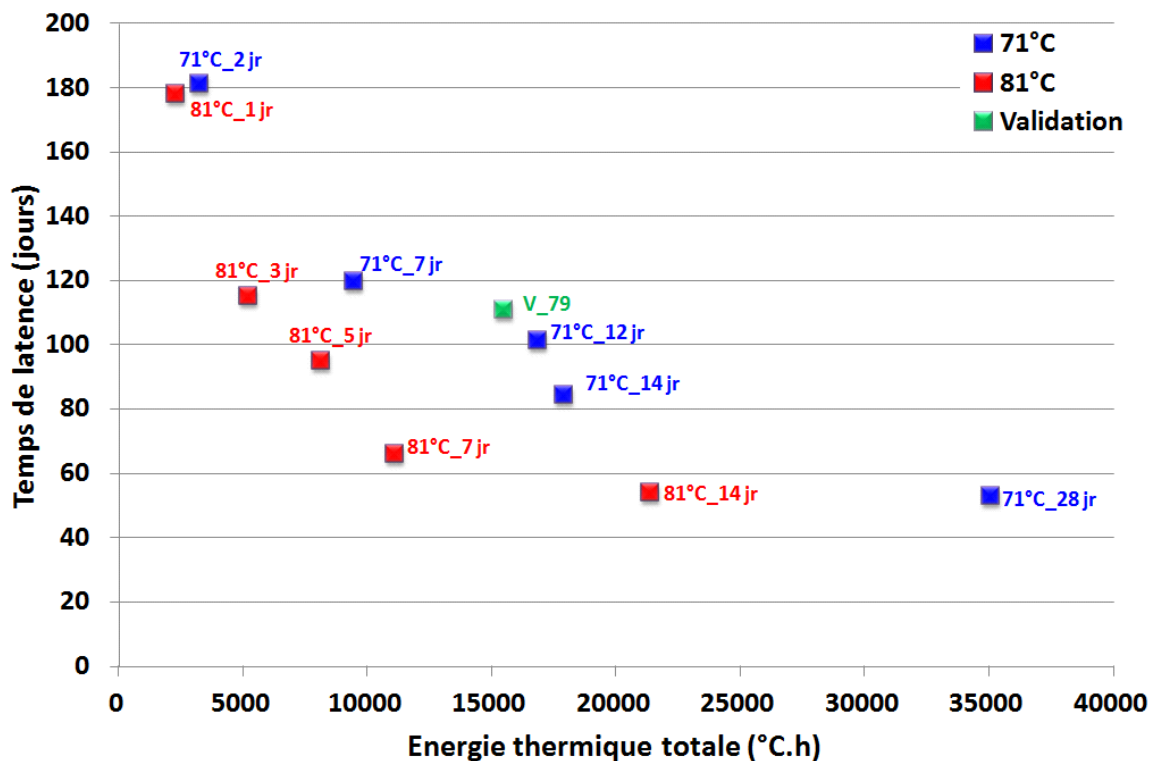


Figure 127 : Effet de l'énergie thermique totale sur le temps de latence

La [Figure 128] illustre l'évolution du temps de latence en fonction de l'EU. Cette figure tend à confirmer l'existence d'une courbe maîtresse qui lie le temps de latence à l'EU. Ainsi, τ_L diminue en fonction de l'EU jusqu'à une durée d'environ 55 jours. Ceci montre que l'effet

des traitements thermiques à 71°C et 81°C pendant plusieurs durées sur les cinétiques d'expansion pourrait être lié directement à l'énergie thermique utile.

On note que le temps de latence semble atteindre une valeur constante pour les EU élevées entre 4000 et 5500°C.h. Ceci pourrait être lié au fait que l'état de la microstructure n'évolue plus à partir d'une certaine EU. Par contre, il serait plus logique que le temps de latence augmente pour les EU au-delà de 5500°C.h, vu que la réserve en aluminium capable de réagir avec les sulfates serait faible à cause de la formation de CASH en quantité importante. Cette observation pourrait être confirmée par le cas du béton R0 (section suivante).

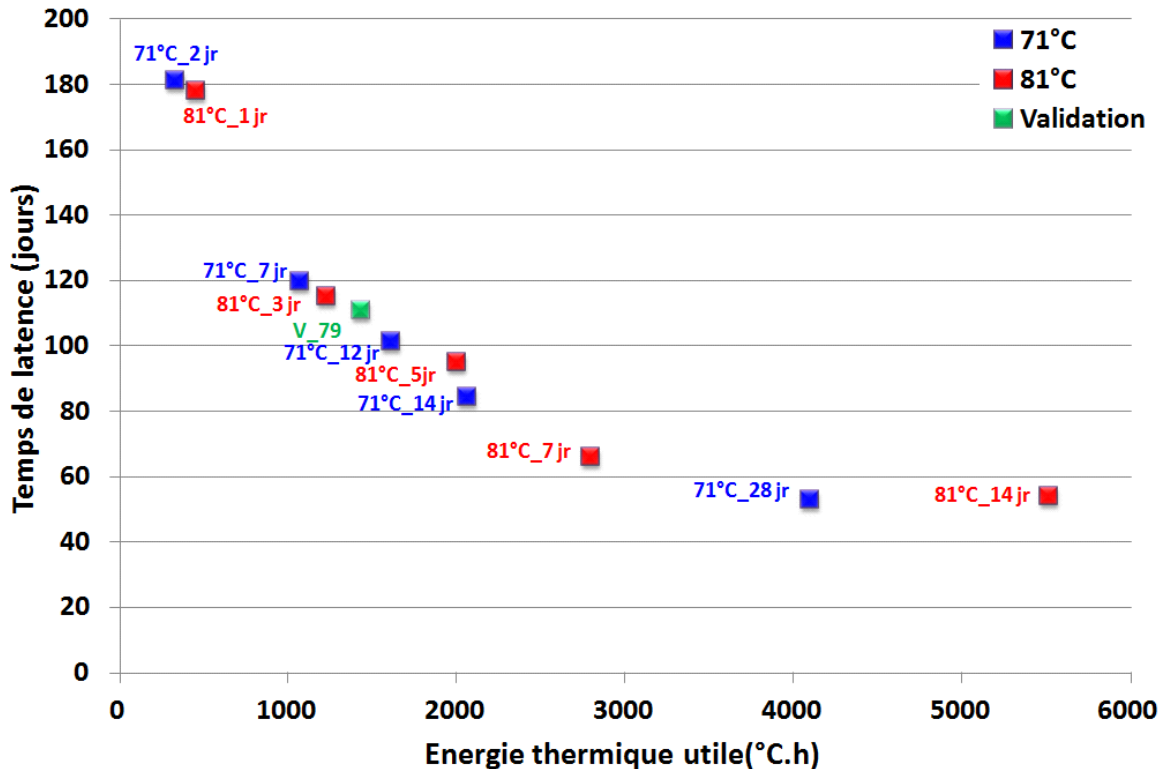


Figure 128 : Effet de l'énergie thermique utile sur le temps de latence

4.2.2.2 Béton R0

La [Figure 129] montre une comparaison entre les temps de latence obtenus pour les bétons R1 et R0 en fonction de l'EU. Le temps de latence semble ne pas être influencé par le type de béton étudié. Par contre, on note un temps de latence plus long dans le cas V_79 que pour 81°C_3 jours. Ceci tendrait à confirmer que pour ce béton caractérisé par une teneur en alcalins plus faible par rapport au béton R1, la température seuil est plus élevée que 65°C. En prenant en effet, une température seuil plus élevée que 65°C, l'énergie thermique utile correspondant au cas V_79 serait plus faible que le cas 81°C_3 jours ; ainsi pour le béton R0, le temps de latence diminue entre V_79 et 81°C_7 jours. Vu la difficulté de lier la température seuil à la teneur en alcalins, l'expression des paramètres d'expansions du béton R0 ont été confrontés à l'EU avec 65°C (comme le béton R1), mais il faut garder à l'esprit une possible permutation des EU des cas V_79 et 81°C_3 jours.

Interprétations

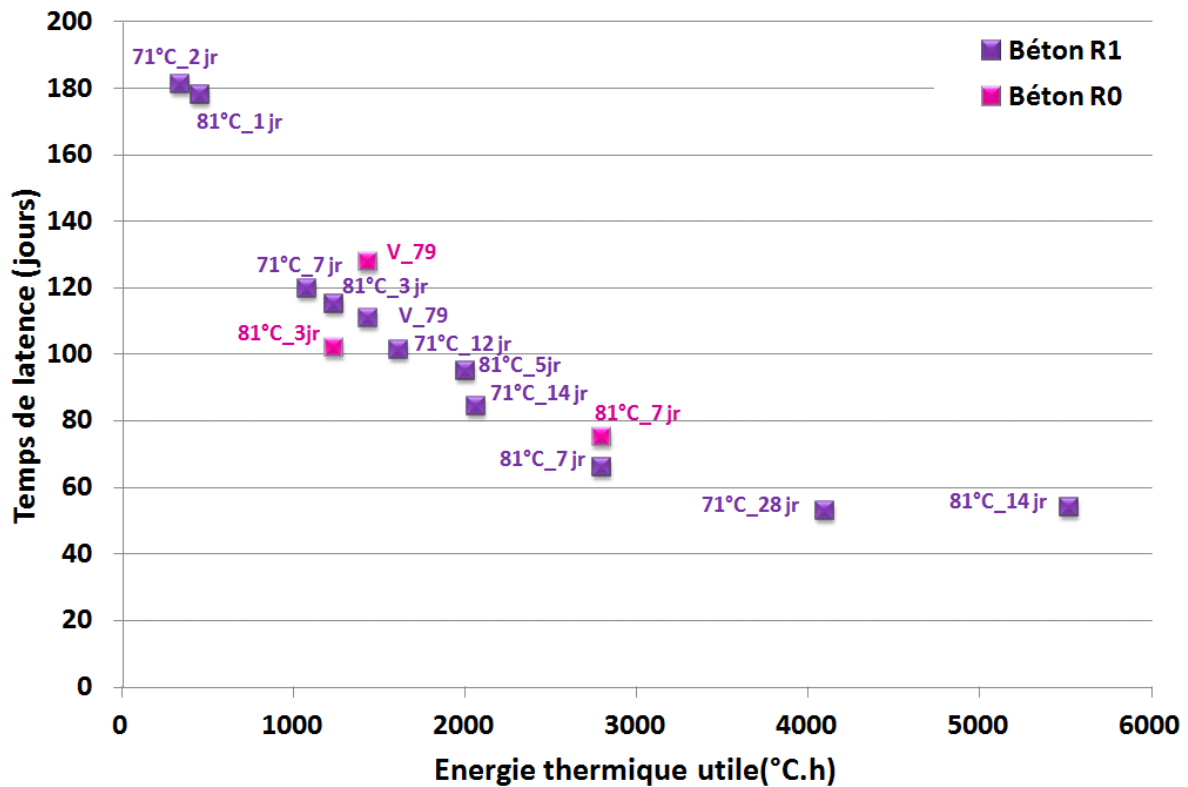


Figure 129 : Effet de l'énergie thermique utile sur le temps de latence (bétons R0 et R1)

D'après ce que l'on peut comprendre du mécanisme de RSI, le temps de latence est un paramètre susceptible de dépendre de la composition minéralogique du ciment, des propriétés mécaniques et des conditions de transfert (porosité entre autres).

Le premier paramètre est lié à la quantité de réactifs disponibles pour former l'ettringite dans le béton durci. La sursaturation de l'AFt dépend en effet surtout des teneurs en sulfate et aluminium présentes dans la matrice cimentaire, sous forme de SO_4^{2-} et $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ adsorbés physiquement dans les CSH dans le but d'équilibrer la charge surfacique, pouvant participer à la cristallisation de l'AFt. Ces teneurs en sulfates et aluminium disponibles à long terme dépendent de l'histoire thermique appliquée au jeune âge. Ainsi la quantité d'AFt déstabilisée à court terme (lors de la phase de cure) augmente avec l'énergie thermique fournie. Par conséquent, les concentrations en sulfates et aluminium (dues à la déstabilisation de l'AFt) dans la solution interstitielle, engendrant par la suite une élévation des quantités adsorbées dans les CSH (SO_4^{2-} et $\text{Al}(\text{OH})_4^-$) adsorbés dans les CSH, augmentent avec la concentration de ces deux espèces [Divet & Randriambololona 1998] [Chen 2007].

Le deuxième paramètre est lié à la capacité du matériau à résister aux pressions de cristallisation causées par la formation de l'AFt, à travers la résistance en compression et le module d'Young.

Le dernier facteur est lié aux conditions de transfert ionique dans la matrice poreuse afin de former l'AFt. Ce facteur dépend en grande partie de la porosité du matériau. Celle-ci joue un double rôle en termes de cinétique des expansions. Ainsi, une porosité élevée permet de favoriser les conditions de transfert ionique pour des degrés de saturation suffisants, ce qui permet d'accélérer la vitesse de cristallisation de l'AFt. Par contre, elle pourrait retarder l'apparition des expansions à cause de la nécessité d'une quantité d'AFt plus élevée afin de remplir la porosité initiale, et ainsi atténuer l'expansion finale.

Interprétations

Comme les deux bétons (R1 et R0) ont développé des propriétés mécaniques (module d'Young et résistance en compression), ainsi que des porosités assez similaires, suite à une même histoire thermique appliquée au jeune âge (sections 2.4.2 et 2.5.2), l'effet des deux derniers paramètres sera difficilement mis en évidence avec nos résultats, et le temps de latence des deux bétons R1 et R0 dépendra seulement de la composition chimique des deux bétons. Le [Tableau 29] présente une comparaison des éléments contribuant à la formation de l'AFt (sulfates, aluminates) ainsi que des teneurs en alcalins influençant sa stabilité.

Tableau 29 : Comparaison des teneurs en sulfates, aluminates et alcalins (en pourcentage massique de ciment) des deux ciments : CEM_A (béton R1) ; CEM_B (Béton R0)

	SO ₃ (%)	C ₃ A (%)	C ₄ AF (%)	Na ₂ O _{eq} (%)
CEM_A	3,46	4,97	11,54	1,00
CEM_B	2,61	2,35	11,63	0,44

Pour une même histoire thermique appliquée, les réactifs en sulfates et aluminates qui pourraient être mobilisés à court terme seraient plus élevées pour le béton R1 que le béton R0, vu les teneurs initiales élevées de ces deux éléments dans le béton R1, en plus de la teneur en alcalins élevée pour le béton R1 qui déstabilise davantage l'ettringite. Ainsi la concentration en sulfates et aluminates augmente dans la solution interstitielle au début du traitement thermique. L'élévation des concentrations favorise l'adsorption de sulfates et aluminates dans les CSH dans le béton R1 comme dans le béton R0, mais en moindre quantité pour ce dernier [Barbarulo 2002]. Par conséquent, après refroidissement, la cinétique de cristallisation de l'AFt serait plus rapide dans le cas du béton R1, donc on s'attendrait à une cinétique d'application des pressions de cristallisation plus rapide pour ce béton ainsi qu'un temps de latence plus court.

Néanmoins, la [Figure 129] montre que, pour une même histoire thermique appliquée au jeune âge, les temps de latence sont relativement comparables entre ces deux types de bétons. Ceci pourrait être expliqué par la faible teneur en alcalins dans le cas du béton R0, sachant que comme il a été présenté dans la section 1.2.2, l'ettringite est plus stable quand la teneur en alcalins diminue. A partir de ceci, une teneur en alcalins équivalente de 0,44% pour le béton R0, contre 1% pour le béton R1, accélère la cristallisation de l'AFt (lors de la phase de vieillissement), et par la suite, l'application des pressions de cristallisation.

Cette différence de teneurs en alcalins semble être responsable du fait que les temps de latence des bétons R1 et R0 se situe dans le même nuage de points.

Cependant, un début d'expansion des éprouvettes en béton R0 traitées à 81°C pendant 1 et 14 jours a été noté tardivement, respectivement après environ 380 jours et 350 jours de conservation. Ceci montre que, pour le cas R0_J_81_14, le temps de latence serait supérieur à 350 jours, et supérieur à 380 jours pour le cas R0_J_81_1. Dans l'attente de résultats quantitatifs confirmés pour ces deux cas de réaction lente, on peut néanmoins présumer qu'en intégrant ces cas d'EU faibles ou très élevées, le temps de latence évolue sous forme de cloche « inversée » [Figure 130].

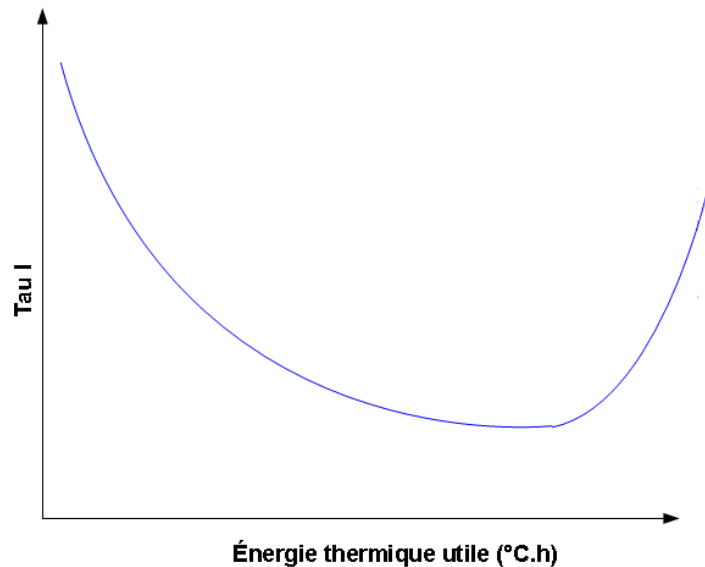


Figure 130 : Allure de l'évolution du temps de latence en fonction de l'énergie thermique utile

On peut enfin ajouter que le temps de latence est conditionné par la limite des réactifs disponibles pour former l'ettringite dans le cas du béton R0, alors qu'il dépend plus probablement de l'endommagement du matériau pour le béton R1 [Brunetaud 2005].

4.2.2.3 Résultats de la littérature

Les résultats de l'étude de [Baghdadi 2008] et [Martin 2010] ont été liés à l'EU, et confrontés aux résultats de cette étude [Figure 131].

Tous les points de l'étude de [Baghdadi 2008] se placent sur le même nuage de points que celui de notre étude, le béton étudié lors de son étude était similaire au béton R1, avec comme seule différence le rapport E/C (=0,5 dans l'étude de [Baghdadi 2008]).

Le résultat de l'étude de [Martin 2010] se situe aussi dans le même nuage de points, le béton étudié étant le même que le béton R1.

Cette figure confirme l'intérêt de mettre en relation le temps de latence et l'EU.

Les résultats de temps de latence de l'étude de [Brunetaud 2005] n'ont pas été placés sur le même diagramme, vu que lors de son étude les éprouvettes ont subi des cycles de séchage et d'humidification après la fin de la cure thermique. Ces cycles auront probablement une influence sur la cinétique d'expansion ce qui ne permet pas de confronter avec les résultats.

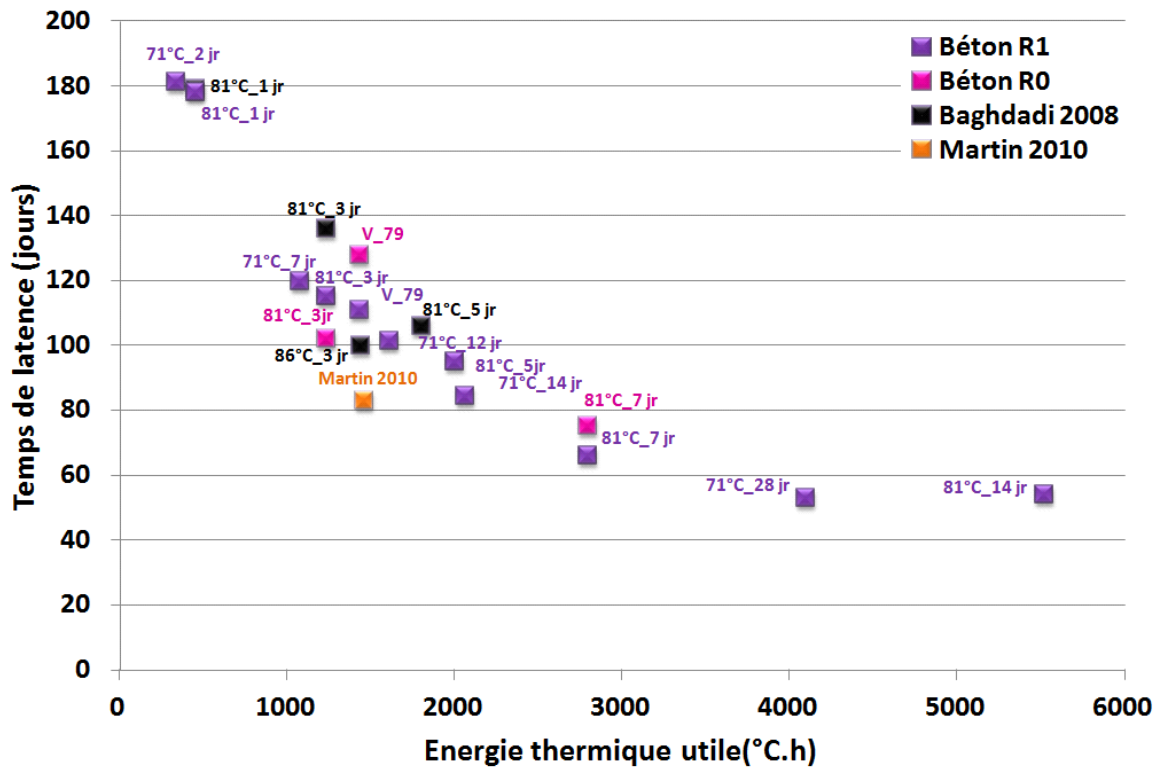


Figure 131 : Résultats de la littérature en lien avec EU

4.2.3 Effet de l'énergie thermique sur le temps caractéristique

4.2.3.1 Béton R1

De la même manière que le temps de latence, le temps caractéristique a été comparé aux énergies thermiques utile et totale.

La [Figure 132] présente le temps caractéristique, calé avec la loi proposée dans la section 3.2.7.2. Pour les éprouvettes traitées à 81°C, on note un temps caractéristique qui diminue quand la durée d'échauffement varie de 1 à 7 jours, durée de traitement thermique à partir de laquelle le temps caractéristique augmente (cas 81°C pendant 14 jours), sachant que les écarts-types par rapport au temps caractéristique sont aux alentours de 2 jours. En revanche, pour le cas des éprouvettes traitées à 71°C, le temps caractéristique diminue quand la durée d'échauffement varie de 2 à 28 jours. D'une manière générale, on note qu'à partir d'une énergie thermique totale d'environ 5000°C.h, le temps caractéristique est relativement constant.

Interprétations

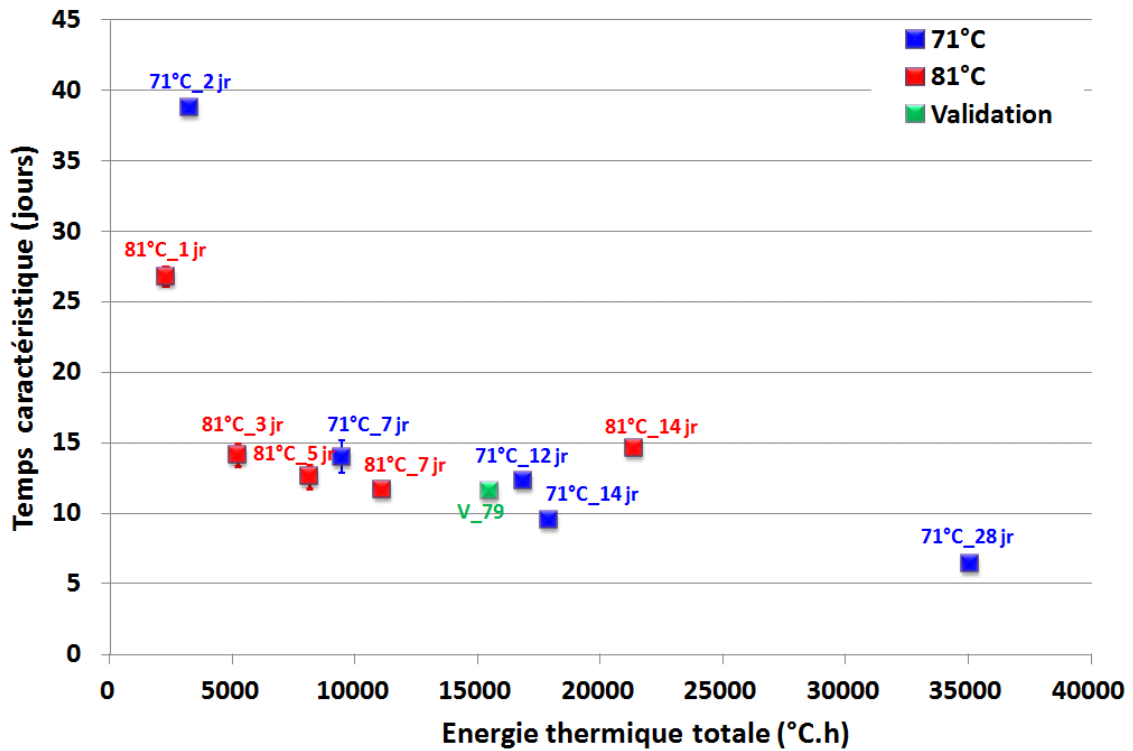


Figure 132 : Effet de l'énergie thermique totale sur le temps caractéristique (béton R1)

La [Figure 133] illustre le temps caractéristique en fonction de l'énergie thermique utile. Ainsi, τ_c diminue entre 0 et 1000°C.h. Cette diminution pourrait être liée soit à la limite en réactifs contribuant à la formation de l'AFt, et/ou à un endommagement du matériau. On note une vitesse de diminution de τ_c peu significative entre 1500 et 4000°C.h. Il semble que ce paramètre augmente au-delà d'une énergie utile de 4000°C.h.

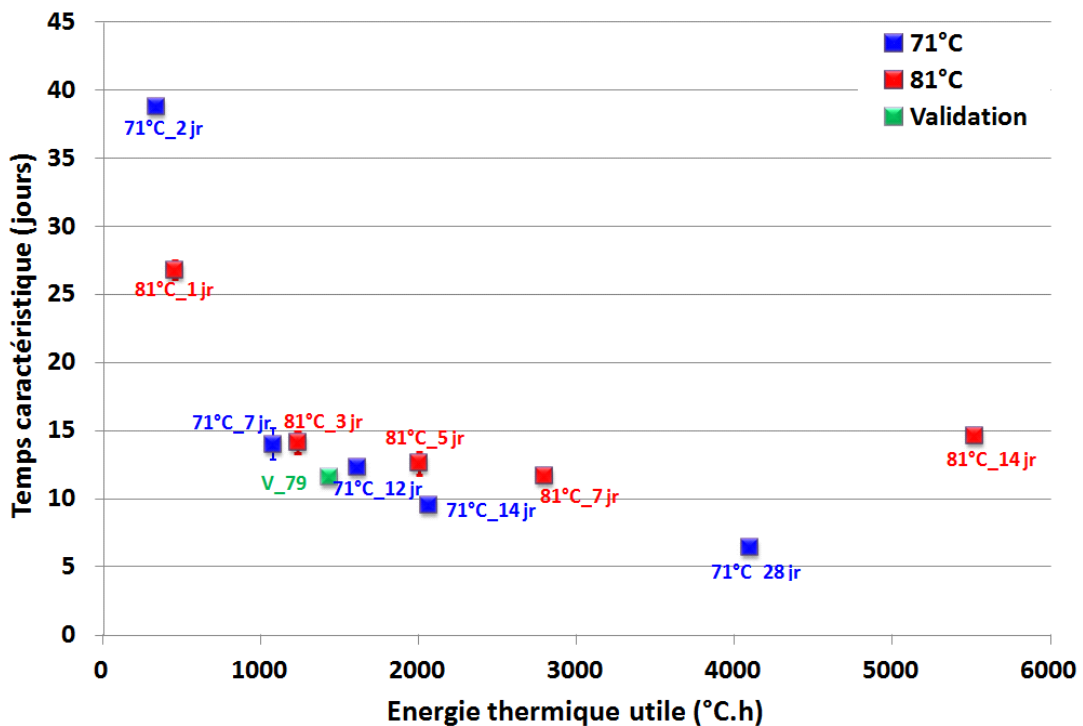


Figure 133 : Effet de l'énergie thermique utile sur le temps caractéristique (béton R1)

L'élévation de τ_c à partir d'une EU importante (à partir de 4000°C.h dans le cas du béton R1 traité au jeune âge) nous semble plus pertinente et plus logique qu'une stabilisation à un temps caractéristique de l'ordre de 10 jours. Ceci pourrait être attribué, à l'apparition d'une nouvelle ressource en aluminium lors de la phase de conservation des éprouvettes. Pour le cas R1_J_81_14, l'apparition d'une quantité très importante d'un dépôt au niveau des bacs contenant des éprouvettes R1_J_81_14 et R0_J_81_14 (par rapport à l'ensemble des bacs) a été observée, ce dépôt a été attribué à la calcite. L'apparition de ce dépôt pourrait être liée au fait que lors du traitement à 81°C pendant une durée assez longue, la macroporosité est plus conséquente, donc le risque de lessivage des ions calcium Ca^{2+} serait accru. Ceci pourrait conduire à la diminution de la concentration en calcium dans le béton, qui aurait pour effet de déstabiliser la Portlandite présente dans la matrice cimentaire. Dans le cas où toute la Portlandite serait déstabilisée, la faible concentration des ions calcium (dans la matrice cimentaire) pourrait déstabiliser d'autres phase présentant du calcium à savoir les CSH et les CASH, par conséquent, la possible déstabilisation des CASH à cause de cette faible concentration de calcium pourrait fournir une réserve supplémentaire d'aluminium dans la matrice cimentaire afin de former l'ettringite, ceci pourrait expliquer l'élévation du temps caractéristique dans le cas du traitement thermique à 81°C pendant 14 jours.

Ainsi, il semble que pour une énergie thermique utile supérieure à 4000°C.h le temps caractéristique augmenterait davantage. Dans ce cas, le béton R1 présente une gamme d'énergie thermique utile critique vis-à-vis des cinétiques entre 1000°C et au moins 5500°C.h dans laquelle le temps caractéristique est court (de l'ordre de 10±5 jours). Alors que, pour des énergies thermiques utiles inférieures à 1000°C.h ou supérieures à 4000°C.h, τ_c serait plus long.

4.2.3.2 Béton R0

Tout comme le béton R1, le temps caractéristique des éprouvettes en béton R0 traitées à 81°C pendant 3 et 7 jours (cas ayant développé des expansions au moment de la rédaction de ce mémoire), et ayant subi le traitement thermique de validation V_79 a été calé avec la loi proposée dans la section 3.2.7.2. La [Figure 134] présente le temps caractéristique des bétons R1 et R0 en fonction de l'EU. Cette figure montre que τ_c diminue avec l'augmentation de l'EU d'environ 1000°C.h à 3000°C.h. Cette diminution de τ_c pourrait être liée soit à un endommagement important du matériau causant une chute des pressions de cristallisation appliquées, soit au manque de réactifs pour former l'ettringite. Les cinétiques lentes du béton R0 traité à 81°C pendant 1 ou 14 jours ne permettent pas à leur stade d'expansion de quantifier le temps caractéristique de leurs courbes d'expansions. Donc, on ne peut pas, à ce stade, connaître l'évolution de τ_c pour une EU inférieure à 1000°C.h et supérieure à 3000°C.h. Néanmoins, on peut dire que τ_c augmenterait dans ces deux intervalles en s'appuyant sur les résultats obtenus pour τ_c pour le béton R1 et sur notre explication intégrant une liaison avec le rapport Al/S qui pilote les cinétiques de la précipitation de l'AFt pour les EU inférieures à 1000°C.h, et la possible apparition d'une nouvelle réserve d'aluminium due au lessivage des ions calcium Ca^{2+} pour des EU supérieures à 4000°C.h, où un dépôt de calcite, aussi conséquent que le cas R1_J_81_14, a été observé.

Il est aussi noté un temps caractéristique plus long pour la formule de béton R0 par rapport au béton R1 ; ceci pourrait être dû au fait que :

- l'expansion au niveau des points d'inflexion est plus faible dans le cas R0 ; ces éprouvettes ont été moins endommagées et résistent mieux aux pressions de cristallisation ;

- et/ou à un manque de réactifs dans le béton R0 (par rapport à R1), d'où un temps caractéristique plus long.

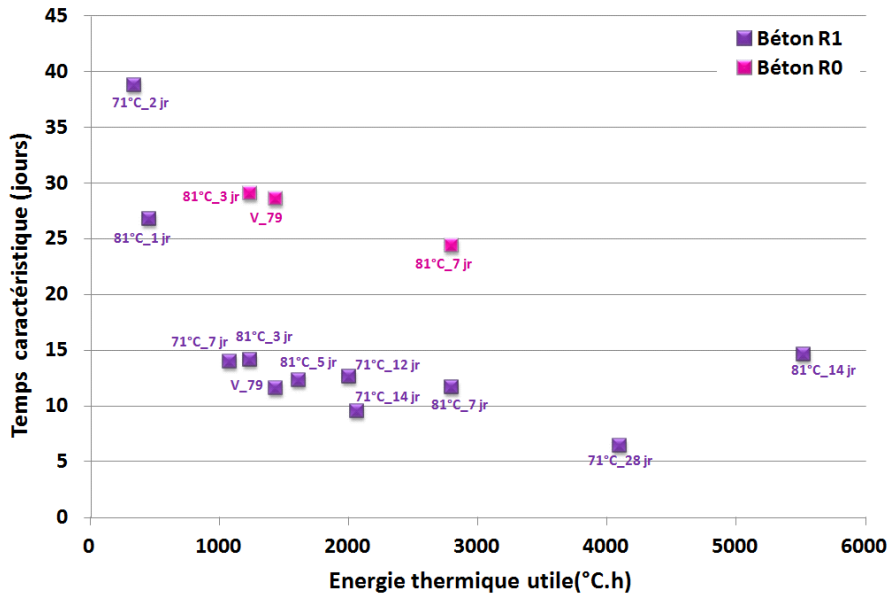


Figure 134 : Effet de l'énergie thermique utile sur le temps caractéristique

4.2.3.3 Résultats de littérature

De la même manière que pour le temps de latence, les résultats des temps caractéristiques de l'étude de [Baghdadi 2008] se situent dans le même nuage de points que les résultats de cette étude [Figure 135].

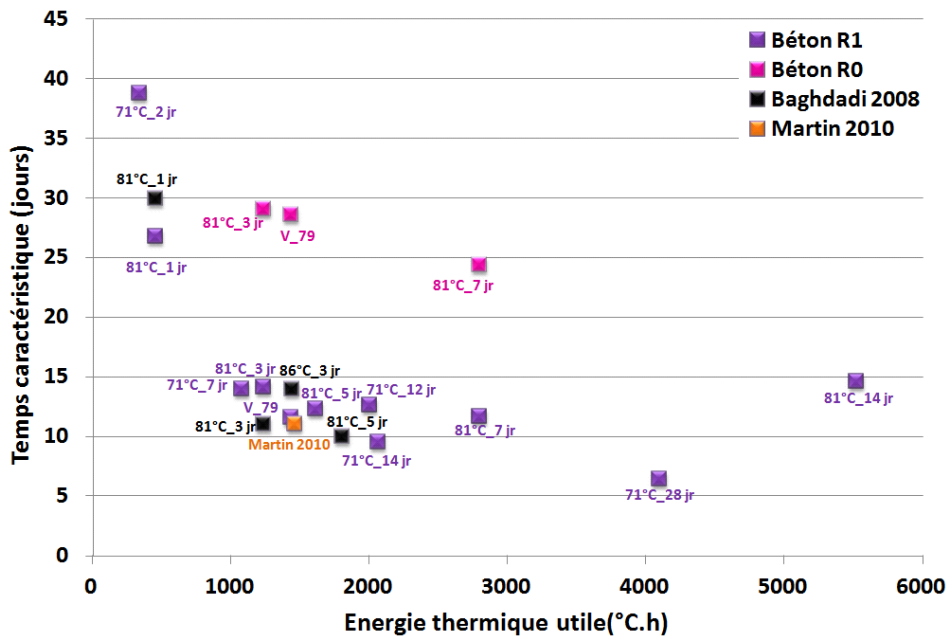


Figure 135 : Résultats de la littérature en lien avec EU

4.3 Effet de l'énergie thermique d'un traitement tardif sur les paramètres d'expansion

Comme il a été présenté dans la section 3.2.2, les éprouvettes traitées tardivement ont développé des expansions significatives. Ces résultats confirment qu'un échauffement tardif peut provoquer des expansions associées à la RSI, comme il a été observé notamment par [Barbarulo 2002]. De même, [Brunetaud 2005] et [Martin et al. 2013] ont montré cet effet, mais sur des éprouvettes qui avaient déjà subi un premier cycle de traitement thermique au jeune âge. Par conséquent, l'effet de ce dernier pourrait influencer l'apparition des expansions causées par l'échauffement tardif.

Les résultats d'évolutions des expansions des éprouvettes en bétons R1 et R0, ayant subi différents traitements thermiques tardifs (après 100 jours de conservation sous aluminium à température ambiante), ont été calés par la loi proposée dans la section 3.2.7.2.

Dans cette section, les paramètres ε_{∞} , τ_L et τ_C sont confrontés à l'énergie thermique utile fournie suite aux cures thermiques tardives.

4.3.1 Effet de l'énergie thermique d'un traitement tardif sur l'expansion finale

4.3.1.1 Béton R1

La [Figure 136] présente l'expansion finale en fonction de l'énergie thermique utile pour les éprouvettes en béton R1 traitées tardivement à 81°C pendant 1, 3, 7, 14 jours, à 86°C pendant 5 jours et suite au traitement thermique tardif V_79.

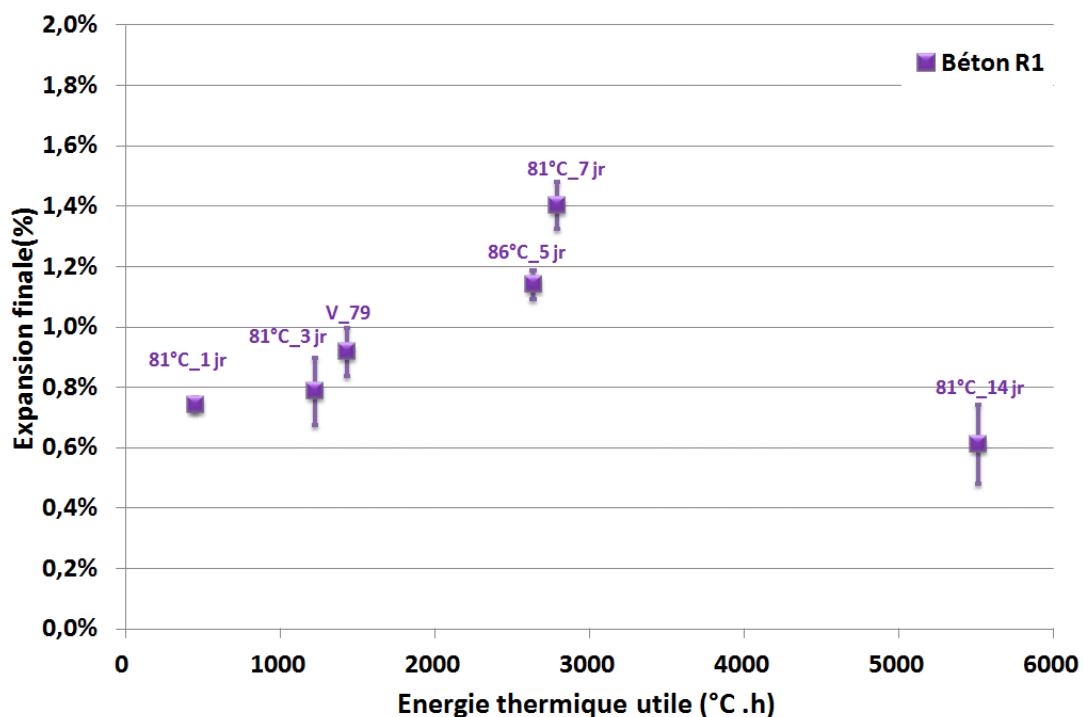


Figure 136 : Effet de l'énergie thermique tardive sur l'expansion finale (béton R1)

Cette figure montre que l'expansion finale augmente en fonction de l'EU jusqu'à une valeur pessimum d'environ 3000°C.h à partir de laquelle les expansions diminuent.

Un traitement thermique tardif a pour effet de déstabiliser l'Aft, comme il a été montré par [Barbarulo 2002] en se basant sur la comparaison des observations DRX avant et après l'application de ce traitement thermique. Il a observé que l'application d'un traitement thermique tardif a pour effet de supprimer les pics d'Aft (existant avant le traitement thermique).

Le traitement thermique tardif a également un effet sur la microstructure. Ainsi, [Famy et al. 2002] ont montré sur la base des observations au MEB, la formation d'une couche de CSH internes entre des grains anhydres et les CSH formés lors de la phase de conservation avant application du traitement thermique. Ces auteurs ont montré que ces CSH internes formés à l'issue du traitement thermique tardif ont une capacité à adsorber les sulfates et l'aluminium libéré suite à la dissolution de l'ettringite [Figure 137]. Cette capacité d'adsorption est néanmoins plus faible que lors du traitement thermique au jeune âge. Après 300 jours de conservation dans l'eau, les CSH ont montré une capacité à libérer une partie des sulfates qui semble participer à la formation de l'ettringite différée. Par contre, une libération d'une quantité très faible d'aluminium a été notée. Donc, l'aluminium ayant été mobilisé dans les CSH participe à la formation des phases CASH [Famy et al. 2002].

A partir de l'étude de [Famy et al 2002], les sulfates mobilisés dans les CSH internes formés suite à un traitement thermique tardif constitueraient la réserve de réactifs pour former l'ettringite responsable du développement des expansions tardives. Cependant la source d'aluminium contribuant à la formation de l'ettringite différée dans le cas d'un traitement thermique tardif reste non identifiée. [Barbarulo 2002] propose que l'ettringite se forme à partir de l'AFm, avec un mécanisme de dissolution/reprécipitation dans un lieu autre que celui qu'elle occupait.

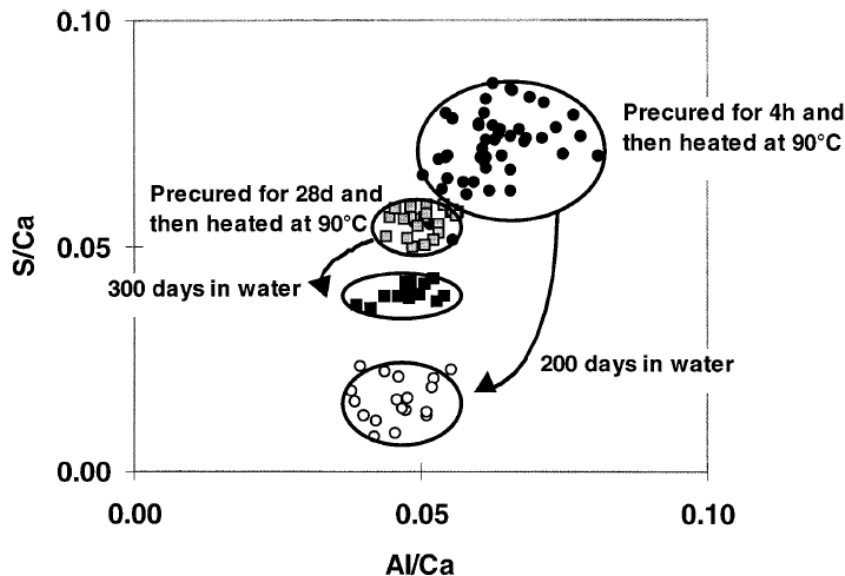


Figure 137 : Sulfates et aluminium adsorbés dans les CSH suite à un traitement thermique au jeune âge et tardif [Famy et al. 2002].

Donc, sur la base de ces observations de la littérature, le traitement thermique tardif aurait comme effet de déstabiliser l'ettringite ayant été formée lors de la phase de conservation

précédant la cure thermique (sous aluminium à température ambiante), ainsi que de former une nouvelle couche de CSH internes dense ayant une capacité d'adsorption des sulfates et aluminium. Cette couche de CSH interne dense serait plus épaisse quand l'énergie thermique fournie est élevée, ainsi la capacité de sorption des sulfates et aluminium est plus élevée quand l'énergie thermique utile est élevée. Par conséquent, les quantités de sulfates et d'aluminium adsorbées dans les CSH internes augmenteraient avec l'énergie thermique utile. Par la suite, les expansions augmenteraient en fonction de l'EU. La diminution des expansions notées au-delà d'environ 3000°C.h pourrait être expliquée par une diminution d'aluminium disponible à cause d'une potentielle substitution importante de Si par Al, conduisant ainsi à la diminution de la quantité d'ettringite formée. Par contre le lieu de formation de l'ettringite expansive dans ce cas de traitement thermique tardif reste non identifié.

4.3.1.2 Béton R0

De même que pour le béton R1, les expansions finales des éprouvettes en béton R0 traitées tardivement à 81°C pendant 1, 3 et 7 jours ont été comparées à l'énergie thermique utile [Figure 138].

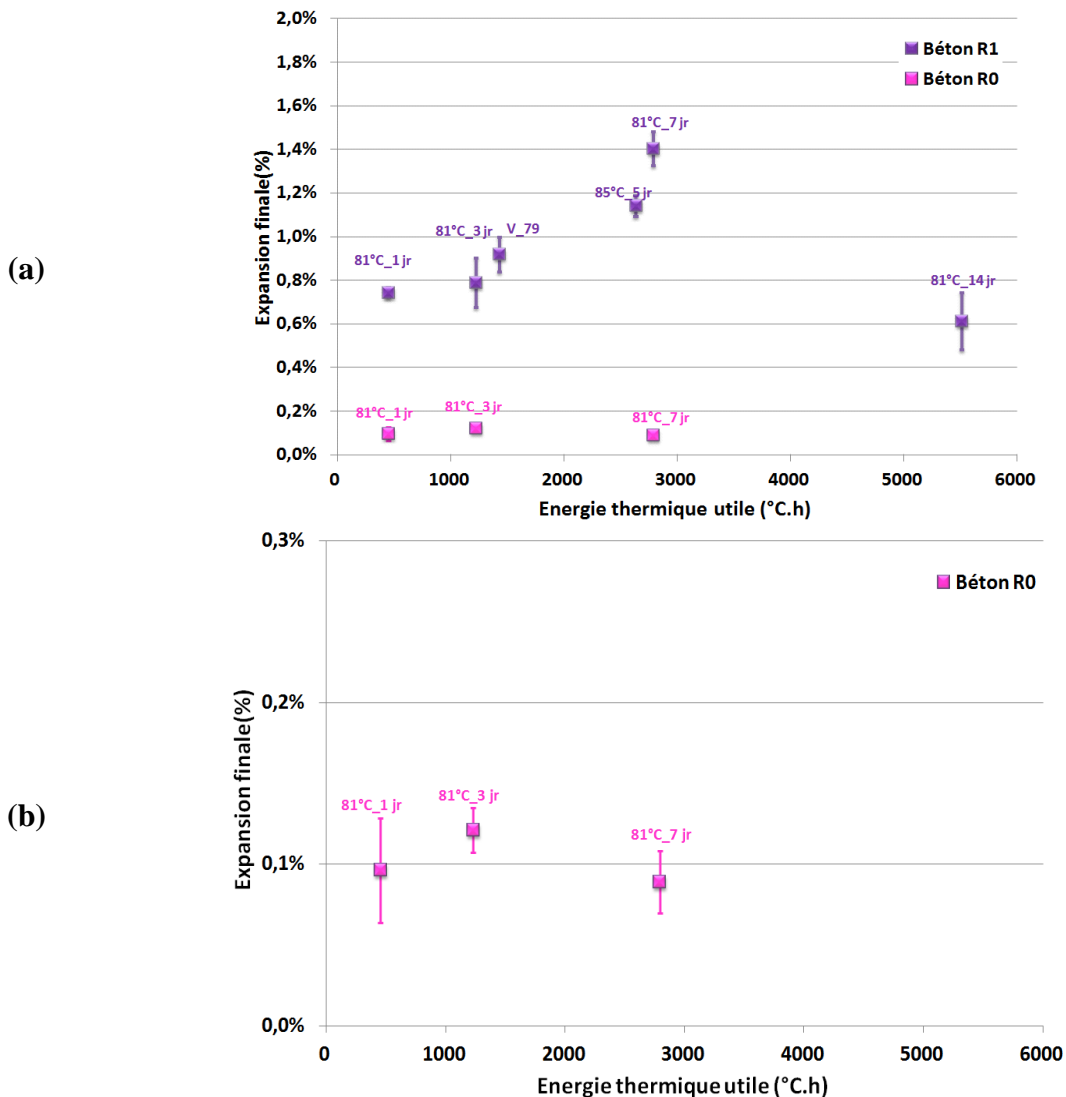


Figure 138 : Effet de l'énergie thermique tardive sur l'expansion finale (bétons R1 et R0) (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

Les éprouvettes en béton R0 traitées tardivement ont développé des expansions finales nettement plus faibles que dans le cas du béton R1 mais qui restent significatives. Un effet de pessimum est noté vis-à-vis de la durée d'échauffement entre 3 et 7 jours [Figure 15-b].

Comme il a été précisé dans la section 4.3.1.1 pour le cas du béton R1, le traitement tardif influence la stabilité de l'ettringite et la microstructure du matériau. La modification de la microstructure, notamment la formation d'une nouvelle couche de CSH interne, serait comparable entre les deux types de béton R1 et R0. Par conséquent, la différence des comportements expansifs des bétons R1 et R0 pourrait être attribuée à la différence de la quantité des réactifs disponibles (sulfates, aluminates et alcalins) pour former l'ettringite.

4.3.2 Effet d'un traitement thermique tardif sur le temps de latence

Le temps de latence des éprouvettes en béton R1 traitées tardivement a été tracé en fonction de l'EU [Figure 139]. Cette figure montre que les temps de latence développés pour les différents traitements thermiques appliqués sont très comparables (de l'ordre de 50 jours) et nettement plus courts que pour les cas de traitement thermique au jeune âge (section 4.2.2.1). Les éprouvettes ayant subi le traitement thermique tardif V_79 ont un temps de latence relativement plus court que les cas des traitements thermiques à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours. Ceci pourrait être attribué à la différence de vitesse de refroidissement lors de la cure thermique. En effet, les traitements thermiques à 81°C et à 85°C ont la même vitesse de refroidissement de -5°C/h, donc la durée de la phase de refroidissement est, respectivement, de 12 heures et 13 heures. Par contre, la durée de la phase de refroidissement du cas de traitement thermique V_79 de 65°C à 20°C est d'environ 13 jours. Par conséquent, il est possible de considérer que cette longue phase de refroidissement, dans le cas V_79, fasse partie du temps de latence (au moins partiellement), en supposant qu'en dessous de cette température, on se replace dans des conditions propices à la précipitation d'ettringite. Ceci pourrait expliquer le temps de latence relativement court dans le cas V_79 par rapport aux traitements thermiques à 81°C et 86°C.

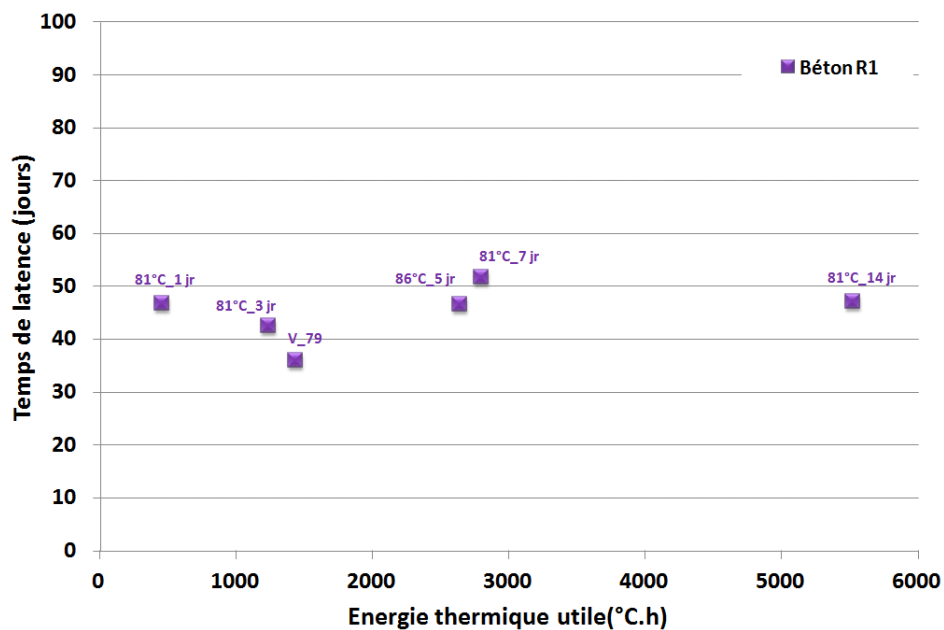


Figure 139 : Effet de l'énergie thermique tardive sur le temps de latence (béton R1)

4.3.3 Effet d'un traitement thermique tardif sur le temps caractéristique

La [Figure 140] illustre le temps caractéristique en fonction de l'EU. Comme pour le cas du temps de latence, on note une faible variation de ce paramètre, il est de l'ordre de 11 jours pour la majeure partie des cas. Les éprouvettes ayant subi un traitement thermique à 81°C pendant 1 jour ont un temps caractéristique relativement élevé, ceci pourrait être dû à l'état mécanique vu que dans ce cas les éprouvettes seraient moins fissurées suite au traitement thermique tardif que les éprouvettes traitées thermiquement pendant de longues durées.

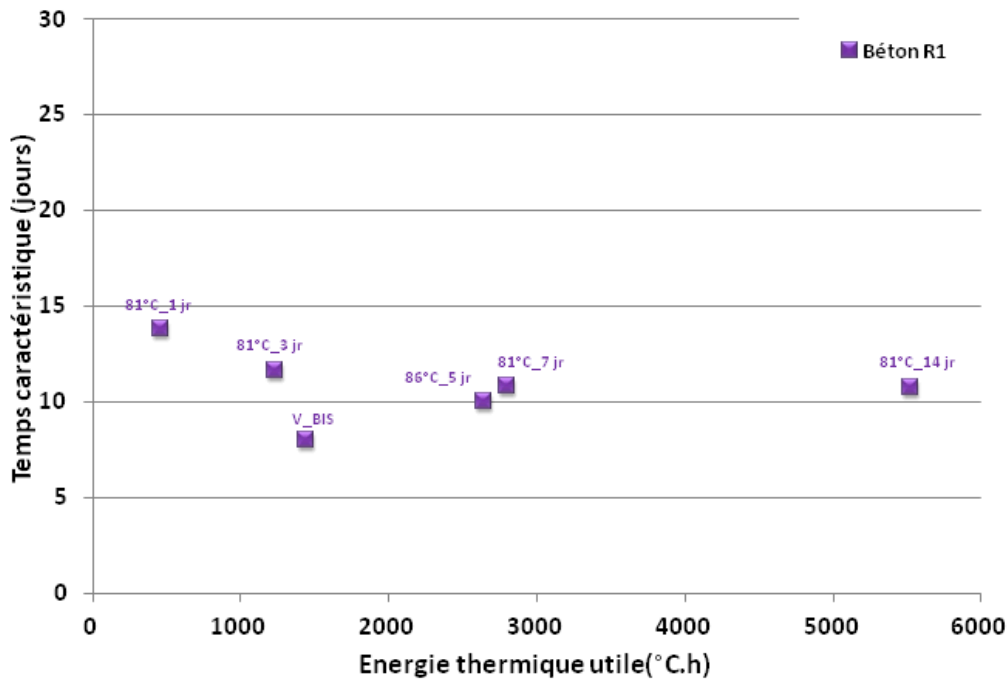


Figure 140 : Effet de l'énergie thermique tardive sur le temps caractéristique (béton R1)

4.4 Comparaison des paramètres d'expansion lors d'une même histoire thermique subie au jeune âge et tardivement (béton R1)

Dans cette section, les résultats de comparaison des expansions, présentés dans la section 3.2.4, du béton R1 traité au jeune âge et tardivement suite à une même histoire thermique sont quantifiés et confrontés à l'énergie thermique utile.

Comparaison des expansions finales développées pour le béton R1 suite au même traitement thermique au jeune âge et tardif :

La [Figure 141] illustre une comparaison entre les expansions finales du béton R1 traité au jeune et tardivement suivant les mêmes histoires thermiques.

Interprétations

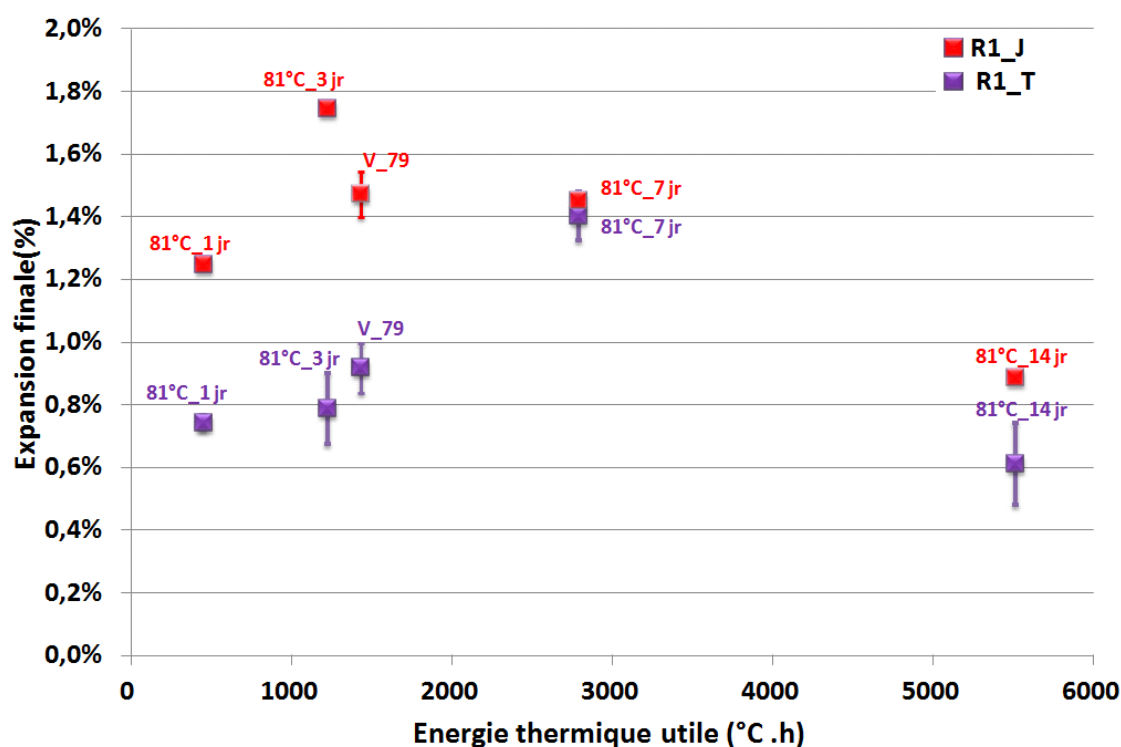


Figure 141 : Comparaison des expansions finales en fonction de l'EU pour le béton R1 suite à un traitement thermique similaire au jeune âge et tardivement

Cette figure montre que pour des énergies thermiques utiles inférieures au moins à 1500°C.h, les expansions finales dans le cas des traitements thermiques au jeune âge sont nettement supérieures à celles développées pour le cas tardif. Cette différence semble diminuer pour des EU élevées entre environ 2500°C et 5500°C.h.

Cette figure montre également que l'effet de pessimum, lors d'un traitement thermique tardif, se produit à partir d'une durée d'échauffement plus longue (7 jours) que pour un traitement thermique au jeune âge (3 jours).

Le pessimum « décalé » entre les cas d'échauffement au jeune âge et tardif pourrait être lié au fait que dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge les sulfates et aluminium sont adsorbés dans les CSH denses formés lors de l'hydratation au jeune âge, qui sont en quantité plus importante que dans le cas d'un traitement thermique tardif où ces CSH denses sont formés à partir des anhydres n'ayant pas été hydratés lors de la phase de conservation (100 jours sous aluminium à température ambiante) avant l'application de la cure thermique tardive. Par conséquent les CSH denses, ayant une affinité d'adsorption vis-à-vis des sulfates et aluminium, formés suite au traitement thermique tardif seraient en quantité plus faible, et auraient un potentiel d'adsorption plus faible que pour un traitement thermique au jeune âge.

Ceci pourrait influencer la valeur de l'énergie thermique qui correspond à un rapport Al/S de 2/3. Pour le cas du jeune âge, cette valeur serait de l'ordre de 1500°C.h. Donc, dans le cas tardif, afin de mobiliser les mêmes fractions de sulfates et aluminium offrant ce rapport (Al/S=2/3) critique, il serait nécessaire de former plus de CSH denses, ce qui est équivalent à élever l'EU (à plus de 1500°C.h). Ceci pourrait expliquer ce décalage de pessimum, 1500°C.h dans le cas jeune âge, et 2700°C.h dans le cas tardif.

Interprétations

Comparaison des temps de latence développés pour le béton R1 suite au même traitement thermique au jeune âge et tardif :

La [Figure 142] présente une comparaison quantitative des temps de latence développés, pour le béton R1, suite à une même histoire thermique. Comme il a été montré dans la section 3.2.3, pour tous les cas étudiés et pour la même histoire thermique appliquée, la cinétique des gonflements des éprouvettes (béton R1) traitées tardivement est plus rapide que celle traitées au jeune âge.

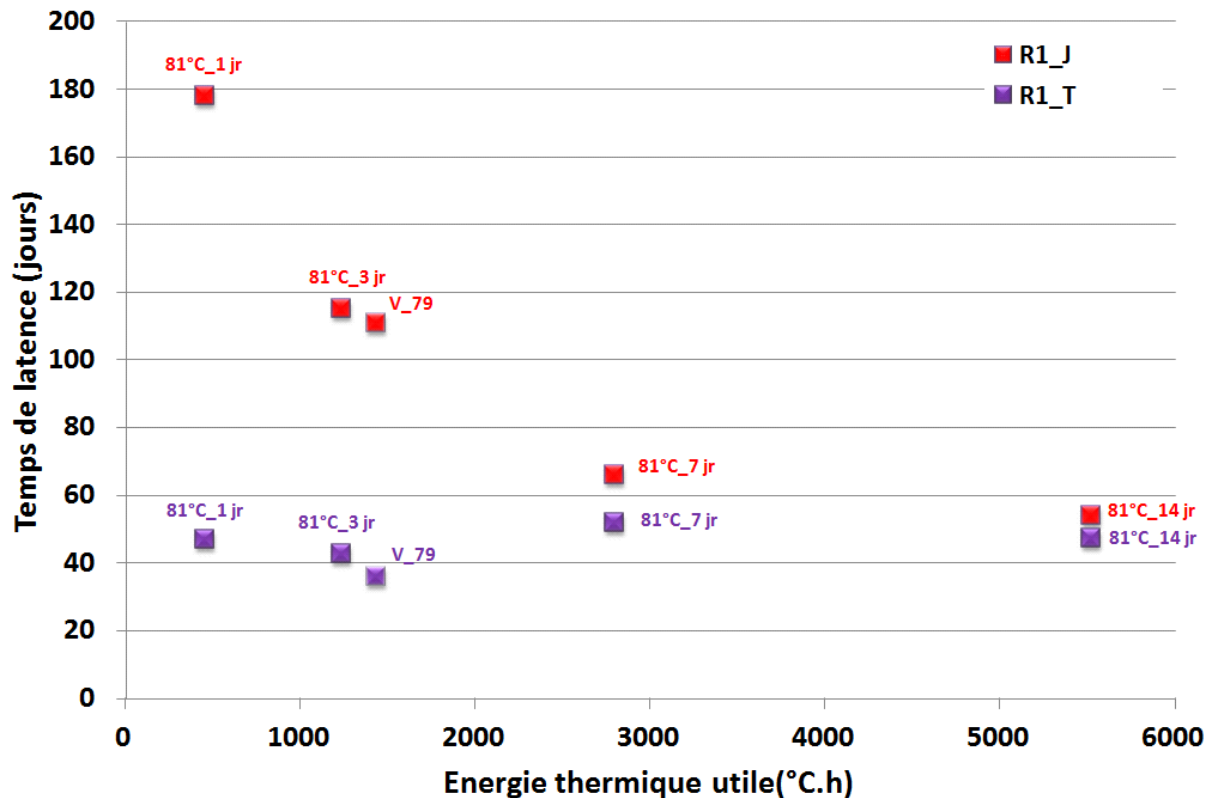


Figure 142 : Comparaison des temps de latence en fonction de l'EU pour le béton R1 suite à un traitement thermique similaire au jeune âge et tardivement

Ceci peut être lié à la différence des mécanismes de la RSI au jeune âge et tardif. Ainsi, selon [Brunetaud 2005], un traitement thermique a pour effet d'une part la dissolution de l'ettringite (primaire) présente dans la matrice cimentaire avant l'application de la cure thermique, et la création des microfissures dans le béton durci. Selon cet auteur la précipitation tardive de l'ettringite se produit dans ce cas de figure, selon le mûrissement d'Ostwald, au niveau des microfissures et de préférence au niveau de l'interface pâte-granulat caractérisée par la présence de la Portlandite qui forme une réserve importante en calcium nécessaire pour la précipitation de l'ettringite. Suivant ce mécanisme, l'expansion se produit directement après la fin de la cure thermique, et est accélérée par la création des microfissures. Ceci est l'inverse de ce qu'on peut voir au jeune âge, où la microstructure dense des CSH sous l'effet d'une hydratation à température élevée pourrait causer un ralentissement de la précipitation tardive de l'ettringite et ainsi une cinétique de gonflement plus lente.

Cette différence de comportement entre les résultats du suivi dimensionnel des corps d'épreuve traités au jeune âge et tardivement, montre que les mécanismes de développement de la RSI sont assez différents surtout lors de la période latente.

En outre, comme il a été montré dans la section 4.2.2, le temps de latence pour le béton R1 traité au jeune âge diminue en fonction de l'EU. On ajoute à cela que ce temps de latence semble tendre vers celui développé dans les cas tardifs (relativement constant) pour les EU élevées.

Comparaison des temps caractéristiques développés pour le béton R1 suite au même traitement thermique au jeune âge et tardif :

La [Figure 142] présente une comparaison quantitative des temps caractéristiques développés, pour le béton R1, suite à une même histoire thermique subie au jeune âge et tardivement.

De la même manière que pour le temps de latence, la différence des temps caractéristiques développés, est notée principalement pour les EU faibles, (cas 81°C_1jr) ; cette différence semble diminuer avec l'augmentation de l'EU. On note également, pour des EU élevées (cas 81°C_14jr) où l'effet de pessimum a été le plus marqué, que le temps caractéristique développé lors d'un traitement thermique au jeune âge redevient relativement supérieur à celui développé lors d'un traitement thermique tardif.

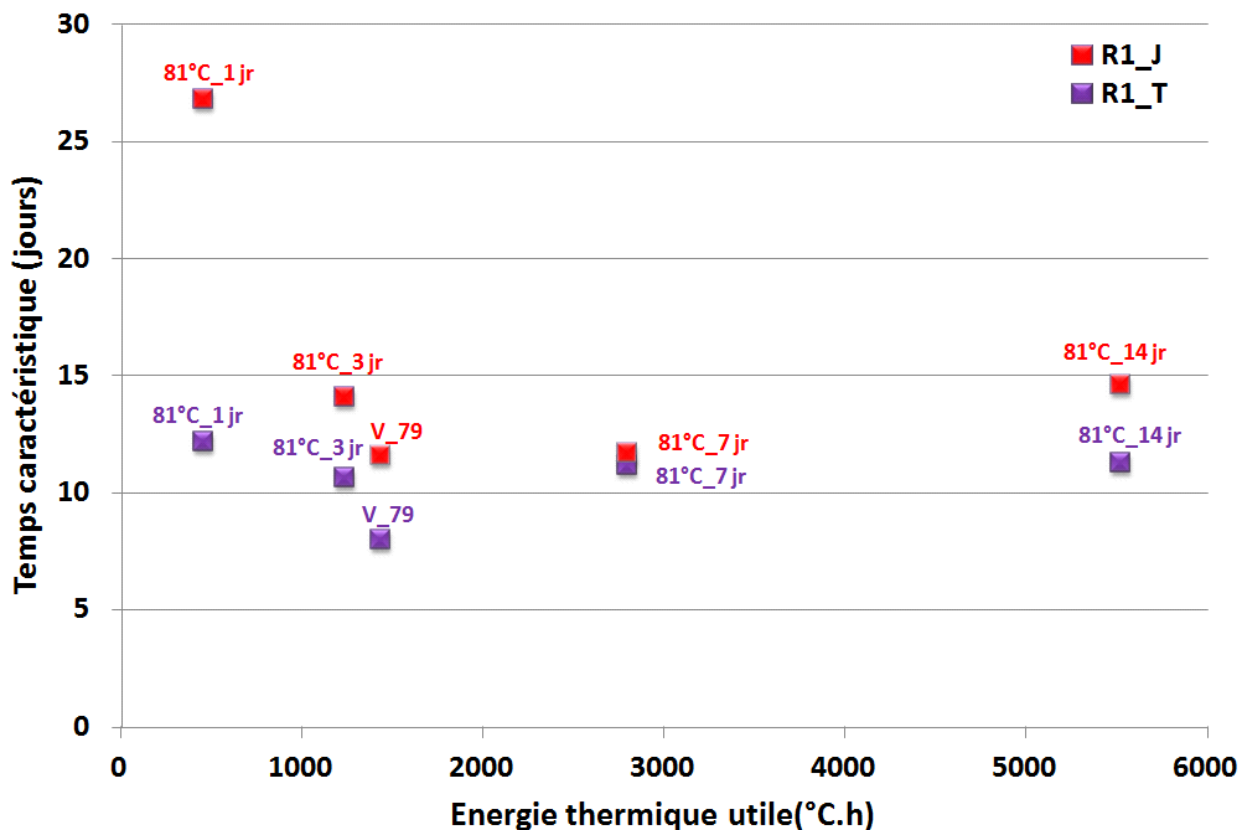


Figure 143 : Comparaison des temps caractéristiques en fonction de l'EU pour le béton R1 suite à un traitement thermique similaire au jeune âge et tardivement

4.5 Effet de l'histoire thermique au jeune âge sur les propriétés mécaniques

Le développement des expansions dues à la RSI, cinétique et amplitude, est a priori dépendant des propriétés mécaniques du matériau comme le suggèrent les modèles

poromécaniques qui s'efforcent de décrire ces phénomènes [Baghdadi 2008] [Salgues 2013]. On a vu dans la section 4.2 qu'il existe des courbes maîtresses qui lient l'expansion finale, le temps de latence et le temps caractéristique avec l'énergie thermique utile fournie lors de la phase de cure. Pour avoir effectivement accès au couplage chimico-mécanique associé à la formation différée de l'ettringite, il nous faut également analyser l'effet de l'histoire thermique appliquée lors de la phase de cure sur l'état mécanique des corps d'épreuve, selon les différents traitements thermiques appliqués.

4.5.1 Effet de l'histoire thermique au jeune âge sur le module d'Young

Afin de caractériser l'état mécanique des deux bétons (R0 et R1) ayant subi différentes histoires thermiques au jeune âge avant le suivi des expansions liées au développement de la RSI, des essais mécaniques (résistances mécaniques, module d'Young et coefficient de Poisson) ont été effectués à une échéance de 28 jours. L'objectif a ainsi été de caractériser macroscopiquement l'évolution de la microstructure du béton sous les effets du traitement thermique.

4.5.1.1 Béton R1

La [Figure 144] et la [Figure 145] illustrent l'évolution du module d'Young des corps d'épreuve suite à des traitements thermiques au jeune âge à 71°C et 81°C en fonction de la durée d'échauffement. Pour les deux températures de traitement thermique (71°C et 81°C), le module d'Young diminue en fonction de la durée du palier d'échauffement.

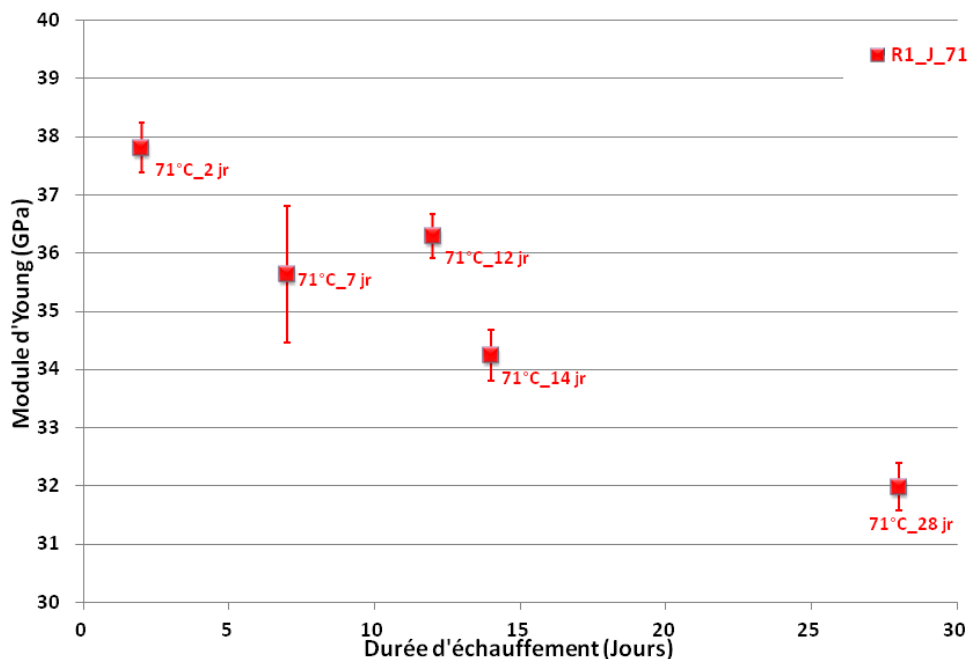


Figure 144 : Evolution du module d'Young en fonction de la durée d'échauffement (71°C)

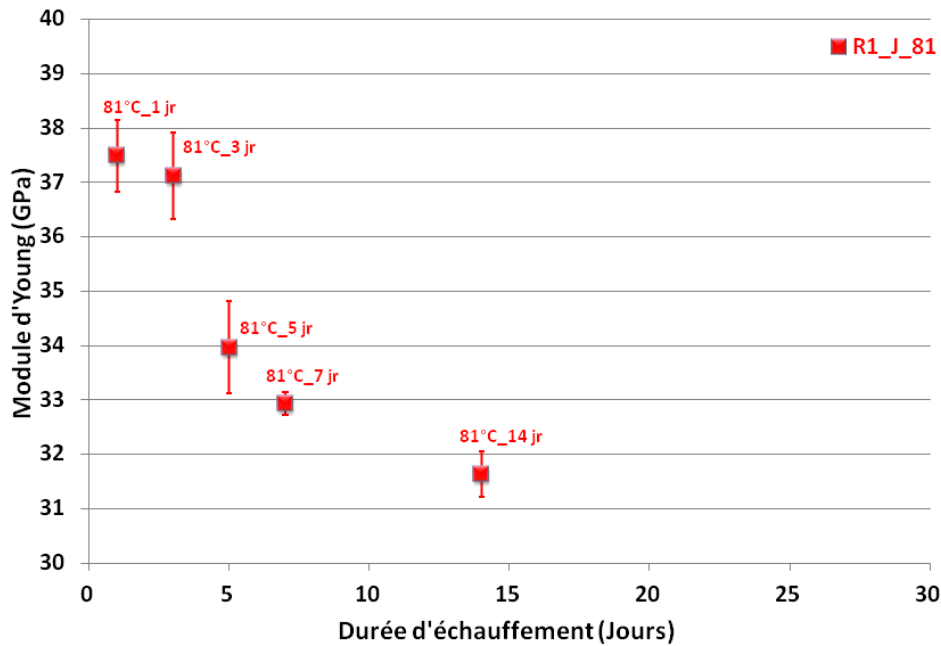


Figure 145 : Evolution du module d'Young en fonction de la durée d'échauffement (81°C)

On est conduit à considérer que l'hydratation, dont l'avancement se traduit par la croissance du module d'Young, résulte de deux phases :

- Une première phase à haute température (lors de la cure thermique), où les hydrates formés sont distribués d'une manière hétérogène dans la matrice cimentaire qui constitue une structure plus lâche.
- Une seconde phase de conservation sous aluminium à 38°C, où les hydrates formés sont plus homogènes, qui conduit à une structure plus rigide.

Donc, sachant que les essais mécaniques ont été effectués à la même échéance (28 jours), la durée de conservation sous aluminium à 38°C entre la fin de la cure thermique et cette échéance est de plus en plus longue quand la durée du palier d'échauffement diminue. Ainsi, la suite de l'hydratation lors de cette phase après cure, serait plus importante quand la durée de cure thermique est courte. En outre, la microstructure de la matrice cimentaire, pour une même température de traitement, est dépendante de la durée du palier, comme on a vu dans la section 1.6.9, les CSH directement en contact avec le ciment resté anhydre sont plus denses quand la durée d'échauffement est longue. Ainsi une suite d'hydratation est plus favorable pour les traitements thermiques de courte durée d'échauffement (hydratation des grains anhydres par diffusion de l'eau à travers la couche de CSH).

Donc, une longue durée de conservation sous aluminium à 38°C, et une couche de CSH moins dense pour les éprouvettes traitées thermiquement pendant de courtes durées, favoriserait davantage l'hydratation jusqu'à l'échéance de 28 jours par rapport aux éprouvettes traitées à la même température pendant de longues durées. Par conséquent, le module d'Young aurait tendance à diminuer quand la durée de traitement thermique augmente. Ceci pourrait expliquer la chute du module dans les cas de traitement thermique à 81°C de 1 à 14 jours et à 71°C de 2 à 28 jours.

Pour les traitements thermiques à 81°C, cette diminution est très significative à partir d'une durée d'échauffement de 3 jours, alors qu'à 71°C le module d'Young semble diminuer d'une manière linéaire avec la durée du palier d'échauffement.

Pour une même durée de traitement thermique, le module d'Young est plus élevé pour une température de traitement de 71°C qu'à 81°C. Etant donné que la durée entre l'après cure et l'échéance de 28 jours est la même pour ces deux traitements thermiques, la suite de l'hydratation ne dépendrait que de la microstructure des CSH suite aux traitements thermiques. Comme il a été observé par [Gallucci 2013] les CSH sont plus denses quand la température du traitement est élevée (pour une même durée d'échauffement), ainsi la suite de l'hydratation est plus importante pour les éprouvettes traitées à 71 qu'à 81°C.

Il convient par ailleurs de signaler que la dégradation liée à la dilatation thermique différentielle entre la pâte et les granulats est plus importante à température de traitement thermique plus élevée.

Donc, un état d'hydratation plus élevé et une dégradation thermique plus faible (liée à la génération des contraintes de traction dues à la déformation différentielle entre la pâte et les granulats [Brunetaud 2005]) seraient possibles dans le cas des éprouvettes traitées à faible température. Ceci pourrait expliquer que le module d'Young des éprouvettes traitées à 71°C est plus élevé qu'à 81°C (pour une même durée d'échauffement).

4.5.1.2 Béton R0

La [Figure 146] présente une comparaison des résultats de module d'Young des deux formules R1 et R0. Comme le béton R1, le module d'Young de la formule R0 diminue en fonction de la durée d'échauffement. Il est aussi noté que les deux formules R1 et R0 ont développé des modules d'Young très comparables suite aux traitements thermiques à 81°C pour une même durée de palier. Ceci est lié à l'utilisation du même squelette granulaire, la différence entre ces deux formules étant principalement le ciment utilisé, et plus précisément les teneurs en sulfates, aluminates et alcalins. Ceci confirme que le module d'Young dépend de la suite de l'hydratation liée à l'état de densité des CSH et à la durée de conservation entre la fin de la cure thermique et l'échéance des essais mécaniques.

Ce résultat montre que les deux bétons avaient un état de microstructure très comparable suite aux échauffements appliqués (au moins après 28 jours de conservation) ; ceci est très intéressant dans l'objectif de la compréhension des effets du développement de la RSI, vu que la comparaison des expansions de ces deux formules ne dépendra que de la réactivité des deux ciments utilisés, autrement dit, de la quantité d'ettringite formée.

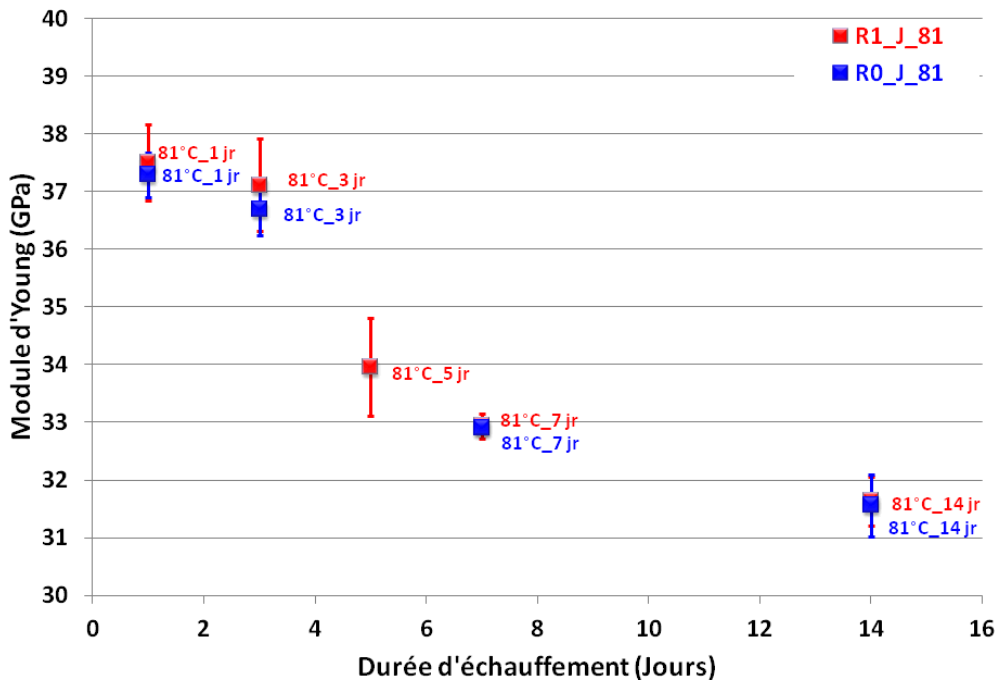


Figure 146 : Evolution du module d'Young en fonction de la durée d'échauffement (81°C)- comparaison entre les deux bétons étudiés (R0 et R1)

4.5.2 Effet de l'énergie thermique sur les propriétés mécaniques

Dans le but de quantifier l'effet combiné de la température et de la durée d'échauffement, les résultats de module d'Young et de résistance en compression des corps d'épreuve ayant subi différentes histoires thermiques ont été confrontés aux énergies thermiques totale et utile.

Les figures 147 et 148 illustrent la confrontation des résultats de module d'Young et de résistance en compression en fonction de l'énergie thermique totale fournie lors de la phase d'échauffement au jeune âge.

La [Figure 147] ne montre aucune corrélation entre le module d'Young et l'énergie thermique totale. Ceci est dû au fait que l'énergie thermique totale augmente avec la durée du palier d'échauffement. Par conséquent, le module d'Young ne peut pas être lié directement à l'énergie thermique totale quelle que soit l'histoire thermique appliquée.

Interprétations

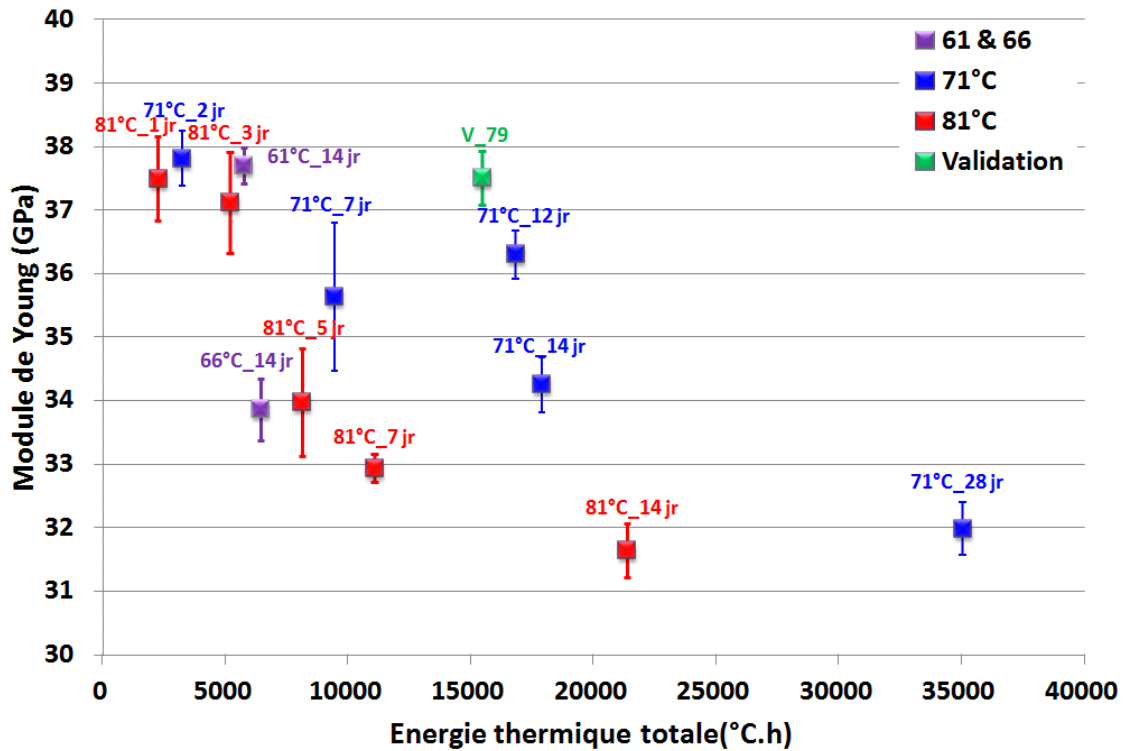


Figure 147 : Effet de l'énergie thermique totale sur le module d'Young

Tout comme le module d'Young, il semble qu'il n'existe pas de lien entre l'énergie thermique totale et la résistance en compression [Figure 148]. Contrairement au module d'Young, les résultats de la résistance en compression sont relativement comparables, variant majoritairement entre 35 et 40 MPa, et présentent des écarts-types assez importants. Ceci montre que les traitements thermiques à différentes températures et pendant plusieurs durées influencent moins la résistance en compression que le module d'Young.

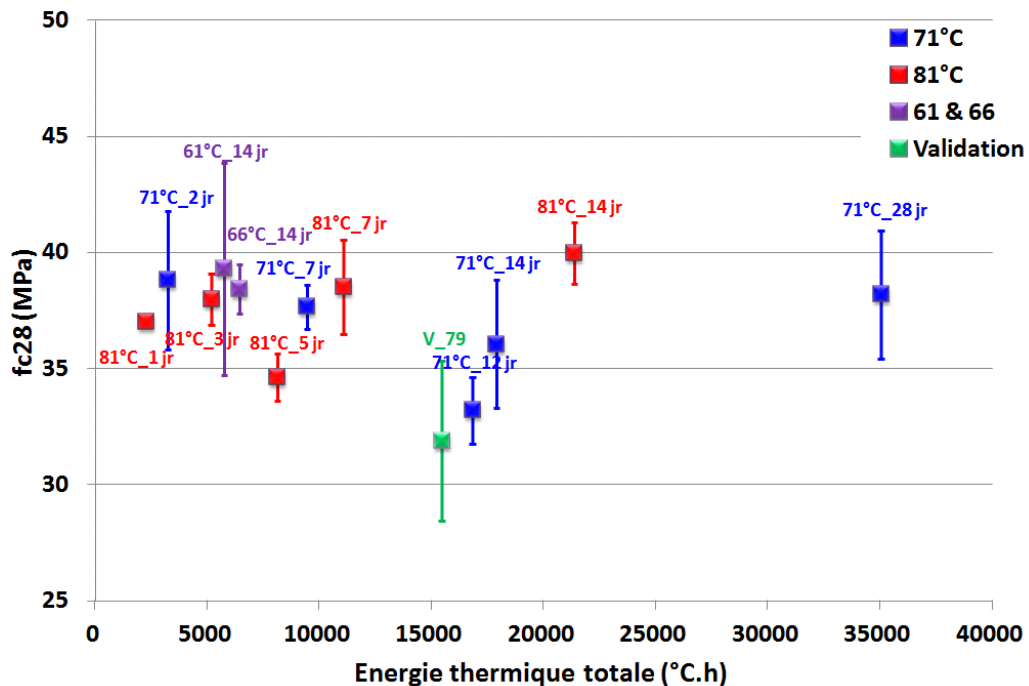


Figure 148 : Effet de l'énergie thermique totale sur la résistance en compression

Interprétations

Les figures 149 et 150 illustrent la confrontation des résultats de module de Young et de résistance en compression en fonction de l'énergie thermique utile fournie lors de la phase d'échauffement au jeune âge.

La [Figure 149] présente les résultats du module d'Young en fonction de l'énergie thermique utile. Cette figure montre qu'il existe une relation liant le module d'Young et l'EU. Ainsi, le module d'Young diminue quand l'énergie thermique utile est élevée. Cette diminution est plus importante à partir d'une énergie thermique utile de l'ordre de 1500°C.h. Cependant, les éprouvettes traitées à 66°C pendant 14 jours ont développé un module d'Young plus faible comparé aux résultats des faibles EU.

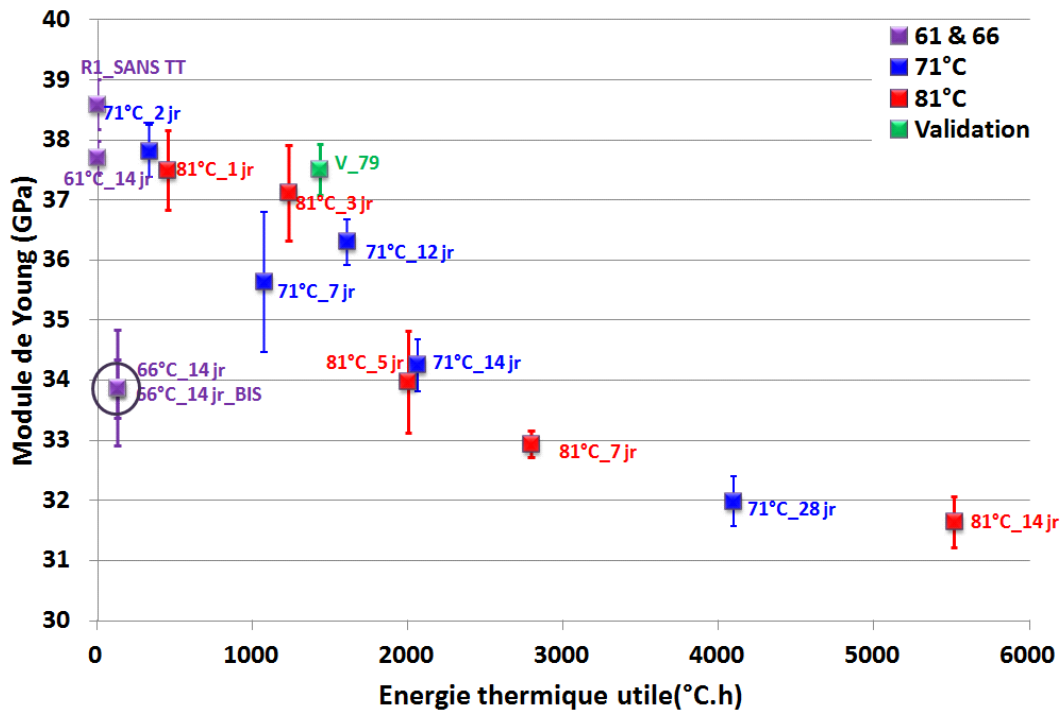


Figure 149 : Effet de l'énergie thermique utile sur le module d'Young

A partir de cette figure, il semble que l'EU combine les phénomènes utilisés pour décrire la diminution du module d'Young des différentes histoires thermiques (sauf le cas 66°C_14 jours), à savoir :

- Une potentielle suite d'hydratation importante entre la fin de la cure thermique et l'échéance des essais mécaniques (28 jours), pour les traitements thermiques de courte durée à une même température.
- Un état de compacité différent des CSH précipités sur les grains anhydres en fonction de la température et la durée d'échauffement. Les CSH sont plus denses quand la durée d'échauffement augmente pour la même température, et dans le cas des traitements thermiques de même durée, quand la température augmente. Ce facteur influence le phénomène de potentielle suite d'hydratation, vu que la cinétique de diffusion de l'eau, afin de réagir avec les anhydres, dépend de l'état de compacité des CSH.
- Une génération de contraintes de traction, qui sont liées au phénomène de dilatation différentielle au niveau de l'interface pâte-granulat. Ce facteur est

Interprétations

influencé par la température au palier lors de la cure thermique. Par conséquent, la dégradation liée à ce paramètre est plus importante à température élevée.

Ce résultat de variation du module d'Young en fonction de l'énergie thermique utile pourrait être lié aux paramètres des expansions développées suite aux différentes histoires thermiques appliquées au jeune âge, en termes de cinétiques (temps de latence et caractéristique) ainsi que les expansions finales.

La [Figure 150] présente l'évolution de la résistance en compression en fonction de l'énergie thermique utile. La résistance en compression ne semble pas être influencée de façon claire par cette énergie. Par contre, on note une diminution de la résistance entre 1500 et 2000°C.h.

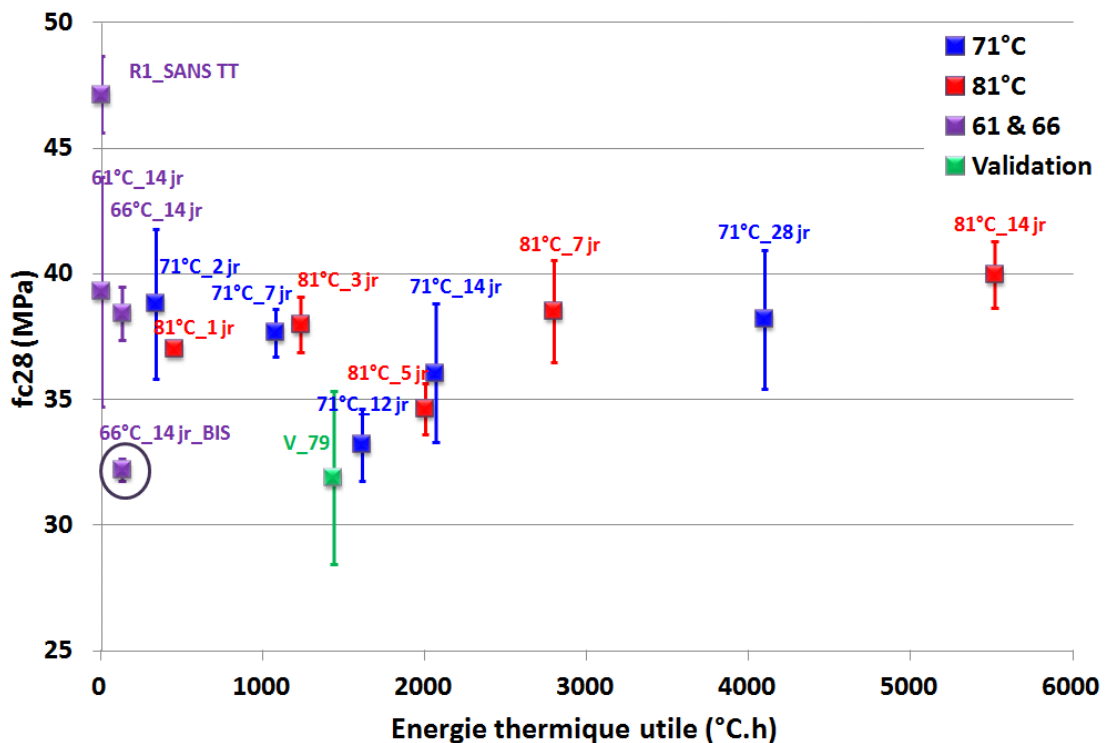


Figure 150 : Effet de l'énergie thermique utile sur la résistance en compression

La [Figure 151] illustre la comparaison entre les résultats du module d'Young et la résistance en compression à 28 jours pour le béton R1. Cette figure montre qu'il n'existe pas de corrélation entre ces deux grandeurs. Le module d'Young semble plus influencé par le traitement thermique que la résistance en compression.

Interprétations

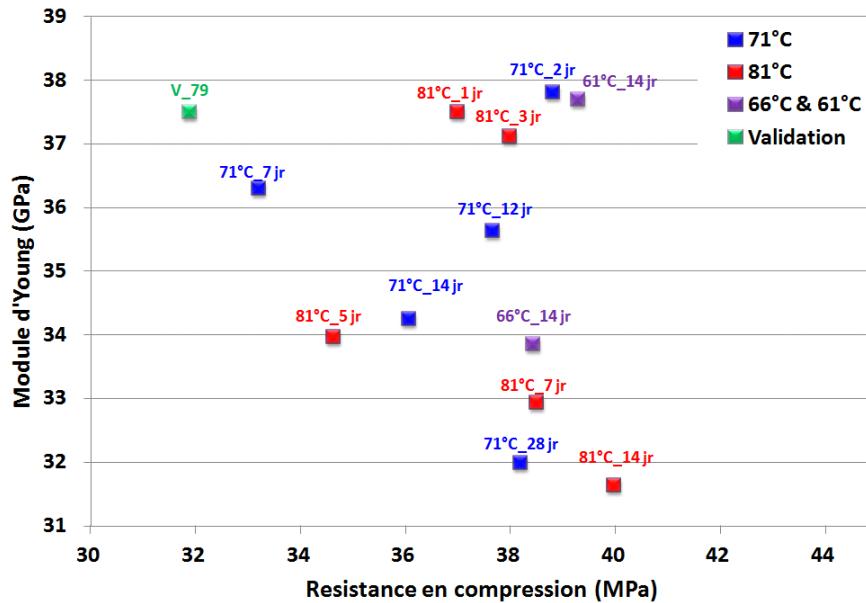


Figure 151 : Module d'Young en fonction de la résistance en compression à 28 jours (béton R1)

4.5.3 Couplage chimico-mécanique

Le temps de latence correspond au point d'inflexion des courbes d'expansion. Il intègre à la fois la durée pendant laquelle la réaction produit peu d'expansions, et le début de la phase la plus active où la réaction se traduit par des expansions et une pression de gonflement croissante. Il dépend a priori de la quantité des réactifs participant à la formation de l'ettringite, de l'état de la microstructure qui influence les phénomènes de diffusion ionique et de la capacité du matériau à résister aux pressions de cristallisation sans subir des endommagements importants. La [Figure 152] présente le temps de latence des éprouvettes en béton R1 traitées thermiquement au jeune âge en fonction du module d'Young à 28 jours.

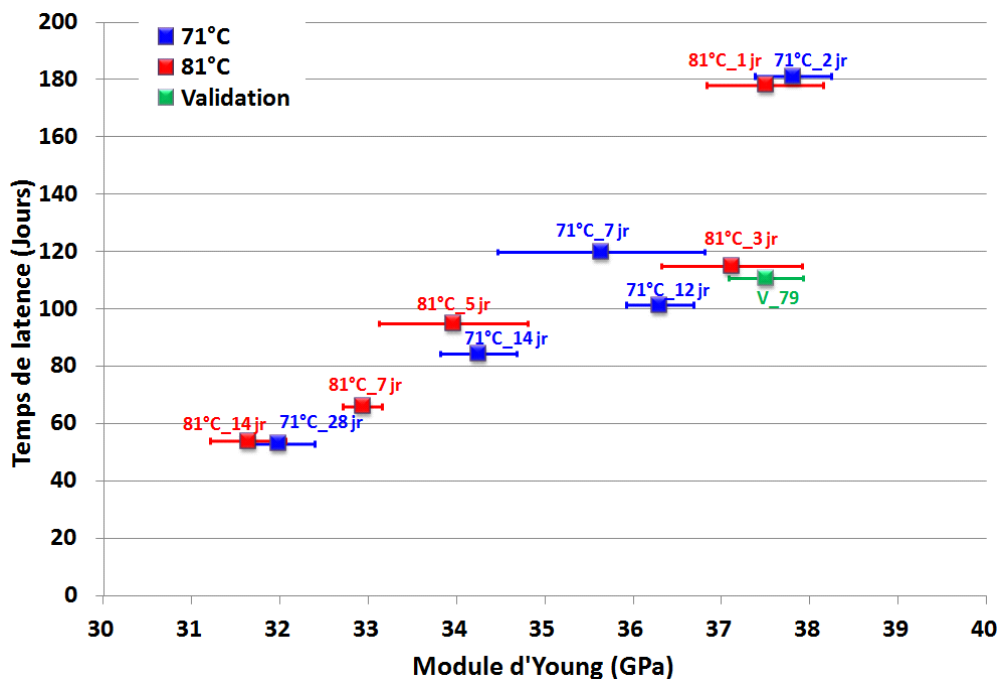


Figure 152 : Evolution du temps de latence en fonction du module d'Young initial pour le béton R1

Interprétations

Cette figure montre qu'il existe une corrélation entre le temps de latence et le module d'Young à 28 jours. On précise que le temps de latence et le module d'Young ne sont pas liés par une relation stricte, ce sont deux conséquences de l'EU et de l'histoire thermique appliquée.

Ainsi, le temps de latence est d'autant plus long que le module d'Young initial est élevé. Ceci pourrait être attribué au fait que, quand l'énergie thermique utile augmente la réserve en sulfate et aluminium mobilisés dans les CSH est plus importante. Par conséquent, la cinétique de précipitation de l'ettringite est accélérée. En outre, étant donné que pour les EU élevées le module d'Young est plus faible, l'amplitude de l'expansion est augmentée, d'où un temps de latence qui diminue avec le module d'Young.

La [Figure 153] présente l'évolution du temps de latence en fonction du module d'Young pour les deux bétons R1 et R0.

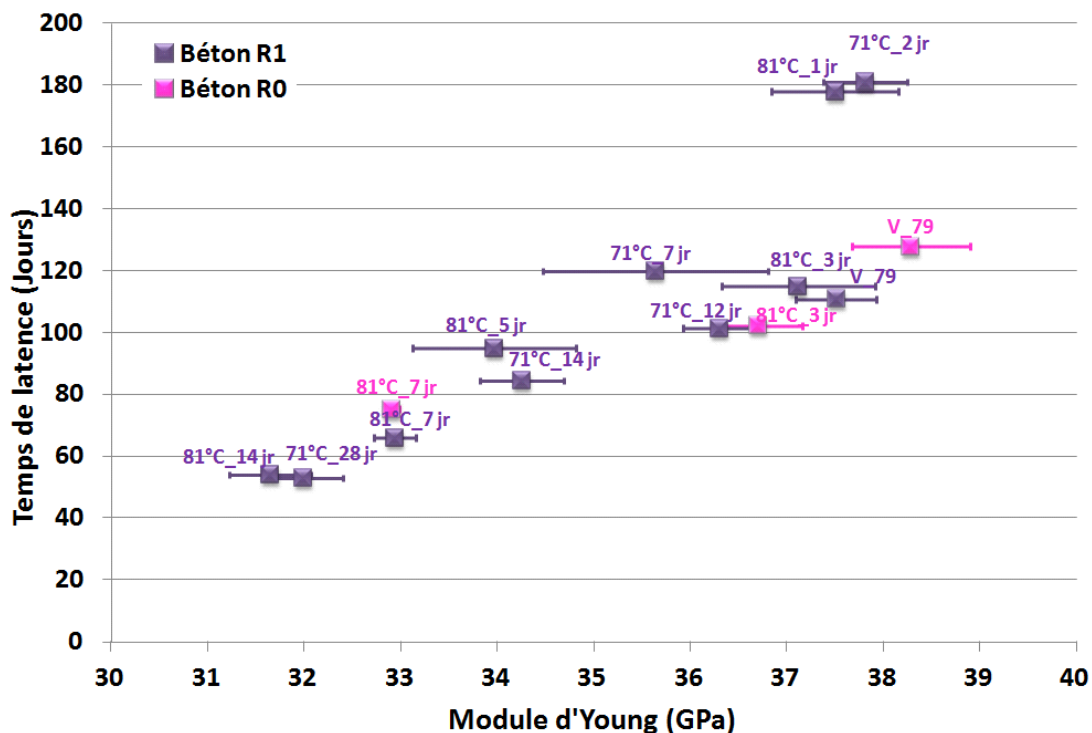


Figure 153 : Evolution du temps de latence en fonction du module d'Young initial (bétons R1 et R0)

Pour le béton R0 traité à 81°C pendant 3 et 7 jours et suite au traitement thermique de validation V_79 les résultats de cette corrélation sont comparables au béton R1, vu que :

- Les deux types de béton ont développé un module d'Young similaire suite pour des histoires thermiques similaires, ceci a été lié dans la section 4.5.1.2, à la dépendance du module d'Young à l'état de la microstructure de la matrice cimentaire.
- Les deux types de béton présentent un temps de latence comparable, comme il a été démontré dans la section 4.2.2.2. Le béton R0 aurait dû théoriquement développer un temps de latence plus long que le béton R1, vu les faibles teneurs en sulfates et aluminates du béton R0. Mais il présente aussi une faible teneur en alcalins qui est de 0,44% pour le béton R0 contre 1% pour le béton R1. Cette

faible teneur en alcalins accélère davantage la cinétique de précipitation de l'ettringite pour le béton R0, ce qui a conduit à un temps de latence comparable.

Cependant, un début d'expansion des éprouvettes en béton R0 traitées à 81°C pendant 1 jour, ainsi qu'une expansion faible avec une tendance ascendante dans le cas du traitement thermique à 81°C pendant 14 jours ont été enregistrés, respectivement après environ 380 jours et 350 jours de conservation. Ceci montre que, pour le cas R0_J_81_14, le temps de latence serait supérieur à 350 jours avec un module d'Young d'environ 31,5 GPa, et que pour le cas R0_J_81_1 le temps de latence serait supérieur à 380 jours avec un module d'Young d'environ 37,5 GPa. Par conséquent, on peut dire qu'il existe un module d'Young minimal au-dessous duquel le temps de latence augmente. Ce résultat devrait être pris avec précaution, vu que le temps de latence n'est pas lié directement au module d'Young. Donc pour le béton R0, traité pendant une durée comprise entre 1 et 3 jours et entre 7 et 14 jours le temps de latence est influencé plus par la lente cinétique de précipitation de l'ettringite causée par la non disponibilité d'une réserve suffisante d'aluminium. Cette limitation d'aluminium est liée à la mobilisation d'une quantité faible d'aluminium pour une courte durée de traitement thermique, et à la substitution du silicium par l'aluminium dans les CSH pour une longue durée de traitement thermique.

4.6 Effets de l'histoire thermique sur la teneur en ettringite

Des analyses de diffraction aux rayons X ont été réalisées afin de comprendre l'effet pessimum mis en évidence, sur la base des produits formés (section 3.3). Ces analyses ont été effectuées après la stabilisation des expansions sur un nombre réduit de cas compte tenu de contraintes économiques et de délais. On rappelle les échantillons ayant fait l'objet de cette étude :

- Béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 1, 3, 7 et 14 jours où un effet de pessimum a été observé entre 3 et 7 jours.
- Béton R1 traité tardivement à 81°C pendant 1, 3 et 14 jours où un effet de pessimum a été observé entre 7 et 14 jours.

On a voulu vérifier l'hypothèse émise par [Salgues 2013] selon laquelle l'effet de pessimum s'expliquerait par un piégeage stable des aluminates sous forme d'hydro-grenats.

On a également voulu quantifier autant que possible les différentes phases minéralogiques présentes dont évidemment l'ettringite.

L'ettringite a été identifiée par deux raies à 9,92 Å et à 5,66 Å appelées intensité 1 et intensité 2 respectivement dans la suite de cette section. La fraction d'ettringite a été associée au rapport de l'intensité du pic d'ettringite détectée par rapport à l'intensité maximale, qui correspond au quartz. L'objectif est de quantifier, approximativement, la quantité d'ettringite formée, sachant que les pics correspondent aux phases suffisamment cristallisées pour qu'elles soient détectables.

4.6.1 Béton R1 traité au jeune âge

La [Figure 154] présente la fraction d'ettringite normalisée par rapport au quartz en fonction de l'énergie thermique utile, pour le béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 1, 3,

Interprétations

7 et 14 jours. Tout comme les expansions finales, la fraction d'ettringite par rapport au pic de quartz semble avoir la même évolution vis-à-vis de l'EU, ceci semble valable pour les deux intensités 1 et 2 où l'ettringite a été détectée. Cette figure montre que la diminution des expansions est accompagnée d'une diminution de la fraction d'ettringite formée. Donc, l'analyse par rapport au rapport Al/S pourrait être appuyée par ces résultats. Par conséquent, l'hypothèse de la diminution du caractère expansif à cause de la précipitation d'une faible quantité d'ettringite est renforcée.

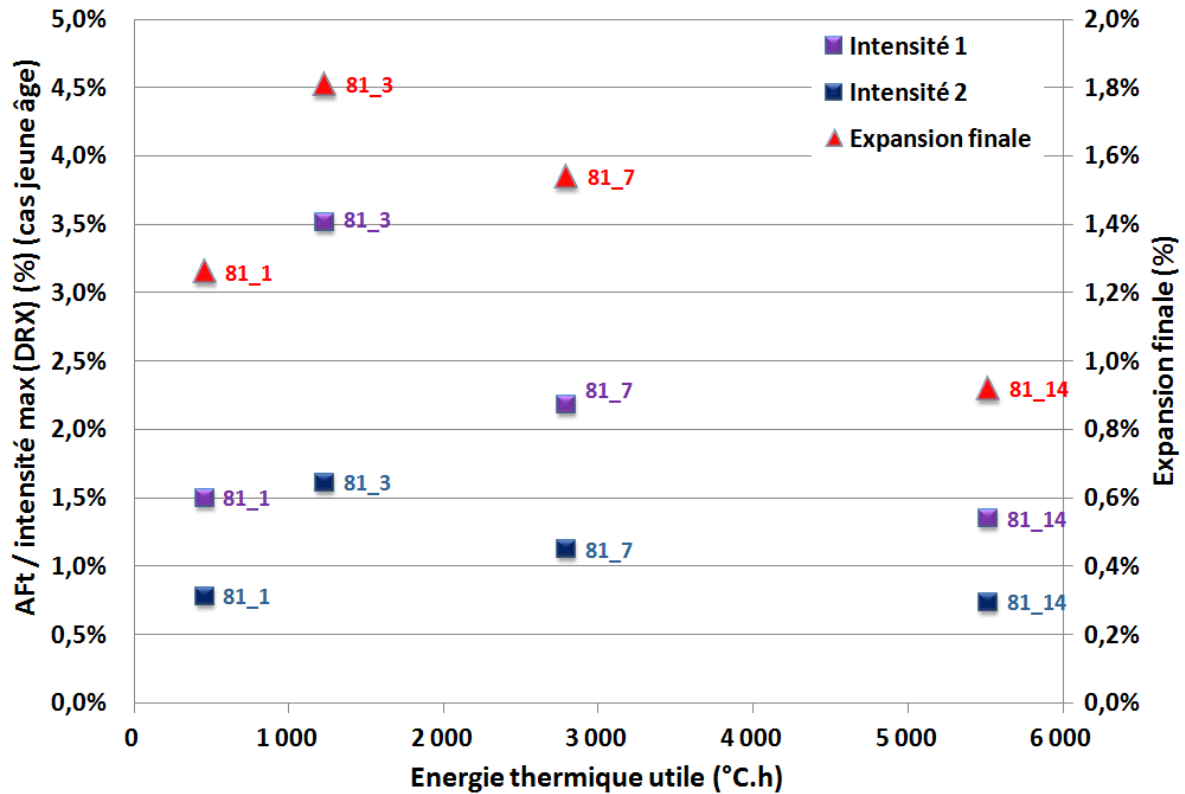


Figure 154 : Fraction d'ettringite (béton R1 traité au jeune âge) en fonction de l'énergie thermique utile

La [Figure 155] montre, sur la base de cette analyse, qu'il existe une corrélation entre l'expansion finale et la fraction d'ettringite formée.

Interprétations

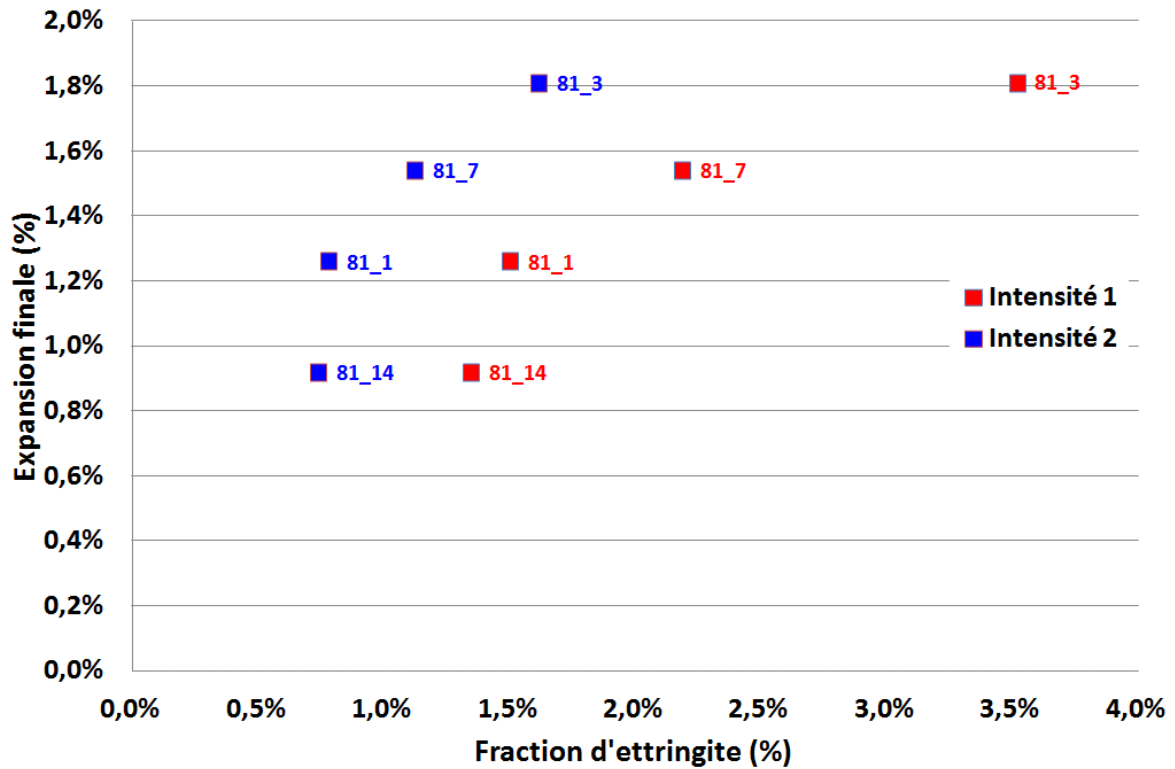


Figure 155 : Expansion finale en fonction de la fraction d'ettringite (béton R1 traité au jeune âge)

4.6.2 Béton R1 traité tardivement

De même que pour le béton R1 traité au jeune âge, les fractions d'ettringite, calculées à partir des résultats DRX, ont été comparées à l'EU [Figure 156] pour le béton R1 traité tardivement. Cette figure montre que la fraction d'ettringite, varie d'une manière similaire aux expansions finales.

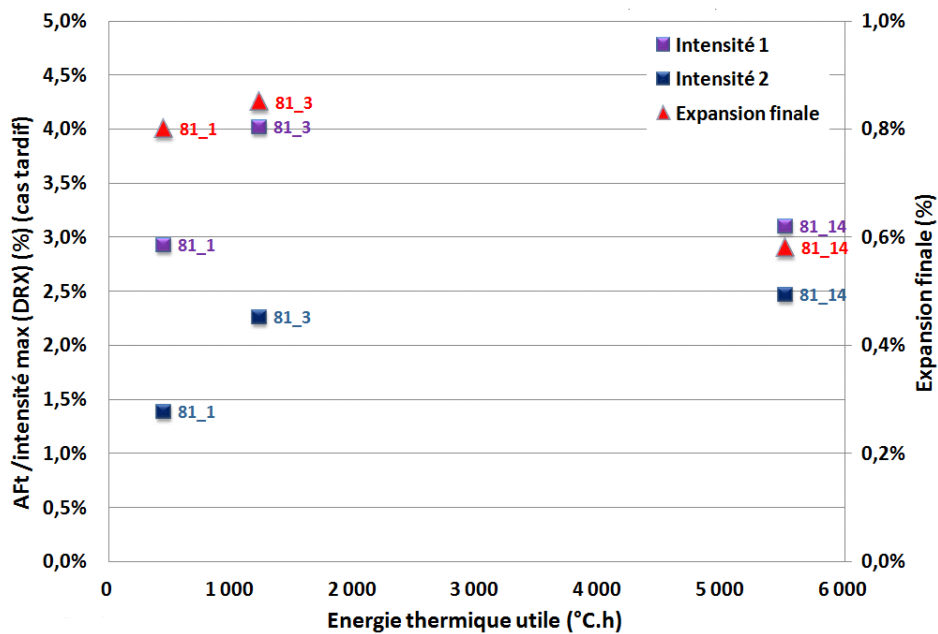


Figure 156 : Fraction d'ettringite (béton R1 traité tardivement) en fonction de l'énergie thermique utile

Cependant, on ne retrouve pas la même relation entre expansion finale et fraction d'ettringite que pour le cas du béton traité au jeune âge [Figure 157]. Ceci pourrait être dû au fait que, pour un traitement thermique tardif, les microfissures créées suite au traitement thermique tardif donneraient des zones libres où une partie de l'ettringite pourrait être formée librement sans caractère expansif.

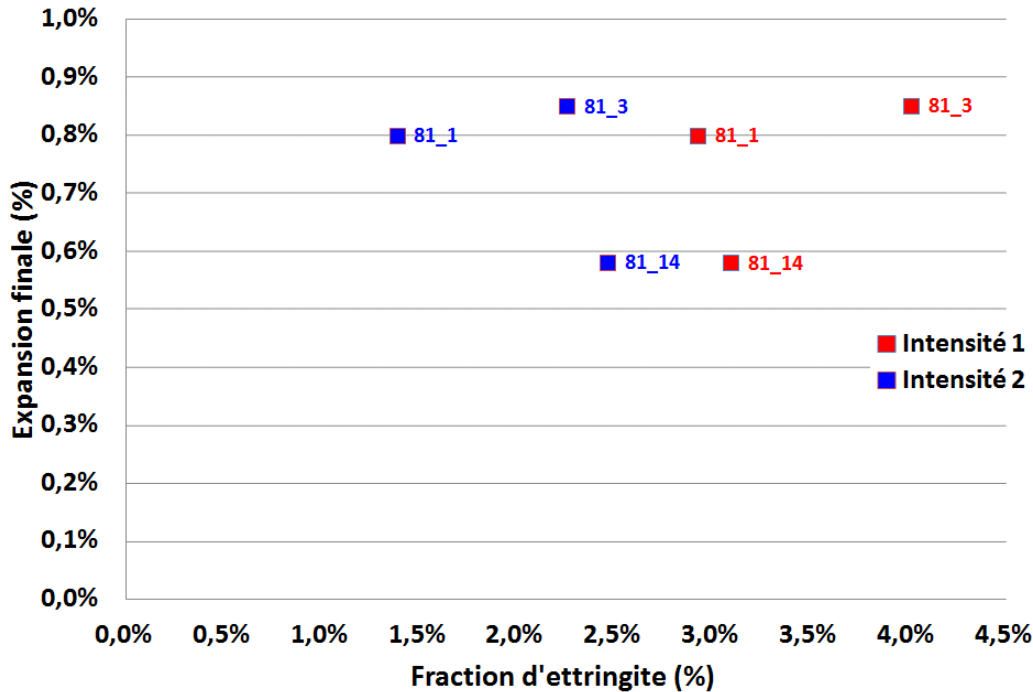


Figure 157 : Expansion finale en fonction de la fraction d'ettringite (béton R1 traité tardivement)

4.7 Confrontation de l'énergie thermique utile aux modèles proposés dans la littérature

Dans la section 4.2 les paramètres de gonflement, calés via la loi proposée dans la section 3.2.7.2, ont été comparés à l'énergie thermique utile avec prise en compte d'une température seuil de 65°C afin de combiner à la fois l'effet de la température et de la durée d'échauffement. Des courbes maîtresses ont été mises en évidence entre cette grandeur et l'expansion ϵ_{∞} , le temps de latence et le temps caractéristique, ainsi que le module d'Young. Ce choix simple et efficace nécessite d'être confronté aux modèles issus de la littérature, fondés sur l'idée que la déstabilisation de l'ettringite est une réaction chimique thermoactivée obéissant à la loi d'Arrhenius. L'énergie thermique utile va être comparée aux indicateurs utilisés dans les modèles [Baghdadi 2008] et [Salgues 2013].

4.7.1 Confrontation de l'énergie thermique utile à l'indice de modification de la microstructure proposé par [Salgues 2013]

Dans son modèle physico-chimique, [Salgues 2013] a pris en compte l'effet de l'élévation de la température au jeune âge à travers une grandeur nommée indice de modification de la microstructure I_μ [Equation (21)].

$$I_\mu = \int_0^t (A_{T/R} - 1)^+ \frac{\partial \alpha}{\partial t} dt \quad 21$$

Avec :

$$A_{T/R} = \exp\left(-\frac{E_{AR}}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right)$$

Où E_{AR} est l'énergie d'activation thermique pour le processus d'hydratation [Salgues 2013], et α est le degré d'avancement de la réaction d'hydratation.

Cet indice est primordial, pour le modèle de [Salgues 2013], afin de décrire l'effet pessimum observé par [Brunetaud 2005], notre objectif est de comparer l'évolution de cet indice en fonction de l'énergie thermique utile, qu'on a proposé dans ce document, pour les différentes histoires thermiques appliquées lors de cette étude.

Cependant, le calcul de cet indice, donne le même résultat pour les traitements thermiques à 81°C pendant 1, 3, 5, 7 et 14 jours. Ceci est dû au fait que cet indicateur dépend de la dérivée du degré d'avancement en fonction du temps [Equation (21)]. Par conséquent, comme l'hydratation a été réalisée dans des conditions thermiques sévères (81°C), le degré d'avancement atteindra une valeur maximale et constante dès les premiers jours d'hydratation, ainsi la dérivée du degré d'avancement en fonction du temps s'annule à partir environ un jour d'échauffement. Par suite, cet indice aura la même valeur pour les différents traitements thermiques à 81°C pendant 1, 3, 5, 7 et 14 jours.

Dans l'état actuel de sa calibration, cet indicateur ne permet donc pas de différencier les traitements thermiques à température élevée pour plusieurs durées d'échauffement tels qu'ils sont présentés dans cette étude. Donc, il ne peut pas être lié à l'énergie thermique utile proposée dans le cadre de ces travaux.

4.7.2 Confrontation de l'énergie thermique utile à un modèle de type Arrhenius

Ce type de loi a été utilisé dans les modèles de prédiction des expansions finales dans le cadre des études [Baghdadi 2008] et [Martin et al. 2012]. L'[Equation (22)] présente ainsi une autre façon de prendre en compte l'histoire thermique appliquée au jeune âge.

$$I = \begin{cases} \int e^{\left(\frac{-E}{R} \times \frac{1}{T(t)-T_0}\right)} dt & \text{Si } T(t) > T_0 \\ 0 & \text{Sinon} \end{cases} \quad 22$$

Avec :

E= énergie d'activation de la dégradation thermique de l'ettringite primaire

R= Constante des gaz parfaits

T₀= température seuil de déstabilisation de l'ettringite

L'indice I a été calculé en utilisant les paramètres de calage de [Martin et al. 2012]. Le [Tableau 30] présente les paramètres de calage de la loi de couplage proposés dans [Martin et al. 2012] sur la base des résultats expérimentaux de [Baghdadi 2008].

Tableau 30 : Paramètres de calage [Martin et al. 2012]

E (J/mol)	R (J/mol K)	T ₀ (°C)
438	8,314	43,3

La [Figure 158] montre une comparaison entre ces valeurs de l'indice I et l'EU des différentes histoires thermiques appliquées dans le cadre de cette étude. Cette figure présente une corrélation entre ces deux grandeurs, mais pas de relation bijective, du moins en utilisant les paramètres de calage présentés dans le [Tableau 30].

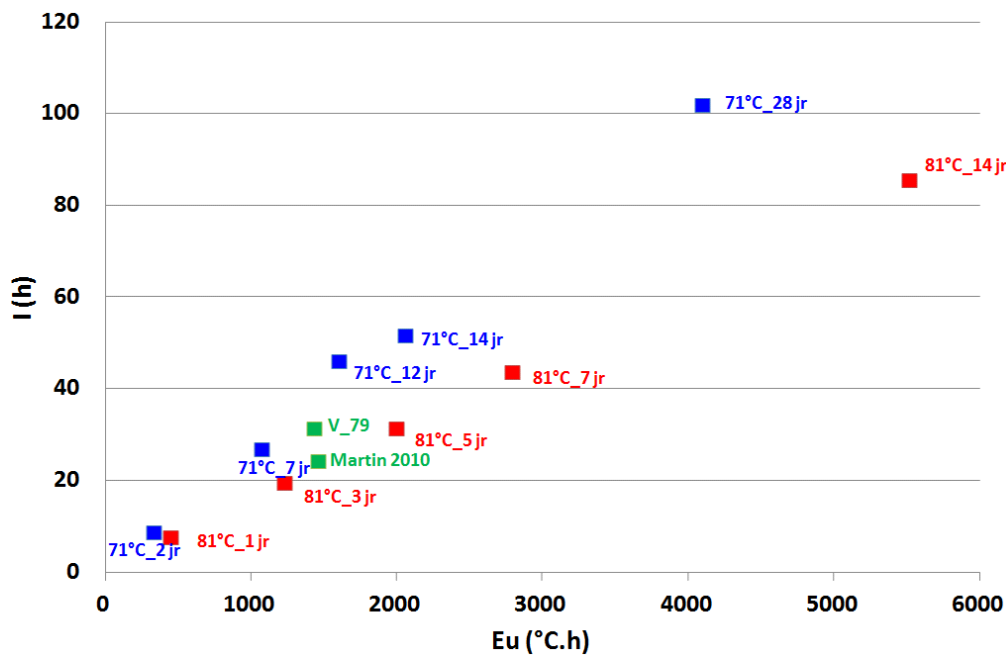


Figure 158 : comparaison entre l'indice I (calculé avec les paramètres du Tableau 30) en fonction de l'énergie thermique utile

Interprétations

Le calage du [Tableau 30] a l'inconvénient de faire apparaître une température seuil excessivement faible par rapport aux acquis de la littérature. On a alors choisi de fixer le paramètre T_0 à 65°C. Par la suite, un nouveau calage, par optimisation manuelle, a été fait pour l'énergie d'activation ($E = 80 \text{ J/mol}$). La [Figure 159] présente la comparaison de l'indice I calculé avec ces nouveaux paramètres (récapitulés dans le [Tableau 31]) et l'EU.

Tableau 31 : Paramètres modifiés

E (J/mol)	R (J/mol K)	T_0 (°C)
80	8,314	65

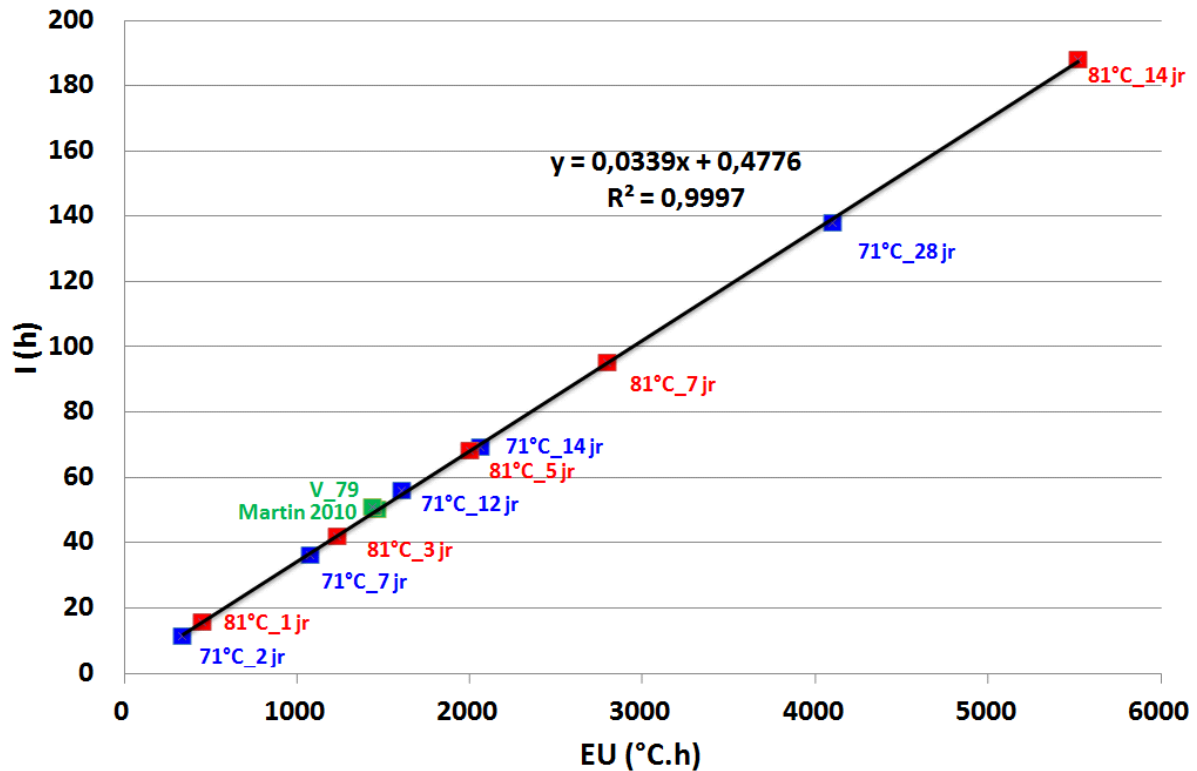


Figure 159 : Comparaison entre l'indice I (calculé avec les paramètres du Tableau 31) et l'énergie thermique utile

Cette figure montre une corrélation linéaire entre ces deux indicateurs (EU et I), qui prennent ainsi en compte l'effet combiné de la température et de la durée d'échauffement. Compte tenu de sa pertinence dimensionnelle (homogène à un « temps efficace de déstabilisation de l'ettringite »), l'indicateur I pourrait donc être utilisé de façon équivalente à EU dans le but de caler les lois de couplages mises en évidence dans notre travail.

4.8 Interprétations et modélisation

Dans l'objectif de prédire les résultats des expansions (cinétique et magnitude) obtenues dans cette étude, un modèle empirique prenant en compte les teneurs en sulfates, aluminates et alcalins des deux bétons étudiés est proposé.

Le développement des expansions dues à la RSI dépend en effet de la quantité d'AFt formée, ayant un caractère expansif, à long terme (lors de la phase de vieillissement).

Dans la section 4.2, les paramètres d'expansion ε_{∞} , τ_L et τ_c ont été liés à l'énergie thermique utile de la phase de cure thermique au jeune âge. Trois gammes d'EU ont été identifiées suivant la variation du rapport Al/S qui pilote la formation de l'AFt. Ce rapport Al/S dépend notamment de la quantité disponible d'aluminium sous forme d'ions adsorbés dans les CSH. Les trois gammes d'EU identifiées sont :

$0 \leq EU \leq EU_{RSI}$: Dans cette gamme, le rapport Al/S diminue avec l'EU. La diminution de ce rapport pourrait être due principalement à la diminution de la concentration en Al, causée par l'augmentation du taux de substitution de Si par Al dans les CSH. Ainsi, dans cette gamme il existe une première « sous gamme » de l'EU où la phase la plus stable serait l'AFm, et une deuxième « sous gamme » caractérisée par la coexistence de l'AFm et une quantité d'AFt sans caractère expansif. Dans cette deuxième sous gamme, la quantité d'AFt formée augmente en fonction de l'EU jusqu'à une énergie thermique utile « seuil », qu'on appellera EU_{RSI} , à partir de laquelle, la quantité d'ettringite formée serait suffisante pour appliquer des pressions de cristallisations. Cette valeur de l' EU_{RSI} , doit tenir compte de l'EU fournie couplée avec la teneur en alcalins, comme il a été montré pour les résultats d'expansion finale pour le béton R0. Elle est presque nulle pour le béton R1, et d'environ 1500°C.h pour le béton R0.

$EU_{RSI} < EU < EU_{RSI_{max}}$: Dans cette gamme, le rapport Al/S diminue davantage à cause de la formation des CASH jusqu'à atteindre une valeur de 2/3, rapport offrant la stabilité de l'AFt en quantité maximale. Par conséquent, la quantité d'AFt ayant un caractère expansif augmente de EU_{RSI} jusqu'à $EU_{RSI_{max}}$.

$EU_{RSI_{max}} < EU < EU_{RSI_{min}}$: dans cette gamme, le rapport Al/S deviendrait inférieur à 2/3, l'AFt diminue au détriment de la formation d'AFm, jusqu'à une énergie thermique de $EU_{RSI_{min}}$ au-delà de laquelle les expansions seraient faibles voire absentes si tout l'aluminium est consommé dans la formation de CASH voire de CAH.

Selon la littérature, la quantité de sulfates adsorbés dans les CSH dépend de leur concentration dans la solution interstitielle [Barbarulo 2002]. D'autre part, la concentration est plus élevée quand la quantité d'AFt déstabilisée est importante. La quantité d'AFt déstabilisée augmente avec l'énergie thermique fournie. Par conséquent, la quantité de sulfates adsorbés est liée indirectement à l'énergie thermique fournie.

L'[Equation 23] présente une proposition d'évolution d'un indicateur de la quantité de sulfates adsorbés dans les CSH. Il dépend de l'énergie thermique utile EU qui pilote la déstabilisation de l'AFt, de la concentration de SO_3 dans la solution interstitielle, directement liée à la teneur en sulfates initiale dans le béton (SO_3), et de la teneur en alcalins équivalents Na_2O_{eq} . A est un paramètre de calage (=300, cohérent avec des concentrats exprimés en kg/100 l), ce paramètre pilote la vitesse d'adsorption des SO_3 dans les CSH. Une forme d'évolution exponentielle a été choisie afin d'avoir une asymptote pour une EU suffisamment

importante, en prenant comme hypothèse une possible adsorption de tous les sulfates dans les CSH. La [Figure 160] décrit l'évolution de la loi proposée [Equation (23)].

$$I_{\text{Sulfates ad}} = \text{SO}_3 \times \left(1 - e^{\left(\frac{-E_U}{A/\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}} \right)} \right) \quad 23$$

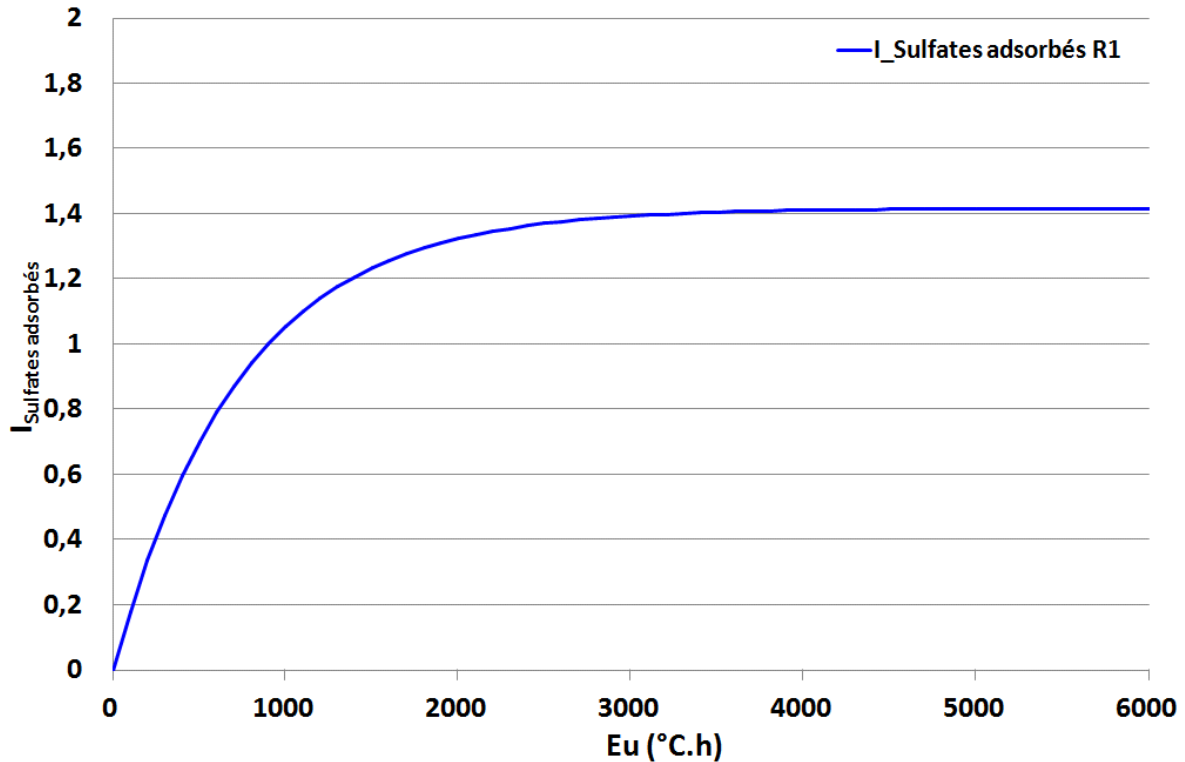


Figure 160 : Evolution de la quantité de sulfates adsorbés dans les CSH

La partie post-pessimum évoquée dans la section 4.2.1, caractérisée par une diminution de l'expansion finale en fonction de l'EU a été attribuée à la non disponibilité d'une quantité d'aluminium suffisante pour réagir avec les sulfates désorbés des CSH dans le but de former l'ettringite. Par conséquent, la diminution des expansions à partir d'une EU d'environ 2000°C.h est probablement due à la diminution de la quantité d'ettringite formée, comme il a été confirmé par les résultats de la DRX (voir section 4.6.1). Afin d'intégrer ce phénomène dans l'objectif de modéliser l'expansion finale causée par la RSI, l'évolution de l'aluminium libre a été décrite par une fonction décroissante.

L'[Equation (24)] présente une proposition d'un indicateur d'évolution de la quantité d'aluminium disponible en fonction de l'EU, de la teneur en Al_2O_3 initiale et de la teneur en alcalins équivalents, en plus d'un paramètre de calage B (= 13000, cohérent avec des concentrations exprimées en kg/100 l). Pour une EU nulle, la quantité d'aluminium disponible dans la solution interstitielle est égale à sa teneur initiale (Al_2O_3), cette dernière diminue en fonction de l'EU par substitution des Si des CSH par Al afin de former des CASH voire des CAH [Famy et al. 2002]. La [Figure 160] décrit l'évolution de la loi proposée [Equation (24)].

$$I_{\text{Aluminium libres}} = \text{Al}_2\text{O}_3 \times e^{\left(\frac{-E_U}{B \times \text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}} \right)} \quad 24$$

Interprétations

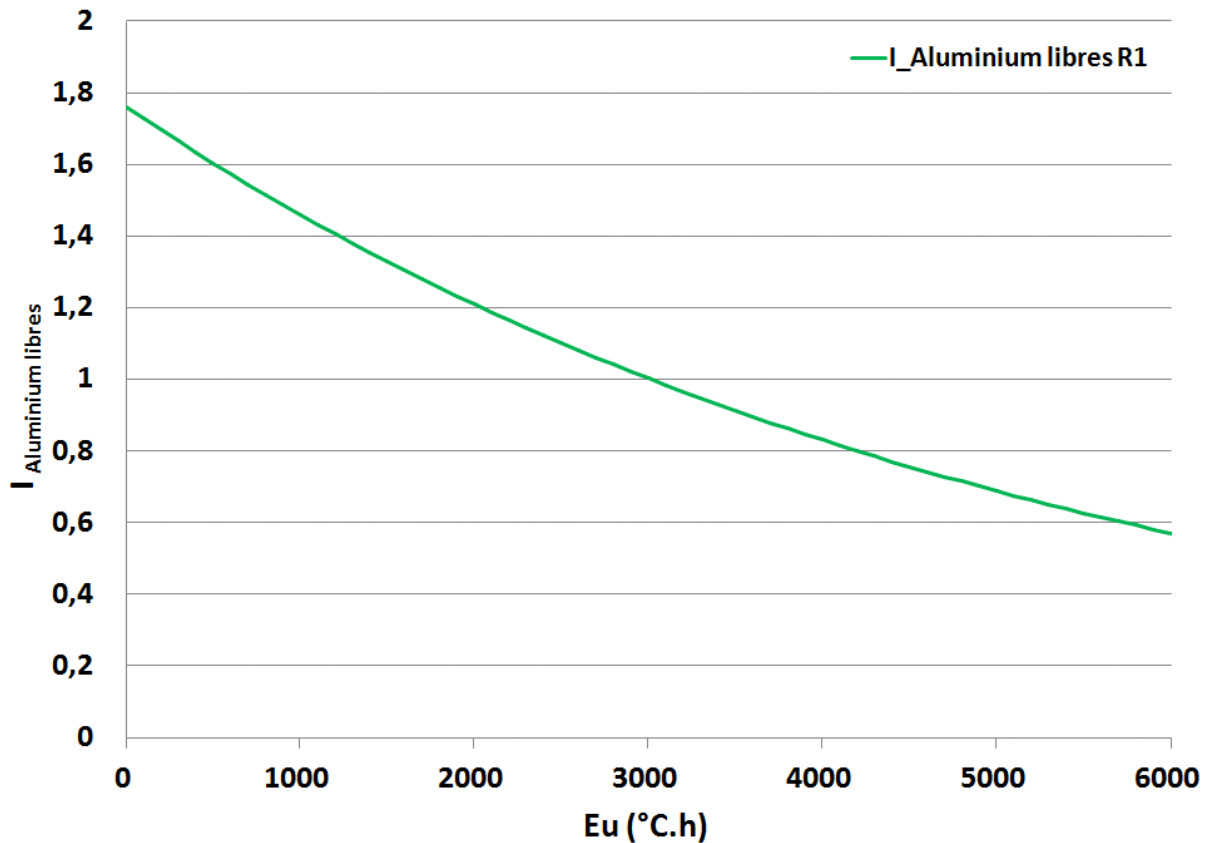


Figure 161 : Evolution de la quantité d'aluminium libre en fonction de l'EU.

La formation d'ettringite est pilotée par la présence des sulfates et de l'aluminium. Cette précipitation résulte de la combinaison des deux phénomènes décrits ci-dessus (adsorption des sulfates et formation des CASH). Par conséquent, l'évolution de la formation d'ettringite pourrait être exprimée par le produit des deux équations proposées. L'[Equation (25)] présente l'évolution d'un indicateur d'ettringite (I_{AFt}) (en se basant sur l'expression du produit de solubilité de l'ettringite), fonction des teneurs en sulfates, aluminium et alcalins initiales dans le béton et de l'énergie thermique utile EU.

$$I_{AFt}(E_U, SO_3, Al_2O_3, Na_2O_{eq}) = SO_3 \times \left(1 - e^{\left(\frac{-E_U}{(A/Na_2O_{eq})} \right)} \right) \times Al_2O_3 \times e^{\left(\frac{-E_U}{(B \times Na_2O_{eq})} \right)} \quad 25$$

La [Figure 162] présente l'évolution de l'indicateur I_{AFt} proposé correspondant au potentiel de formation d'ettringite différée en fonction de l'EU [Equation (25)]. Cette figure montre que l'indicateur de formation d'ettringite augmente avec EU, jusqu'à une valeur d'environ 1500°C.h à partir de laquelle il diminue. L'évolution de cet indice I_{AFt} a été comparée aux résultats d'expansion infinie du béton R1 en émettant l'hypothèse que l'expansion augmente avec la quantité d'ettringite formée, comme il a été observé suite à la comparaison de la fraction d'ettringite quantifiée à partir des résultats de la DRX en fonction de l'expansion finale (voir section 4.6.1).

Interprétations

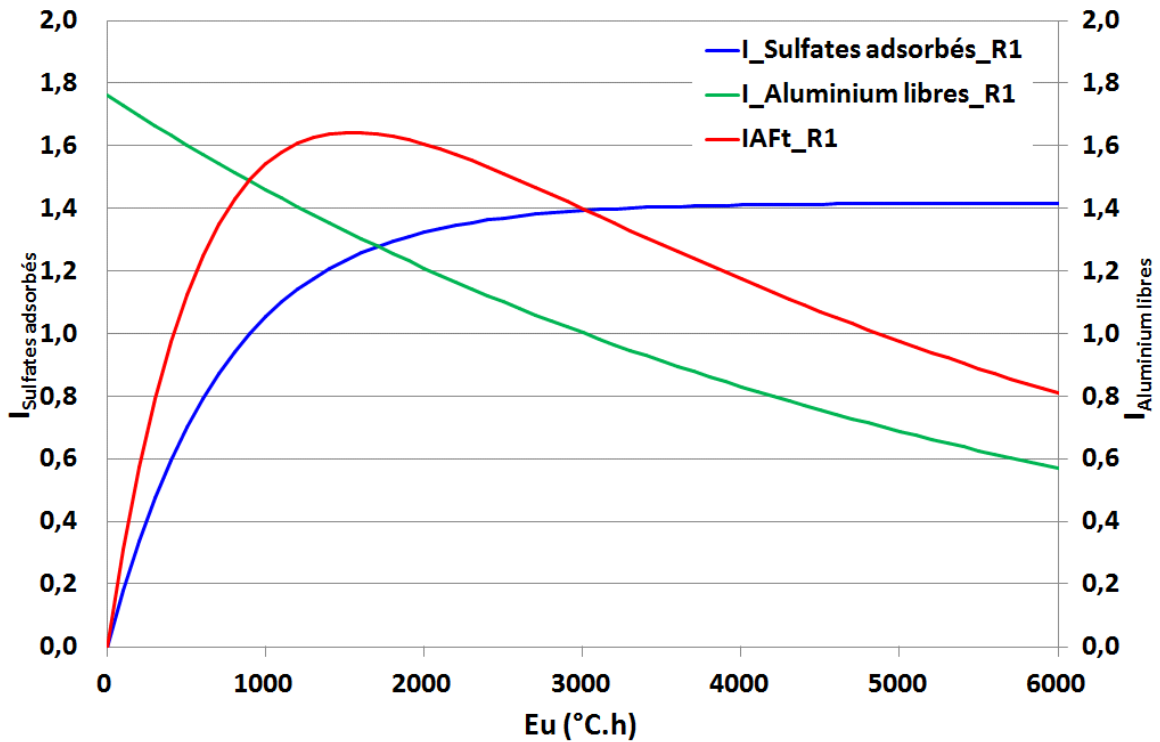


Figure 162 : Evolution des sulfates, aluminium et de l'ettringite en fonction de l'EU (béton R1)

La [Figure 163] présente une comparaison entre les résultats d'expansions finales du béton R1 traité au jeune âge et l'indicateur I_{AFt} proposé. Cet indicateur a la même allure que les expansions finales, et passe par l'ensemble du nuage de points.

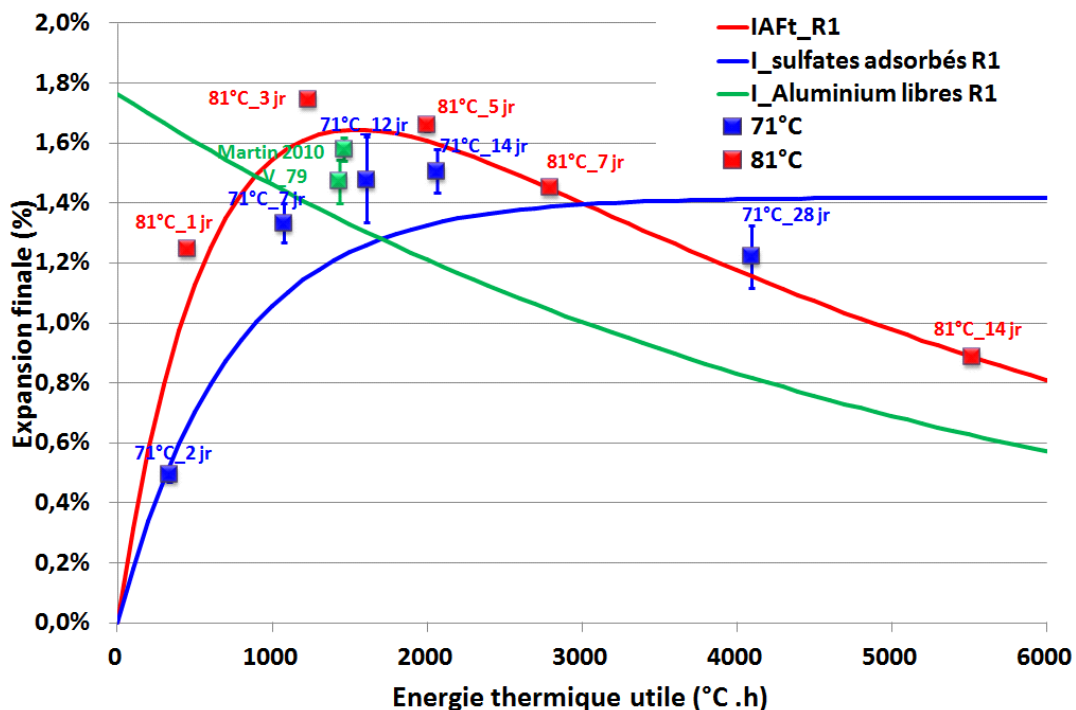


Figure 163 : comparaison de loi d'expansion proposée avec les résultats expérimentaux (béton R1)

Le [Tableau 32] suivant récapitule l'ensemble des paramètres utilisés pour le calcul de I_{AFt_R1} :

Interprétations

Tableau 32 : Paramètres de calcul de l'indice I_{AFt} pour le béton R1

A	B	SO ₃ (kg/100 litres)	Al ₂ O ₃ (kg/100 litres)	Na ₂ O _{eq} (kg/100 litres)
300	13000	1,418	1,763	0,41

Comme pour la formule R1, la formation d'ettringite pour le béton R0 a été tracée en utilisant les mêmes équations proposées des indices d'adsorption de sulfates et aluminium libres, les seuls paramètres modifiés sont les teneurs initiales de sulfates, aluminium et alcalins. Les paramètres de calage A et B n'ont pas été modifiés. La [Figure 164] présente les résultats d'évolution des trois lois proposées pour la formule R0.

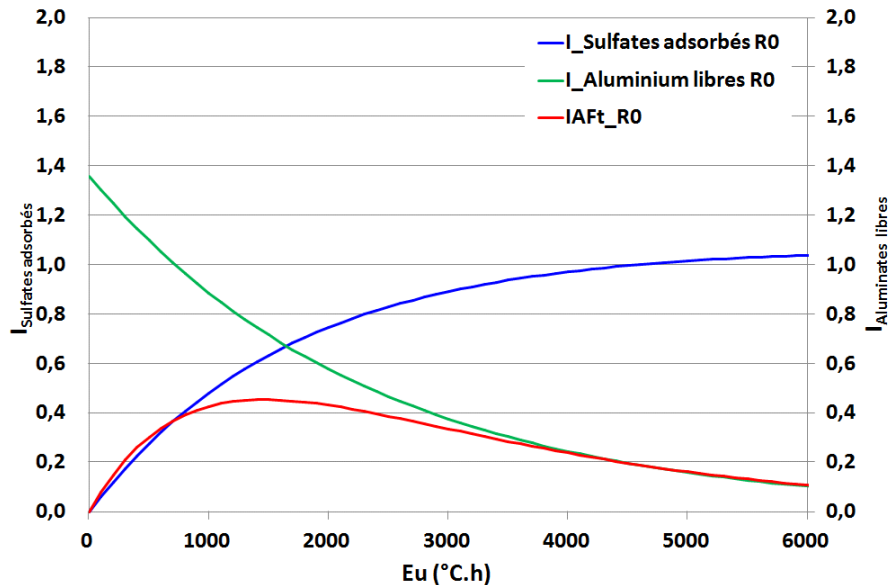


Figure 164 : Evolution des sulfates, aluminium et de l'ettringite en fonction de l'EU (béton R0)

La [Figure 165] présente une comparaison entre le modèle proposé (basé sur l'évolution de I_{AFt}) et les résultats expérimentaux du béton R0.

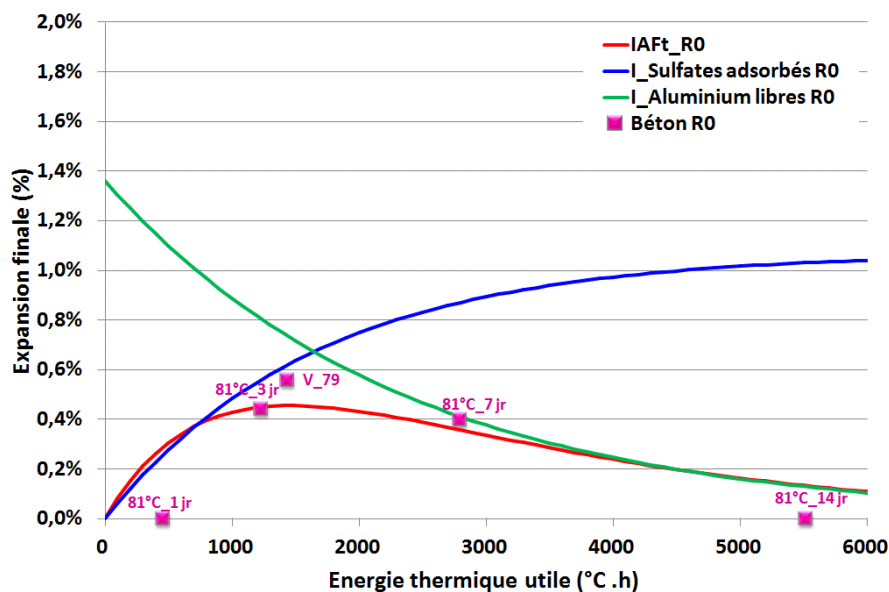


Figure 165 : Comparaison de loi d'expansion proposée avec les résultats expérimentaux (béton R0)

Interprétations

Le [Tableau 33] suivant récapitule l'ensemble des paramètres utilisés pour le calcul de I_{AFt_R0} :

Tableau 33 : Paramètres de calcul de l'indice I_{AFt} pour le béton R0

A	B	SO ₃ (kg/100 litres)	Al ₂ O ₃ (kg/100 litres)	Na ₂ O _{eq} (kg/100 litres)
300	13000	1,070	1,361	0,18

Il faut noter que, comme il a été montré dans la section 3.2.1.2, les éprouvettes du cas R0_J_81_1 ont développé un déclenchement d'expansion après environ 350 jours, et celles du cas R0_J_81_14 ont développé également tardivement une expansion ayant une tendance ascendante. Donc, les écarts entre les expansions finales et I_{AFt} du béton R0 traité à 81°C pendant 1 et 14 jours pourraient diminuer.

Cette proposition de loi donnant l'expansion finale en fonction de l'énergie thermique et la composition chimique du ciment, apparaît globalement valable pour les deux bétons étudiés R1 et R0. Cependant, elle ne fait apparaître que des fondamentaux chimiques, alors que des éléments de structure devraient également être pris en compte. Ceci représente l'une des limitations actuelles et constitue une perspective d'évolution.

Dans l'objectif de l'application de notre proposition dans le cadre de la gestion des ouvrages touchés par la RSI, la [Figure 166] illustre les courbes maîtresses mises en évidence liant l'expansion finale, le temps de latence et le temps caractéristique à l'énergie thermique utile, en plus des prédictions de la loi proposée par l'indicateur I_{AFt} (pour le béton R1) [Equation (25)], et deux équations en fonction de l'énergie thermique utile afin de prédire les temps de latence [Equation (26)] et temps caractéristique [Equation (27)].

$$\tau_L(E_U) = 52 + 180 \times e^{\left(\frac{-E_U}{1200}\right)} \quad 26$$

$$\tau_C(E_U) = 9 + 40 \times e^{\left(\frac{-E_U}{600}\right)} \quad 27$$

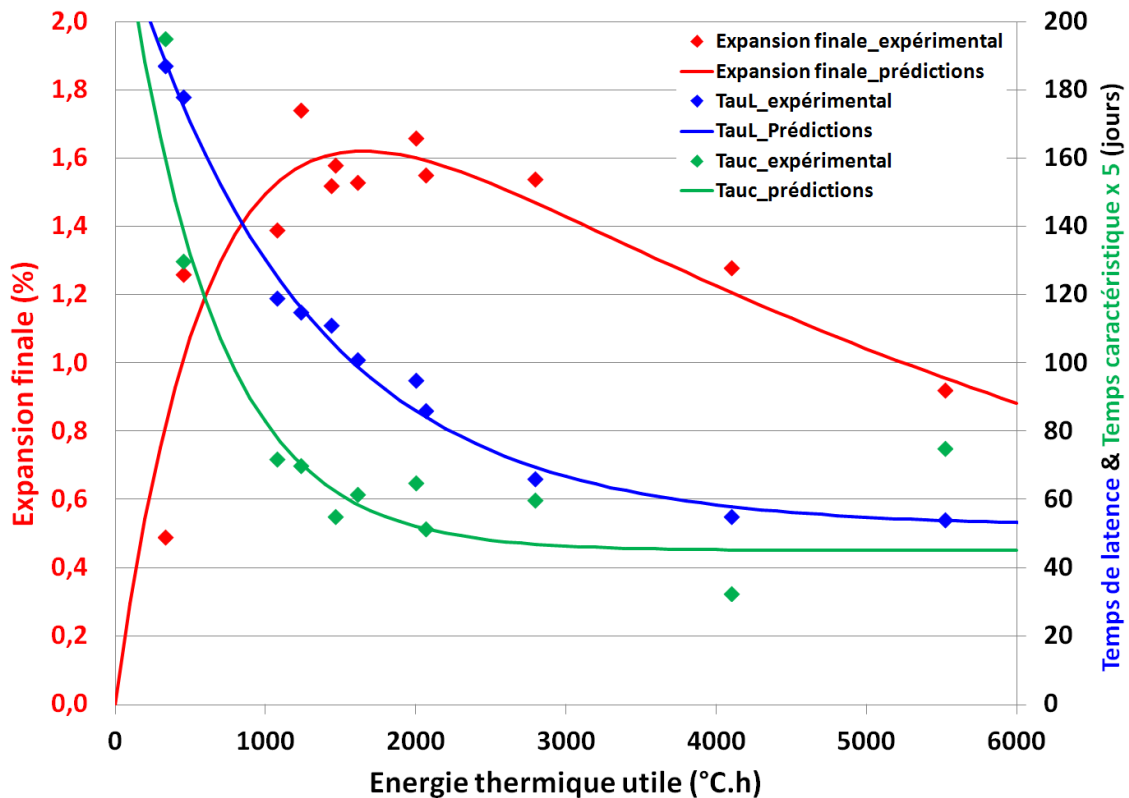


Figure 166 : Prédictions des paramètres d'expansion (expansion finale, temps de latence et temps caractéristique) en fonction de l'énergie thermique utile (béton R1)

Cette [Figure 166], illustre la possibilité de déterminer, pour un béton et une histoire thermique donnés, l'expansion finale, le temps de latence et le temps caractéristique, valeurs à intégrer dans la loi de Larive afin de reproduire l'expansion en fonction du temps.

L'expansion en fonction du temps déterminée avec cette méthodologie, est une expansion chimique, qui pourrait être intégrée dans un modèle de type CESAR-RGIB prenant en compte :

- Un calcul thermique au jeune âge : avec lequel on fait une analyse thermique au jeune âge des structures, suite à l'exothermie de l'hydratation ou à un cas de préfabrication. Ceci permet de déterminer le champ de température au jeune âge et d'en déduire le champ des énergies thermiques utiles de l'ensemble des nœuds de la structure. Par la suite, avec les trois lois illustrées dans la [Figure 166], on peut déterminer les paramètres ε_{∞} , τ_L et τ_C de l'ensemble des nœuds de la structure.
- Des calculs hydrique et thermique : traduisant les conditions d'exposition réelles de la structure touchée par la RSI. Ces deux calculs influencent les cinétiques d'expansions ainsi que l'expansion finale.
- Un calcul mécanique : afin de lier l'expansion chimique à l'état de service de la structure (chargement extérieur...).

Un exemple de l'intégration de la loi de couplage [Martin et al.2012] dans le module CESAR-LCPC est reporté dans l'Annexe 8.

Le résultat de cette analyse pourrait donner l'expansion en fonction du temps sous forme de fuseau (en tenant compte des écarts-types obtenus sur l'expansion finale, sur le temps de latence et, sur le temps caractéristique) [Figure 167].

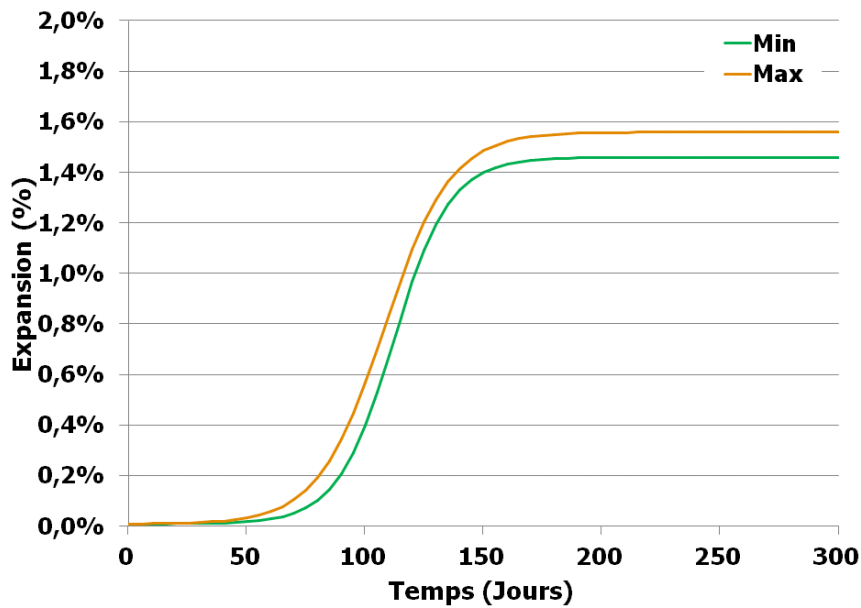


Figure 167 : Exemple de prédiction de l'expansion due à la RSI en fonction de temps

La [Figure 168] présente les grande lignes de l'organigramme de prédiction des expansions en fonction du temps au niveau de l'ensemble des nœuds des structures touchées par la RSI, dans le cadre de gestion des structures touchées par la RSI.

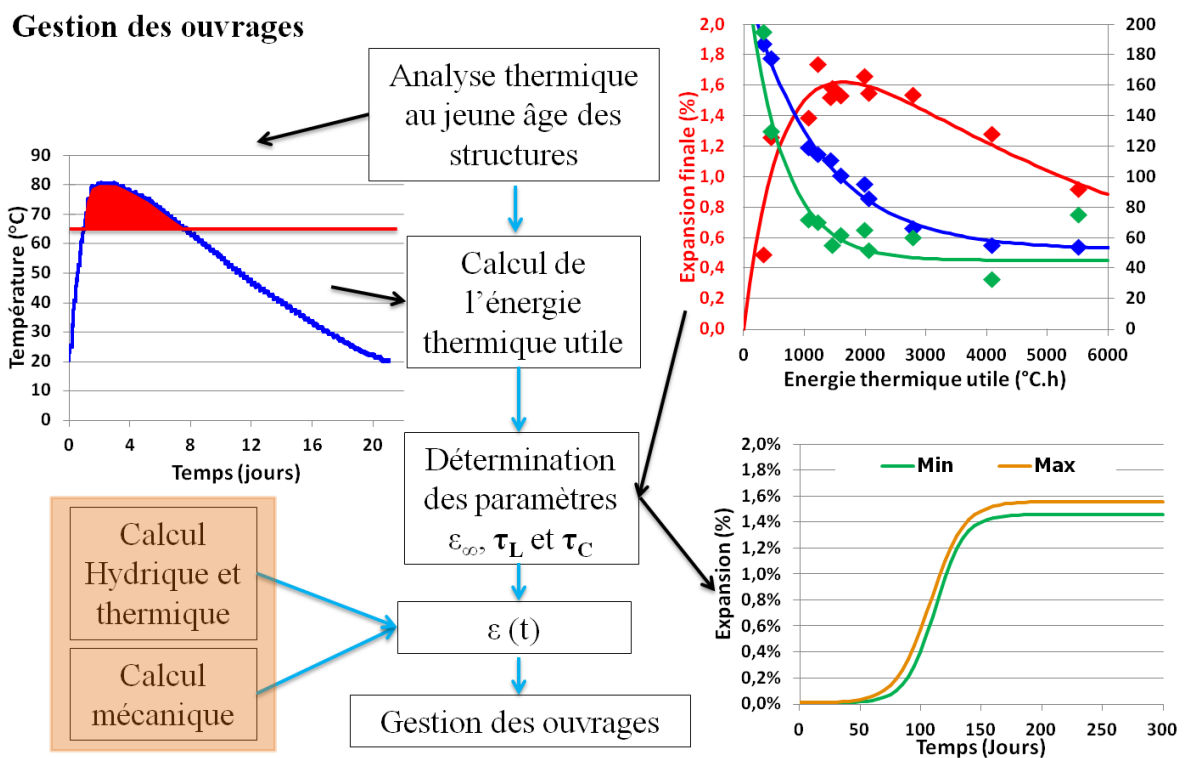


Figure 168 : Organigramme de prédiction des expansions dues à la RSI

4.9 Conclusions

Dans ce chapitre, les résultats de caractérisation mécanique et les paramètres d'expansion (expansion finale, temps de latence et temps caractéristique) ont été liés aux différentes histoires thermiques appliquées.

L'absence d'expansion après environ 550 jours pour le cas 61°C_14 jours permet de supposer que la température seuil du déclenchement de la RSI est supérieure à 61°C, au moins pour les deux bétons étudiés.

Dans cette thèse, on s'est basé sur l'hypothèse donnant un seuil de 65°C pour le développement de la RSI. Les paramètres de gonflement des différentes courbes d'expansions, déterminés avec la loi proposée dans la section 3.2.7.2, ont été liés à l'énergie thermique utile avec cette température seuil.

Dans le cas du traitement thermique au jeune âge, des courbes maîtresses ont été mises en évidence et lient les paramètres de gonflement à l'EU. En effet, l'expansion finale augmente avec EU jusqu'à une valeur de l'ordre de 2000°C.h, à partir de laquelle les expansions diminuent. Ceci peut être lié à la substitution du silicium par l'aluminium dans les CSH conduisant par la suite à la diminution de la quantité de l'ettringite pouvant précipiter, d'où une diminution de l'expansion finale. Le temps de latence et le temps caractéristique diminuent lorsque l'EU augmente.

Dans le cas d'un traitement thermique tardif, on a également mis en évidence une courbe maîtresse liant l'expansion finale à l'énergie thermique utile, avec une valeur pessimum supérieure à celle mise en évidence dans le cas d'un échauffement au jeune âge. Les expansions finales sont plus faibles que celles enregistrées dans le cas du traitement thermique au jeune âge, notamment au niveau des énergies thermiques utiles correspondantes au cas du traitement thermique à 81°C pendant 1 et 3 jours. Les cinétiques d'expansion (temps de latence et caractéristique) sont peu variables, au moins sur la gamme d'énergie thermique utile appliquée dans cette recherche, et sont nettement plus rapides que celles développées dans le cas du traitement thermique au jeune âge.

Les résultats de la caractérisation mécanique suite aux différents traitements thermiques au jeune âge ont été également liés à l'énergie thermique utile. Cette grandeur semble prendre en compte les effets de la température et de la durée d'échauffement sur la microstructure du béton ainsi que la durée de conservation avant l'échéance des essais mécaniques.

Une loi de couplage qui donne l'expansion finale en fonction de l'histoire thermique au jeune âge décrite par l'EU et les teneurs en sulfates, aluminates et alcalins initiale a été proposée, elle est valable pour les deux bétons étudiés. Cette loi paraît fournir une quantification cohérente avec l'ensemble des résultats et avec les mécanismes chimiques et mécaniques probables.

Conclusions

La réaction sulfatique interne est une pathologie endogène qui touche certains ouvrages en béton. Cette pathologie est causée par la précipitation tardive de l'ettringite, produit normal de l'hydratation de ciment, sous plusieurs conditions. L'histoire thermique constitue l'élément clé pour le déclenchement de cette pathologie. Dans le cadre de la prévention de cette pathologie, du diagnostic et de la gestion des ouvrages à risque, il est apparu nécessaire de quantifier plus précisément l'effet combiné de la température et de la durée d'échauffement sur le développement des expansions en termes de cinétique et expansion finale.

La campagne expérimentale menée dans le cadre de cette thèse s'est efforcée de quantifier l'effet de plusieurs températures pendant différentes durées d'échauffement sur le développement des expansions (cinétique et expansion finale) dues à la RSI. Deux types de traitements thermiques ont été étudiés (au jeune âge et tardif). Les corps d'épreuve en béton réalisés à partir de deux formules plus ou moins aptes à développer la RSI ont subi ces cures thermiques afin de quantifier l'effet de la composition chimique, en particulier par rapport aux teneurs en sulfates, aluminates et alcalins.

Les suivis dimensionnels des corps d'épreuve ont apporté ou confirmé plusieurs éléments de réponse à nos questions :

Température seuil de déclenchement de la RSI :

Dans une matrice cimentaire, la stabilité de l'ettringite dépend de plusieurs paramètres : la température, la teneur en alcalins ainsi que les concentrations en sulfates et aluminium dans la solution interstitielle. La forte sensibilité des gonflements dus à la RSI dès qu'un échauffement suffisant est provoqué confirme l'utilité de la notion de température seuil, même si l'observation de gonflements très tardifs peut conduire à la nuancer. La température seuil de déclenchement de la RSI a été identifiée, elle est entre 61°C et 66°C pour la formule de béton R1, et entre 61°C et 81°C pour la formule de béton R0.

Le développement de la RSI est souvent attribué à la présence de réserves en sulfates et en aluminium, adsorbés dans les CSH, qui participent à la formation à long terme de l'ettringite dans le matériau durci. Selon la littérature, le phénomène d'adsorption des sulfates dans les CSH est réversible. Par conséquent, la précipitation ou non de l'ettringite est plus influencée par la fraction d'aluminium disponible à long terme. Le risque de RSI pour des bétons réputés peu réactifs pourrait être élevé, si la fraction d'aluminium participant à la formation des CASH offre une concentration d'aluminium suffisante dans la solution interstitielle pour former de l'ettringite en quantité importante. Ceci montre, pour ce type de formule, qu'il existe une gamme d'échauffements où les expansions seraient critiques en termes de cinétique et expansion finale.

Effet de l'histoire thermique au jeune âge :

Des courbes maîtresses ont été mises en évidence et lient les paramètres de gonflement à l'énergie thermique utile fournie au-dessus d'une température seuil de 65°C (éventuellement modulée par la teneur en alcalins), lors de la cure thermique. Cette énergie thermique utile s'est avérée cohérente avec une prise en compte de l'histoire thermique associée à un mécanisme de déstabilisation de l'ettringite obéissant à une loi de type Arrhenius.

Selon ces courbes maîtresses, l'expansion finale augmente avec l'énergie thermique utile jusqu'à une valeur de l'ordre de 2000°C.h, à partir de laquelle les expansions diminuent. Ceci peut être lié à l'adsorption définitive des aluminates dans les CSH conduisant par la suite à la diminution de la quantité de l'ettringite pouvant précipiter, d'où une diminution de l'expansion finale. Cette courbe maîtresse mise en évidence traduit directement la dépendance au produit des sulfates et aluminium disponibles d'où l'effet de pessimum quand l'échauffement a été suffisamment long (ou intense) pour que l'aluminium issu de la déstabilisation de l'ettringite participe à la formation de la phase CASH.

Le temps de latence et le temps caractéristique diminuent lorsque l'énergie thermique utile augmente. Des courbes maîtresses ont été également mises en évidence pour prédire ces grandeurs.

Des comparaisons avec des résultats obtenus sur d'autres bétons soumis à d'autres traitements thermiques confirment l'intérêt opérationnel de cette notion d'énergie thermique utile.

La recherche effectuée a confirmé l'existence de l'effet de pessimum par rapport à la durée du palier de chauffe. Cet effet est observé par rapport à l'amplitude finale des expansions. Pour le béton R1 traité au jeune âge, il se situe entre 14 et 28 jours pour les traitements thermiques à 71°C, entre 3 et 5 jours pour une température de palier de 81°C, et entre 7 et 14 jours dans le cas des traitements thermiques tardif à 81°C. Pour le béton R0, cet effet a été mis en évidence entre 7 et 14 jours pour les traitements thermiques à 81°C.

La formule de béton R0 a développé des expansions significatives de l'ordre de 0,55% dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 3, 7 jours et suite au traitement thermique de validation, ce qui montre que l'utilisation d'un ciment peu réactif n'est pas suffisante pour empêcher les gonflements dus à la RSI, et qu'il faut prendre en compte le couple type de matériau/échauffement dans le cas des expansions dues à la RSI. Il semble que pour ce type de béton, il existe une gamme de durée d'échauffement critique (entre 3 et 7 jours)/d'EU où les expansions se développent d'une manière importante (cinétique et expansion finale).

Effet de l'histoire thermique tardive :

Les essais réalisés ont confirmé le risque de développement de la RSI dans des situations d'échauffements thermiques tardifs.

D'une manière générale, les éprouvettes ayant subi un traitement thermique tardif (après 100 jours de conservation sous aluminium à température ambiante) ont développé une expansion avec un temps de latence plus court que pour le traitement au jeune âge. Ceci pourrait être lié au développement des microfissurations suite au traitement thermique sur un matériau durci, qui pourraient favoriser davantage la diffusion ionique et donc l'accélération de la formation de l'ettringite expansive.

Pour le béton R1, un effet de pessimum, vis-à-vis de l'expansion finale, a été mis en évidence pour une durée d'échauffement entre 7 et 14 jours dans le cas des traitements thermiques tardifs à 81°C. Les éprouvettes en béton R0 ont développé des expansions nettement plus faibles mais significatives, dans des gammes d'EU comparables.

Modélisation de l'expansion due à la RSI

La modélisation proposée, en se basant sur les mécanismes de formation différée de l'ettringite dans la littérature, notamment le produit des sulfates et aluminium disponibles suite à la déstabilisation de l'ettringite, reproduit de façon satisfaisante les résultats des courbes de gonflement libre pour les deux bétons étudiés. Ainsi, la prédiction de l'expansion finale a été modélisée en faisant le produit de deux indicateurs traduisant les sulfates adsorbés dans les CSH et l'aluminium adsorbé avec un caractère réversible en prenant en compte une potentielle fraction participante à la formation des CASH. La teneur en alcalins a été intégrée dans l'expression des deux indicateurs afin de prendre en compte son influence sur les cinétiques d'adsorption des sulfates et aluminium dans les CSH. Ces deux indicateurs constituent la réserve des principaux produits contribuant à la formation de l'ettringite expansive.

En outre, des expressions liant les temps de latence et caractéristique en fonction de l'énergie thermique utile ont été proposées afin de prédire les cinétiques d'expansion sur la base de l'histoire thermique appliquée.

Les expressions proposées dans cette étude permettent de prédire un fuseau de l'expansion liée à la RSI en fonction du temps, dans l'objectif de la gestion des structures touchées par la RSI.

Observations et analyses complémentaires :

Les analyses par diffraction aux rayons X ont mis en évidence la présence d'ettringite et l'absence d'AFm dans les échantillons testés après stabilisation des expansions. Des traces de Katoite (C_3AH_6) ont été détectées pour le béton R1 traité tardivement à 81°C pendant 1, 3 et 14 jours, et pour le béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 7 et 14 jours, ce qui n'a pas été le cas suite au traitement au jeune âge à la même température pendant 1 et 3 jours. Ces observations confirment l'explication proposée pour les effets de pessimum. L'estimation de la quantité d'ettringite a également confirmé l'existence d'un effet de pessimum cohérent avec les résultats de suivi dimensionnel.

Synthèse et perspectives :

Pour compléter ce travail, des analyses chimiques et des observations au MEB sont nécessaires afin de compléter la démonstration des mécanismes de développement de la RSI, de l'effet de pessimum mis en évidence, et afin de clarifier la localisation des produits expansifs dans le cas des traitements thermiques tardifs qui, à ce jour, représente un sujet de débat de la communauté scientifique.

Concernant le mécanisme de RSI, il serait intéressant d'analyser l'affinité des CSH à adsorber les sulfates et l'aluminium, et la potentielle substitution du silicium par l'aluminium en termes de cinétique en fonction de la température et de la concentration des espèces concernées. Les études actuelles sont basées sur des aspects thermodynamiques, qui ont apporté beaucoup d'éléments de réponse, mais qui restent insuffisants dans le but de maîtriser la RSI pour des cas de traitement thermique à une même température pendant plusieurs durées (nécessiter d'adjoindre aux considérations thermodynamiques des aspects de cinétique).

La constitution de relations, équivalentes à ce qui a été proposé dans la section 4.8, pour prédire les expansions développées suite à un traitement thermique tardif, serait importante afin de maîtriser les risques associés à de possibles échauffements sur béton mature.

Conclusions

D'ores et déjà l'ensemble des résultats de suivi dimensionnel des formules de bétons étudiés constitue une base de données utilisable pour calibrer les modèles de prédiction des gonflements, et améliorer la formulation du couplage entre l'histoire thermique et le potentiel de gonflement pris en compte dans les modèles destinés à l'évaluation des ouvrages atteints.

De plus, le concept d'énergie thermique utile mis en évidence, associé à la prise en compte des quantités de réactifs et d'alcalins, permet dès à présent de considérablement clarifier et fiabiliser les dispositions opérationnelles de prévention du risque de RSI, pour un béton ou des conditions d'échauffement donnés.

Références

Adenot F, 1992, *Durabilité des bétons : caractérisation et modélisation des processus physiques et chimiques de dégradation du ciment*. Mémoire de thèse de doctorat, Université d'Orléans.

AFPC-AFREM, 1997, sous la direction de Ollivier J.-P., Compte rendu des journées techniques AFPC-AFREM « Durabilité des bétons » (méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité).

Al Shamaa M, 2013, *Etude du risque de développement d'une réaction sulfatique interne et de ses conséquences dans les bétons de structure des ouvrages nucléaires*, Mémoire de thèse de doctorat, Université Paris EST - LCPC Paris.

Aubert J.-E, Escadeillas G, Leklou N, 2009, *Expansion of five-year-old mortars attributable to DEF: relevance of the laboratory studies on DEF*. Construction and Building Materials, 23(12), 3583-3585.

Baghdadi N, 2008, *Modélisation du couplage chimico-mécanique d'un béton atteint d'une réaction sulfatique interne*, Thèse de l'Université Paris Est, Paris.

Baghdadi N, Seignol J.F, Martin R.-P, Renaud J.-C, Toutlemonde F, 2008, *Effect of early age thermal history on the expansion due to delayed ettringite formation: experimental study and model calibration*, Advances in Geomaterials and Structures.

Barbarulo R, 2002, *Comportement des matériaux cimentaires : actions des sulfates et de la température*, Mémoire de thèse de doctorat, Université Laval.

Barbarulo R, Peycelona H, Prené S, Marchand J, 2005, *Delayed ettringite formation symptoms on mortars induced by high temperature due to cement heat of hydration or late thermal cycle*, Cement and Concrete Research 35, 125– 131.

Baroghel-Bouny V, 1994, *Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons : Méthodes, Analyse, Interprétation*. Paris, LCPC.

Brunetaud X, 2005, *Etude de l'influence de différents paramètres et de leurs interactions sur la cinétique et l'amplitude de la réaction sulfatique interne*. Thèse de l'Ecole Centrale de Paris.

Brunetaud X., Linder R., Divet L., Duragrin D., Damidot D, 2007. *Effect of curing conditions and concrete mix design on the expansion generated by delayed ettringite formation*. Materials and Structures, 40(6), 567–578.

Carles-Gibergues A., Hornain H., 2007, *La durabilité des bétons : La durabilité des bétons face aux réactions de gonflement endogènes*, Association Technique de l'Industrie des Liants Hydrauliques.

Chanvillard G and D'Aloia L., November-December 1997, *Concrete Strength Estimation at Early Ages: Modification of the Method of Equivalent Age*, ACI Materials Journal, 520-530.

Chen X, 2007, *Influence des ions aluminates sur la composition, la structure et les propriétés cohésives des hydrosilicates de calcium, constituants principaux de la pâte de ciment portland hydratée*, Mémoire de thèse de doctorat, Institut Carnot de Bourgogne.

Damidot D, Glasser F.P, 1992, *Thermodynamic investigation of the CaOAl₂O₃-CaSO₄-H₂O system at 50°C and 85°C*, Cement and Concrete Research, 22, 1179-1191

Damidot D, Le Bescop P, 2008, *Durabilité des bétons*, Chapitre 4, pp 135-166.

Damidot D., Glasser F.P, 1993, *Thermodynamic investigation of the CaOAl₂O₃-CaSO₄-H₂O system at 25°C*, Cement and Concrete Research, 23, 221-238.

Divet L, Pavoine A, 2002, *Delayed ettringite formation in massive concrete structures: an account of some studies of degraded bridges*, International RILEM TC 186-ISA Workshop on Internal Sulfate Attack and Delayed Ettringite Formation, Villars, Switzerland.

Divet L, Pavoine A, Clément J.L, Le Mestre G, 2003, *La réaction de gonflement interne des bétons due à la formation différée de l'ettringite. Méthodes de diagnostic et bilan d'expertises*. GC 2003, Environnement, Sécurité, Patrimoine : les nouvelles données. Palais des congrès, Paris.

Divet L, Randriambololona R, 1998, *Delayed ettringite formation: the effect of temperature and basicity on the interaction of sulphate and C-S-H phase*, Cement and Concrete Research 28 (3) 357-363.

Escadeillas G, Aubert J.-E., Segerer M, Prince W., 2007, *Some factors affecting delayed ettringite formation in heat-cured mortars*, Cement and Concrete Research, 37, 1445-1452.

Famy C., 1999, *Expansion of heat-cured mortars*, Mémoire de thèse de doctorat, University of London.

Famy C., Scrivener K.L., Atkinson A., Brough A.R., 2001, *Influence of the storage conditions on the dimensional changes of heat-cured mortars*, Cement and Concrete Research, Volume 31, Issue 5, Pages 795-803.

Famy C., Scrivener K.L., Atkinson A., Brough A.R., 2002, *Effects of an early or a late heat treatment on the microstructure and composition of inner C-S-H products of Portland cement mortars*, Cement and Concrete Research 32, 269-278.

Fasseu P. & Michel M., 1997, *Détermination de l'indice de fissuration d'un parement béton*, Méthode d'essai des Laboratoires des Ponts et Chaussées, n°47, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.

Flatt R.J, 2002, *Salt damage in porous materials: how high supersaturations are generated*, Journal of Crystal Growth, 242,435-454.

Flatt R.J, Scherer G.W, 2008, *Thermodynamics of crystallization stresses in DEF*, Cement and Concrete Research, 38, 325-336.

Fu Y, Beaudoin J.J, 1996, *Microcracking as a precursor to delayed ettringite formation in cement systems*, Cement and Concrete Research, 26(10), 1493-1498.

Gallucci, E., Zhang, X., & Scrivener, K.L. 2013. *Effect of temperature on the microstructure of calcium silicate hydrate (C-S-H)*. Cement Concrete Research, 53, 185–195.

Gallucci, Xinyu Zhang, K. Scrivener. 2006. *Influence de la température sur le développement microstructural des bétons*. In: Septième édition des Journées scientifiques du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton *RF²B*.

Germain D et al. 2010, *Protection et réparation des ouvrages atteints de réactions de gonflement interne du béton*, Guide technique des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.

Glasser F.P, Damidot D., Atkins M, 1995, *Phase development in relation to the reversionary ettringite problem*. Adv. Cem. Res., n° 7, p. 57-68.

Godart B., Divet L., 16-17 April 2013, *Lessons learned from structures damaged by delayed ettringite formation and the French prevention strategy*, Fifth international conference on Forensic Engineering, Institution of Civil Engineers, London.

Grimal. E., 2007. *Caractérisation des effets du gonflement provoqué par la réaction alcali-silice sur le comportement mécanique d'une structure en béton*. Mémoire de thèse de doctorat, Université Paul Sabatier Toulouse III.

Hartman M.R., Berliner R., 2005, *Investigation of the structure of ettringite by time-of-flight neutron powder diffraction techniques*. Cement and Concrete Research 36, 364 – 370.

Hausonne J.M, Barton J.L, Brown P., Carry C,P, 2005, *Céramiques et verres*, Ecole polytechnique fédérale de Lausanne.

Heinz D., Kalde M., Ludwig U., Rüdiger I, 1999, *Present state of investigation on damaging late ettringite formation (DLEF) in mortars and concretes*, ACI SP-177 Ettringite – The sometimes host of destruction, 1-13

Heinz, D, Ludwig U, 1987. *Mechanism of Secondary Ettringite Formation in Mortars and Concretes Subjected to Heat Treatment*, ACI, 100, 2059–2072.

Henocq P, 2005, *Modélisation des interactions ioniques à la surface des silicates de calcium hydratés*, Mémoire de thèse de doctorat, Université Laval, Québec.

Hôpital E., 2014, *Aluminium and alkali uptake in calcium silicate hydrates (C-S-H)*, Mémoire de thèse de doctorat, École Polytechnique Fédérale de Lausannen Suisse.

Kelham S, 1995, *The Effect of Cement Composition and Fineness on Expansion Associated with Delayed Ettringite Formation*, Cement & Concrete Composites 18 (1996) 171-179.

Kretz, T., Godart, B. & Divet, L., et al. 2007, *Recommandations pour la prévention des désordres dus à la réaction sulfatique interne*, Guide technique des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.

Larive C., 1998, *Apports combinés de l'expérimentation et la modélisation à la compréhension de l'alcali-réaction et de ses effets mécaniques*, Mémoire de thèse de doctorat, LCPC Paris.

Lewis M.C., Scrivener K.L., Kelham S., 1995, *Heat Curing and Delayed Ettringite Formation*, Materials Research Society Symposium Proceedings, Boston, Massachusetts, 67-76.

Li G., Le Bescop P., Moranville M., 1996, *Expansion Mechanism Associated with the Secondary Formation of the U Phase in Cement-Based Systems Containing High Amounts of Na₂SO₄*. Cement and Concrete Research, 26, 195–201.

Li K., 2002, *Modélisation chimico-mécanique du comportement des bétons affectés par la réaction d'alcali-silice et expertise numérique des ouvrages d'art dégradés*, Mémoire de thèse de doctorat, ENPC- LCPC Paris.

Lothenbach B, Matschei T, Möschner G, Glasser F.P, 2007-b, *Thermodynamic modelling of the effect of temperature on the hydration and porosity of Portland cement*, Cement and Concrete Research, 38, 1–18.

Lothenbach B, Winnefeld F, Alder C, Wieland E, Lunk P, 2007-a, *Effect of temperature on the pore solution, microstructure and hydration products of Portland cement pastes*, Cement and Concrete Research, 37,483–491.

Magnus A; Lars-Olof N, Ben Haha M, 2015, *A method to determine the critical moisture level for unsaturated transport of ions*. Materials and Structures (RILEM) 48(1-2). 53-65.

Martin R.P, Toutlemonde F, 2013, *Theoretical and experimental validation of a simple method to reproduce representative DEF-prone conditions in laboratory*, International workshop on crack control of mass concrete and related issues concerning early-age of concrete structures, Materials and Structures, 46, 1245-1255.

Martin R.P, Renaud J.C, Bazin C, 2010, *Mise au point d'un bâti de mesure dimensionnelle automatisé pour évaluation du gonflement de prismes atteints de RGI et des enceintes de stockage associées*, document interne département SOA – Ifsttar.

Martin R.-P, 2010, *Analyse sur structures modèles des effets mécaniques de la réaction sulfatique interne du béton*. Mémoire de thèse de doctorat, Université Paris EST - LCPC Paris.

Martin R.-P, Bazin C, Billo J, Estivin M, Renaud J.C, Toutlemonde F, 2012 *Experimental evidence for understanding DEF sensitivity to early-age thermal history*. RILEM PRO-85, ConCrack 3, pp. 45-54.

Martin R.-P, Bazin C, Renaud J C and Toutlemonde F, 2013, *Experimental study of def-expansions of concrete mixes submitted to early and late heat treatments*, CONSEC13 - Seventh International Conference on Concrete under Severe Conditions – Environment and Loading, Nanjing, China 844.

Matschei T, Lothenbach B, Glasser F.P, 2007, *Thermodynamic properties of Portland cement hydrates in the system CaO-Al₂O₃-SiO₂- CaSO₄-CaCO₃-H₂O*, Cement and Concrete Research, 37(10), 1379 – 1410.

Mehta P.K, 1973, *Mechanism of expansion associated with ettringite formation*, Cement and Concrete Research, 3, 1–6.

Minard H, 2003, *Étude intégrée des processus d'hydratation, de coagulation, de rigidification et de prise pour un système C₃S-C₃A-sulfates-alcalins*. Thèse de l'université de Bourgogne.

Moore A.E., Taylor H.F.W., 1970, *Crystal Structure of Ettringite*, Acta Crystallographica, 26, Part 4, 386- 393.

Nachbaur. L, *Etude du mécanisme de la prise des liants hydrauliques. Analyse de l'ajout d'électrolytes et de polyelectrolytes sur l'hydratation du silicate tricalcique et les processus fondamentaux de coagulation et rigidification déterminant la prise*. Thèse de doctorat, Université de Bourgogne, 1997.

Nonat. A, Courault A.C, Damidot D, 2001, *A new model describing the variation of C-S-H Ca/Si ratio with lime concentration in solution*. Cement Wapno Beton, 184-191.

Pavoine A., 2003, *Evaluation du potentiel de réactivité des bétons vis-à-vis de la formation différée de l'ettringite*, Mémoire de thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie- Paris 6.

Petrov N, Tagnit-Hamou A, 2004, *Is microcracking really a precursor to DEF and consequent expansion?*, ACI Materials Journal, 101(6), 442-447.

Pourchez J., Valdivieso F., Grosseau P., Guyonnet R., Guilhot B, 2006, *Kinetic modelling of the thermal decomposition of ettringite into metaettringite*. Cement and Concrete Research, 36, 2054-2060.

Salgues M, 2013, *Modélisation des effets structuraux des réactions sulfatiques internes et alcaligranulats : Application aux barrages en béton*, Mémoire de thèse de doctorat, Université de Toulouse.

Salgues M., Multon S., Sellier A., Bourdarot E., Grimal E., 2012, *Modélisation du couplage entre la formation d'ettringite et le lessivage des alcalins basée sur les équilibres thermodynamiques et les transferts ioniques*, Journées AUGC-IBPSA Chambéry, Savoie.

Scherer G. W, 2002, *Factors affecting crystallisation pressure*, International RILEM TC 186-ISA workshop on Internal Sulfate Attack and Delayed Ettringite Formation, Villars, Switzerland, 139-154.

Scherer G.W, 1999, *Crystallization in pores*, Cement and Concrete Research, 29, 1347-1358.

Scrivener K, Skalny J P, 2005, *Conclusions of the International RILEM TC 186-ISA Workshop on Internal Sulfate Attack and Delayed Ettringite Formation*, Villars, Switzerland.

Scrivener K., Taylor H.F.W, 1993, *Delayed ettringite formation: a microstructural and microanalytical study*, Adv. Cem. Res, p. 57-68.

Scrivener K.L, Damidot D, Famy C, 1999, *Possible mechanisms of expansion of concrete exposed to elevated temperatures during curing (also known as DEF) and implications for avoidance of field problems*, Cement, Concrete and Aggregates, 21(1), 93-101.

Seignol J.-F, Baghdadi N and Toutlemonde F, 2009, *A macroscopic chemo-mechanical model aimed at re-assessment of DEF affected concrete structures*, in '1st International conference on computational technologies in concrete structures CTCS'09', Jeju, Korea, 442-440.

Seignol J.-F, Omikrine-Metalssi O, Toutlemonde F, 2012, *Recent advances in modeling DEF-effects*, RILEM PRO-85, ConCrack 3, pp. 55-68.

Taylor H.F.W, 1997, *Cement chemistry*, University of Aberdeen , 2nd edition , Thomas Telford edition, pp 166-169.

Taylor H.F.W, Famy C, Scrivener K.L, 2001, *Delayed ettringite formation*, Cement and concrete Research, 31, 683-693.

Thomas J.J, Rothsteinb D, Jenningsa H.M, Christensend B.J, 2003, *Effect of hydration temperature on the solubility behavior of Ca-, S-, Al-, and Si-bearing solid phases in Portland cement pastes*. Cement and Concrete Research 33, 2037–2047

Torrenti J.-M., Dantec P., Boulay C., Semblat J.-F., 1999, *Projet de processus d'essai pour la détermination du module de déformation longitudinale du béton*, Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 220, 79-81.

Toutlemonde F, Le Maou F, 1996, *Protection des éprouvettes de béton vis-à-vis de la dessiccation*, Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 203, 105-119.

Weather Underground, 2014, <http://www.wunderground.com>, station Neuilly-sur-Marne,

Yang R., Lawrence C.D, Sharp J.H, 1996, *Delayed ettringite formation in 4-year old cement pastes*, Cement and Concrete Research, 26(11), 1649-1659.

Yu C, Sun W, Scrivener K, 2013, *Mechanism of expansion of mortars immersed in sodium sulfate solutions*, Cement and Concrete Research, 43,105–111.

Zhang Z, Olek J, Diamond S., 2002, *Studies on delayed ettringite formation in early age, heat-cured mortars II. Characteristics of cement that may be susceptible to DEF*, Cement and Concrete Research, 32, 1737-1742.

Annexe 1 Contrôle des protocoles de traitement thermique

A.1-1 Qualification de la cure thermique

A.1-1-1 Mise au point de la phase de refroidissement (bain de cure thermique)

Afin d'organiser les fabrications des corps d'épreuve, il s'est avéré important de caler dans le temps les cycles de traitement thermique de façon à être présent aux moments clés de la cure thermique, en particulier lors du refroidissement qui nécessite l'injection d'eau froide (manuellement) dans le dispositif pour maintenir une vitesse de refroidissement suffisante. Ainsi, plusieurs essais de refroidissement de 81°C à 20°C ont été effectués afin de trouver la meilleure configuration de refroidissement. La [Figure A. 1] présente le résultat final de la configuration à appliquer lors des phases de refroidissement.

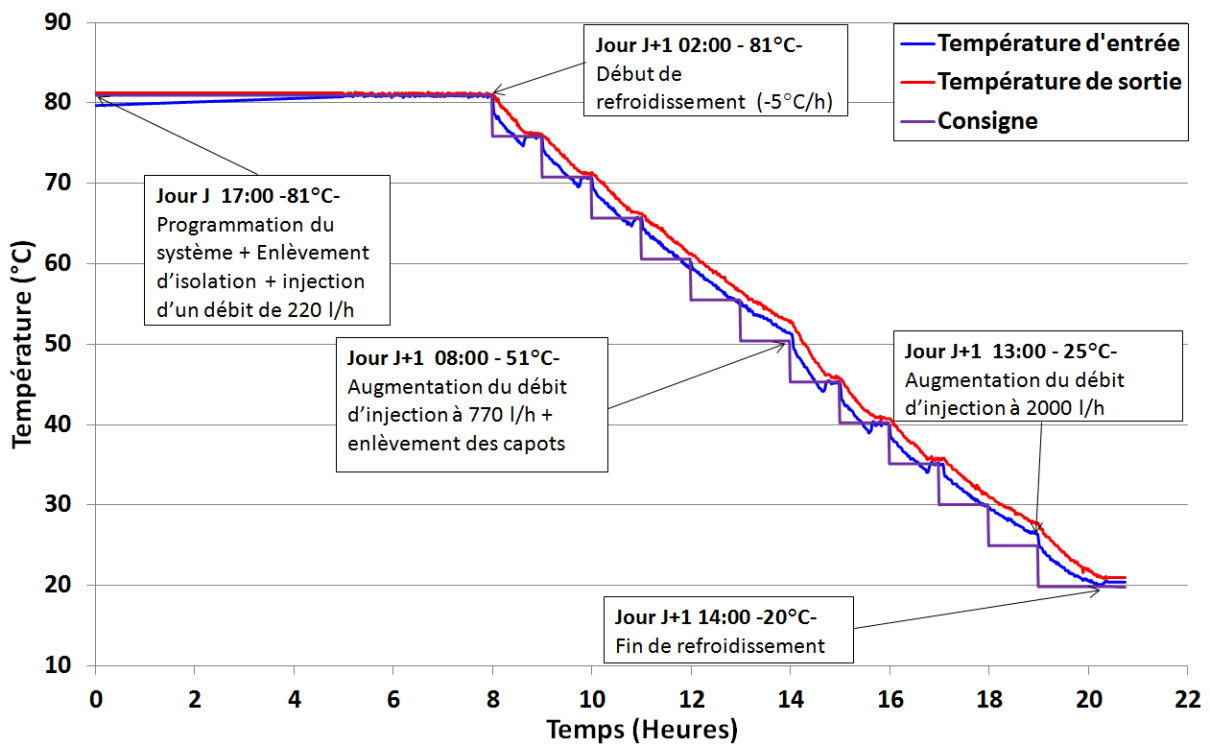


Figure A. 1 : Test de refroidissement de 81°C à 20°C

Le Tableau 34 résume la procédure de refroidissement choisie (pour un traitement à 81°C):

Tableau 34 : Procédure de refroidissement

Jour	Heure	Température	Action
J	15h00	81°C	Enlèvement de la couverture isolante et injection d'un débit de 220 l/h, cette injection est nécessaire pour assurer la régulation de la température en phase de refroidissement [Martin 2010] (refroidissement suffisamment rapide pour assurer la sollicitation du système de chauffe).
J+1	02h30	81°C	Début de refroidissement correspondant à une fin de coulage à 13h00
J+1	08h30	51°C	Augmentation du débit d'injection à 770 l/h et enlèvement des capots
J+1	13h30	25°C	Augmentation du débit d'injection à 2000 l/h
J+1	14h30	20°C	Fin de refroidissement

Ceci impose de reprogrammer le système et d'injecter l'eau la veille du jour de refroidissement vers 16h00. Il est en effet préférable de commencer le décoffrage directement après la fin du refroidissement. Ceci facilite l'organisation des opérations expérimentales et notamment le lancement du suivi des expansions un jour après le décoffrage. Ce choix a été effectué afin de s'assurer de suivre l'ensemble des expansions des corps d'épreuve : en effet, des essais préliminaires menés à l'Ifsttar [Martin et al. 2013] ont montré que le démarrage des gonflements dans le cas d'un traitement thermique tardif peut s'avérer quasi-instantané. Ainsi, nous avons fixé la fin du refroidissement vers 13h00. Cette contrainte a ainsi parfois conduit à moduler de quelques heures les durées de traitement thermique.

Plusieurs conditions pratiques sont à respecter afin de bien caler les traitements thermiques prévus pour notre étude. Il s'agit de :

1. commencer le coulage entre 10h et 11h.
2. commencer l'échauffement 2 heures après le coulage, avec une vitesse de chauffe de 5°C/h.
3. Etre présent (un opérateur) pendant les moments clés de la phase de refroidissement.

La [Figure A. 2] présente l'exemple d'un traitement thermique à 81°C pendant un jour.

Contrôle des protocoles de traitement thermique

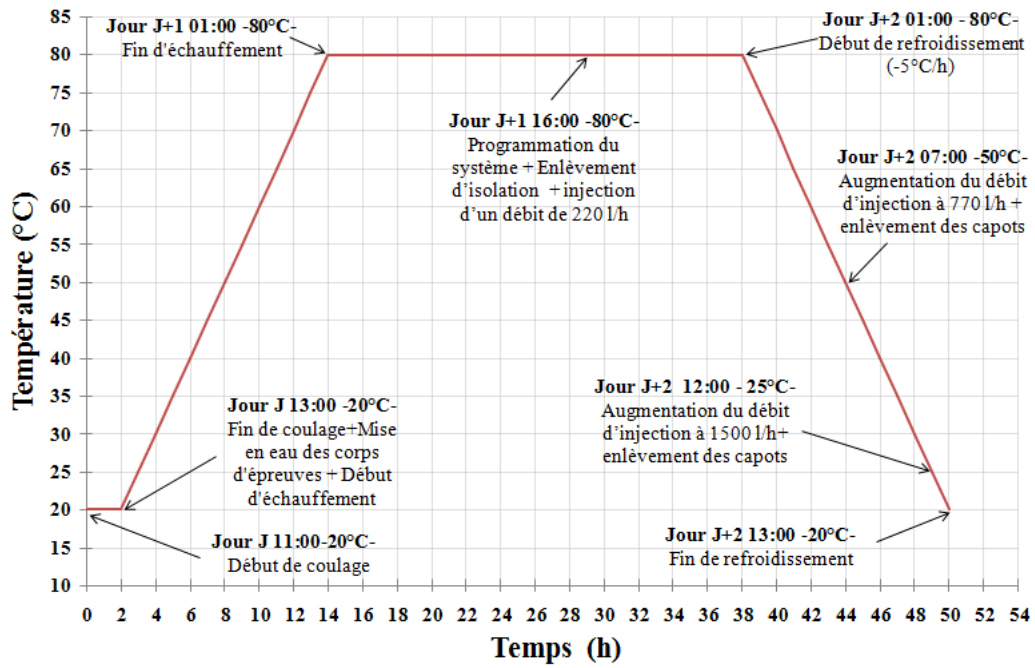


Figure A. 2 : Consigne théorique d'un traitement thermique à 81°C pendant 1 jour

A.1-1-2 Qualification étuve

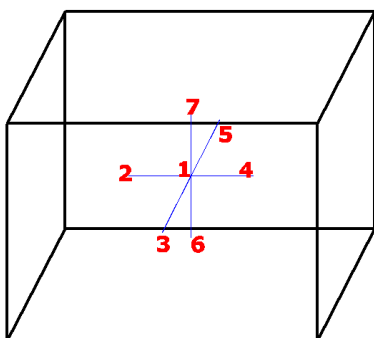
Le profil de température réaliste basé sur les résultats d'enregistrement dans une poutre de 18x4,5x4,5 m (section 2.2.1.3) a servi de base à la consigne de température pour la situation « de validation » réalisée dans une étuve [Figure A. 3].



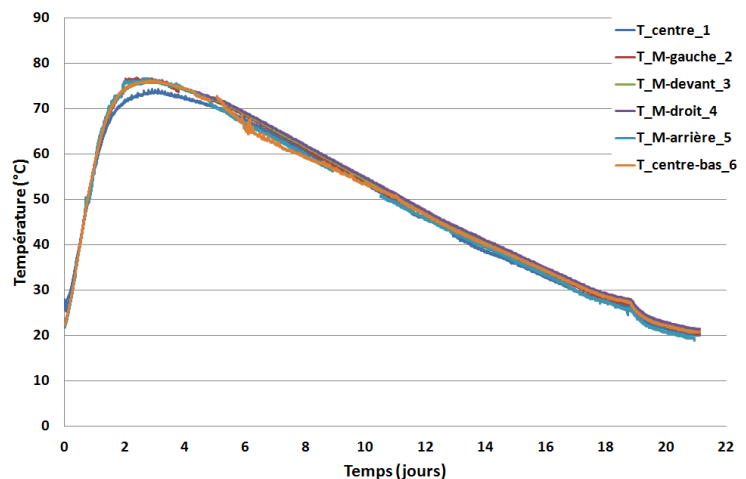
Figure A. 3: Etuve utilisée pour le test de validation des lois de couplage

Afin de bien contrôler la réalisation du traitement thermique appliqué dans l'étuve, plusieurs sondes ont été placées dans l'eau du bac de l'étuve pour s'assurer de l'homogénéité de la température.

La [Figure A. 4-a] illustre l'emplacement des sondes dans le bac. La [Figure A. 4-b] présente le résultat des enregistrements de la température de l'eau dans le bac de l'étuve. Ces enregistrements de température sont homogènes. On note une température maximale plus basse au niveau du centre du bac (environ -3°C) par rapport aux températures au niveau des bords, ce qui peut être expliqué par l'effet de l'inertie de l'eau.



(a)



(b)

Figure A. 4 : Mesure de la température de l'eau dans le bac de l'étuve

A.1-2 Simulation accident R1_J_71_12

Dans l'objectif de reproduire la perte des données de température due à l'accident du traitement thermique R1_J_71_12, une simulation de diminution de la température a été réalisée. Le bain de cure thermique a été chauffé à une température de 71°C pendant environ 2 jours, par la suite le système a été arrêté afin d'enregistrer la température durant la phase d'accident. L'enregistrement a été effectué via 5 sondes de température. La [Figure A. 5] montre le plan de localisation des sondes de température utilisées.

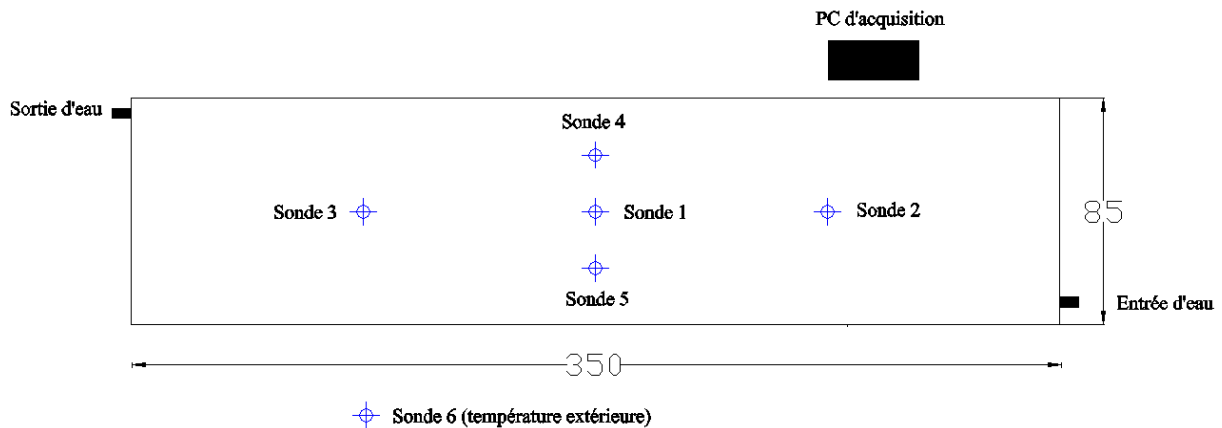


Figure A. 5 : Plan de situation des sondes de température dans le bain de cure thermique (dimensions en centimètres) (avec $z = 6\text{cm}$)

La [Figure A. 6] présente les résultats d'enregistrements de la température dans le bain de cure thermique. Les données enregistrées ont été utilisées pour le calcul des énergies thermiques totale et utile.

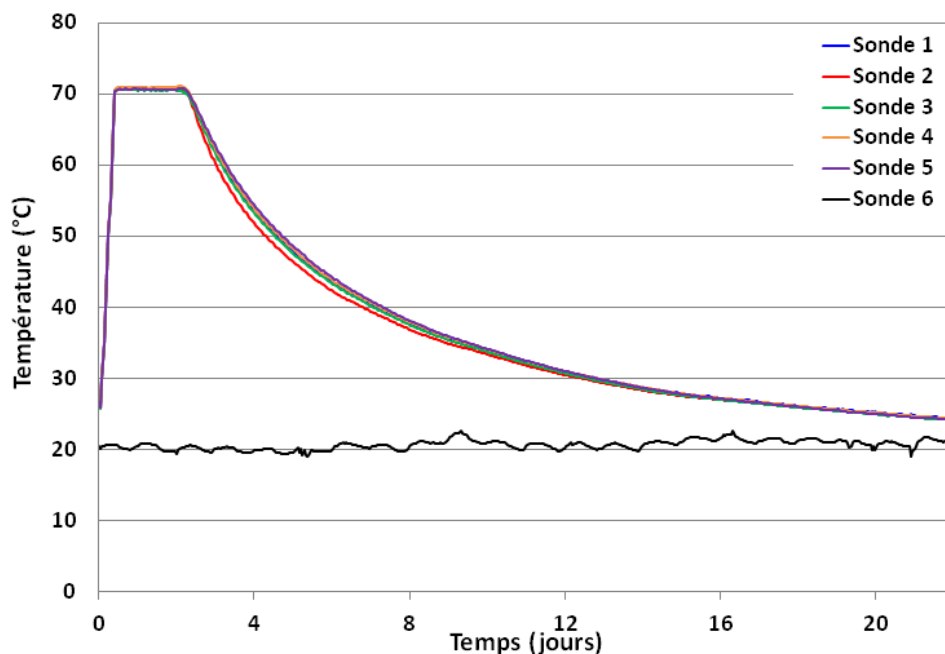
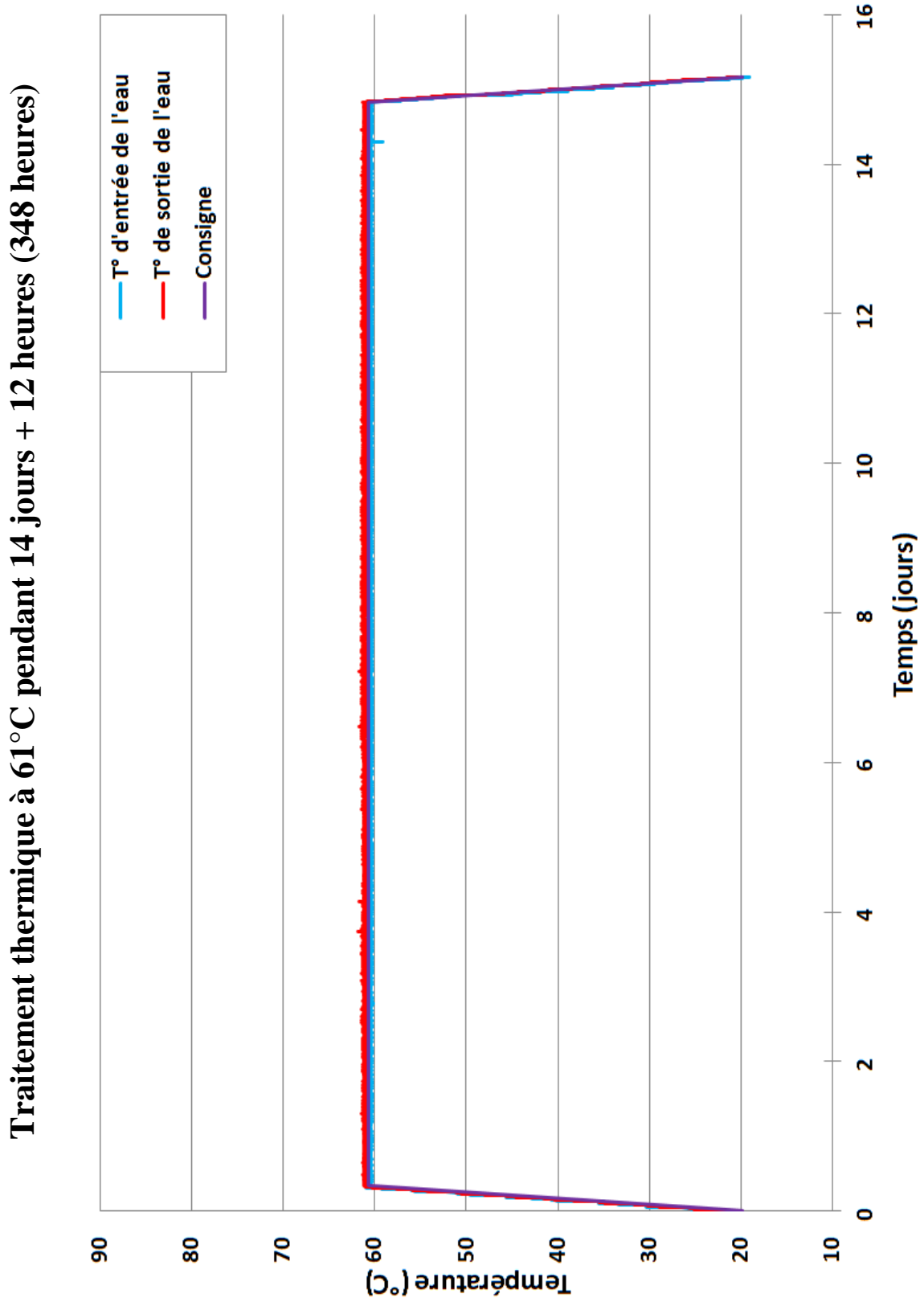


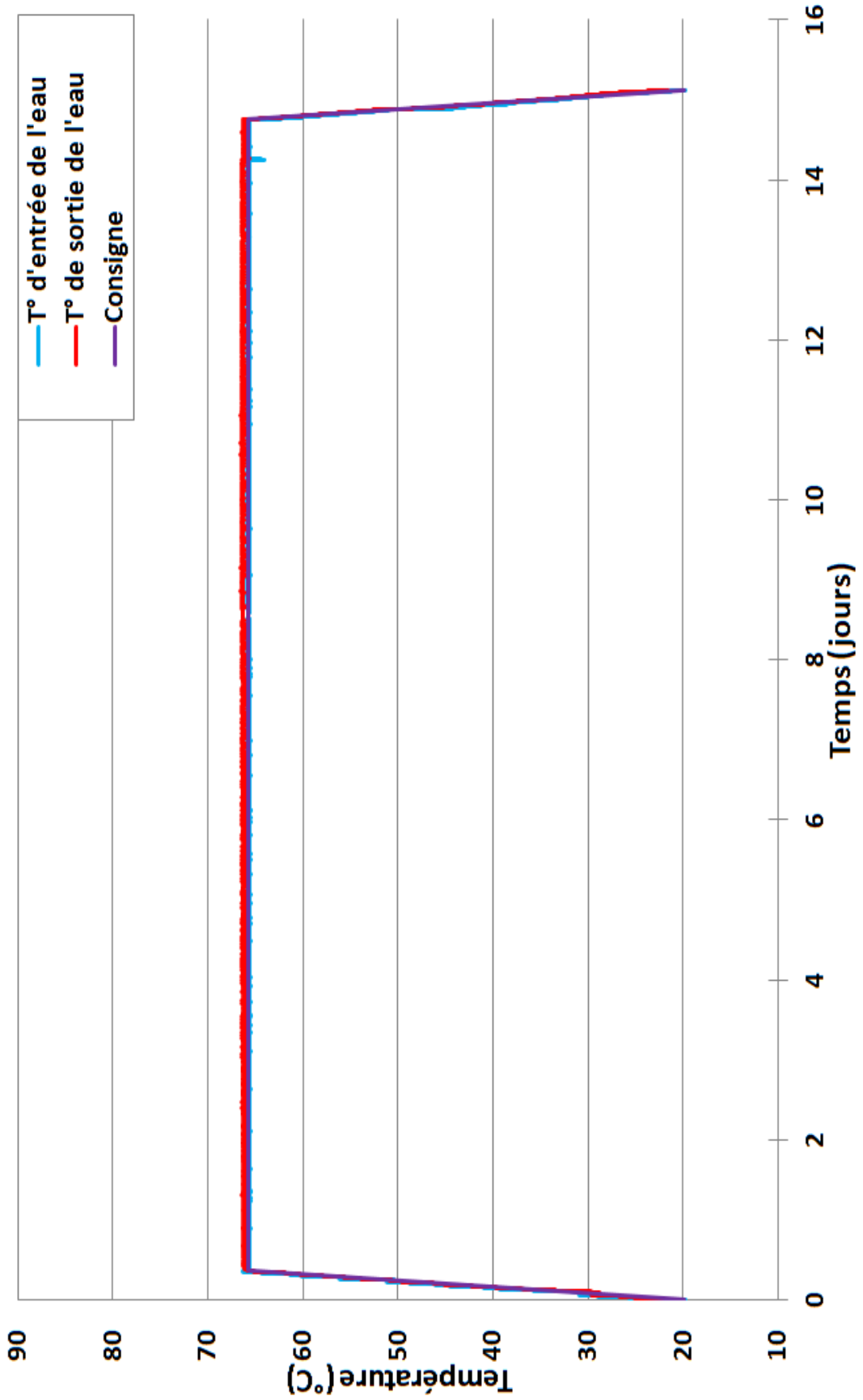
Figure A. 6 : Résultats de simulation (accident R1_J_71_12) de la température dans le bain de cure thermique

A.1-3 Traitements thermique appliqués

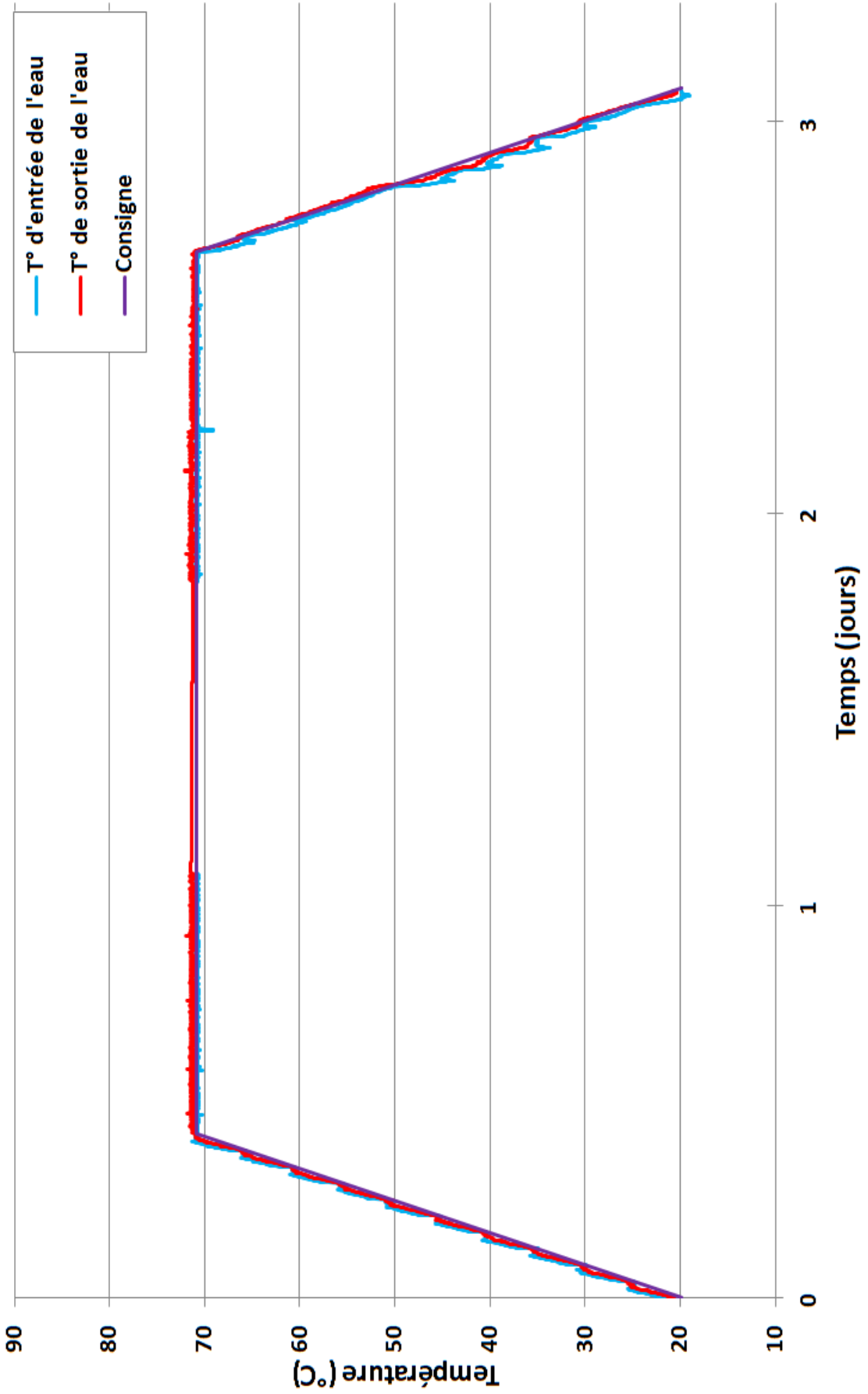
Cette section illustre l'ensemble des traitements thermiques appliqués dans cette recherche.



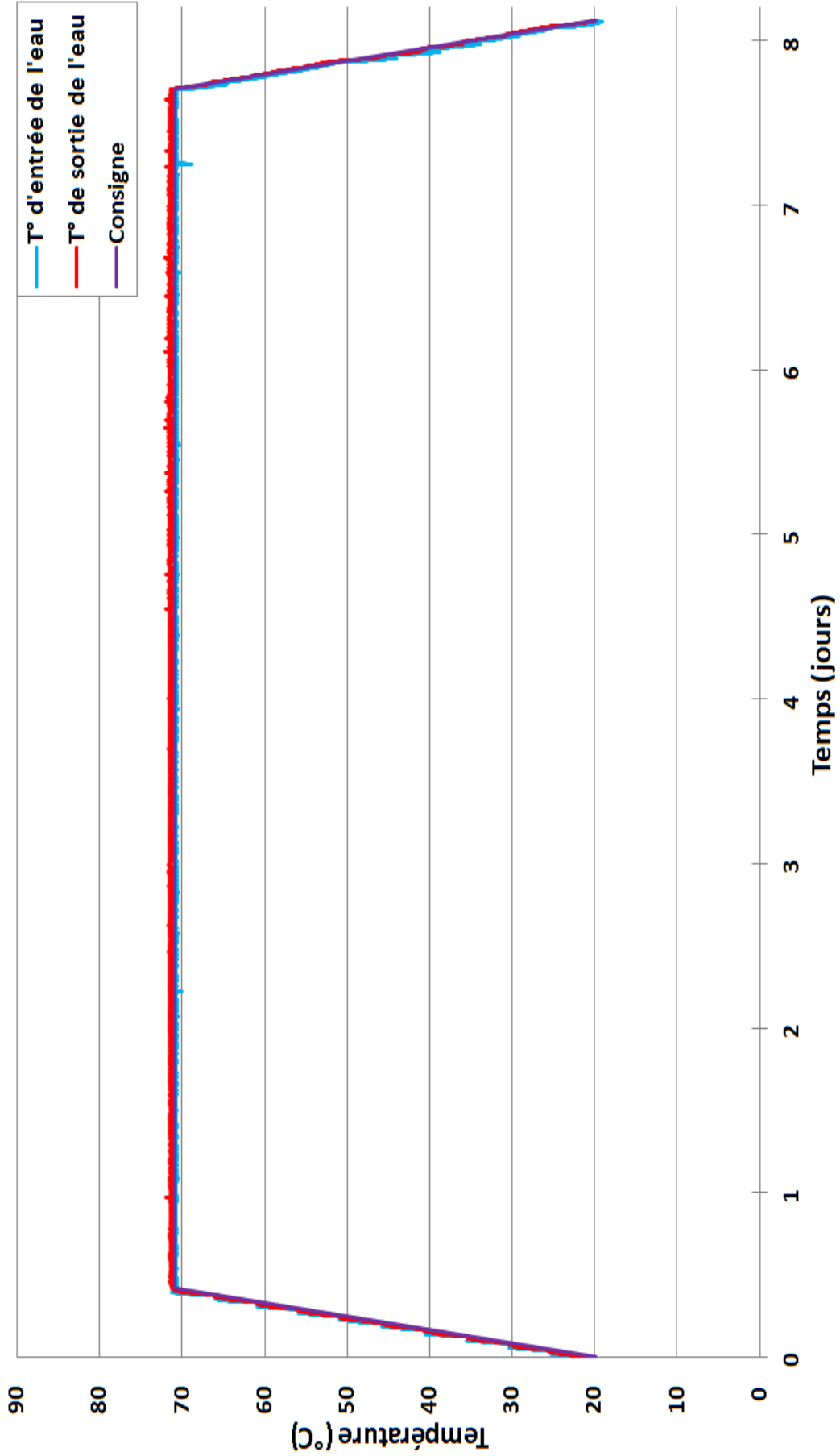
Traitement thermique à 66°C pendant 14 jours + 10 heures (346 heures)



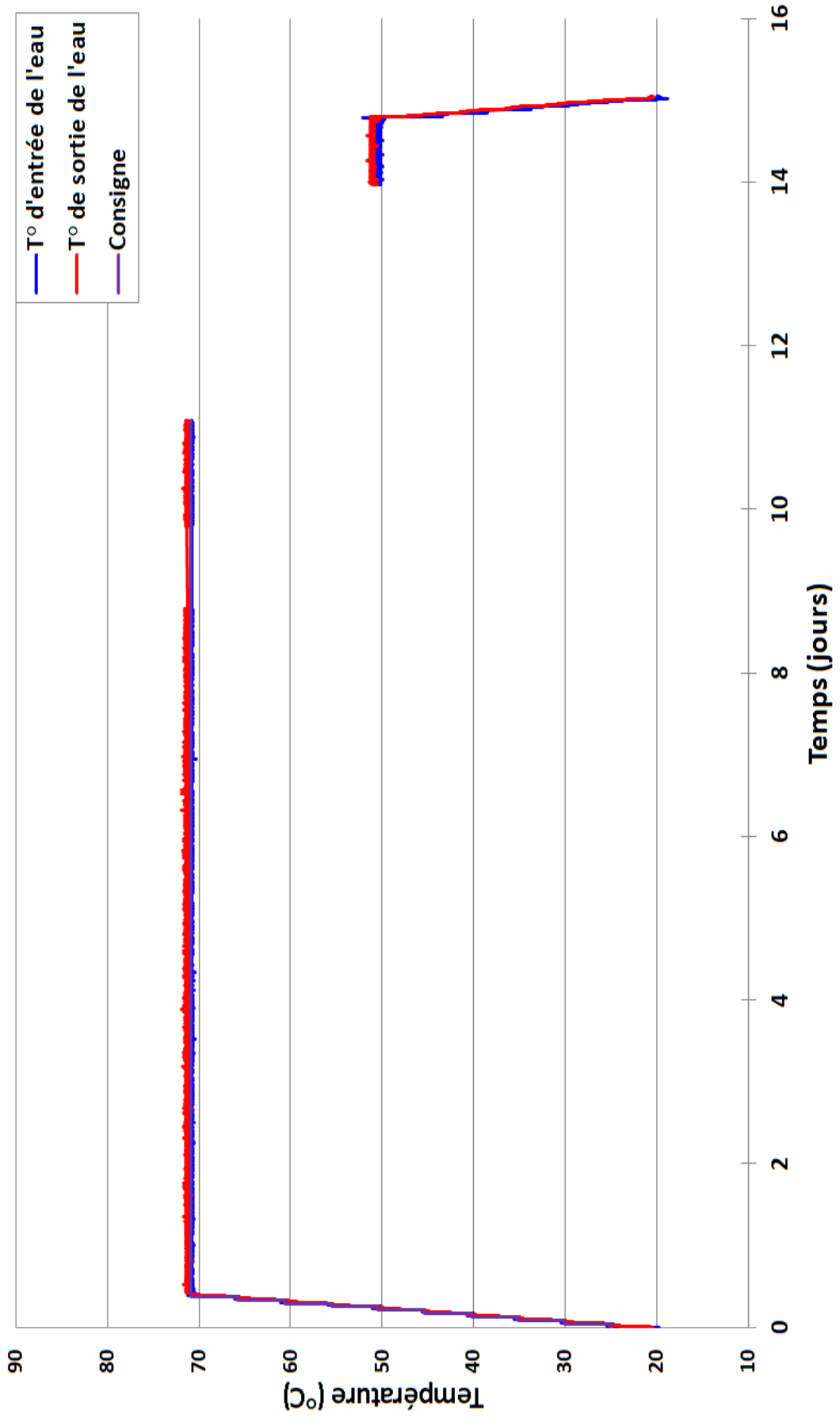
Traitement thermique à 71°C pendant 2 jours + 6 heures (54 heures)



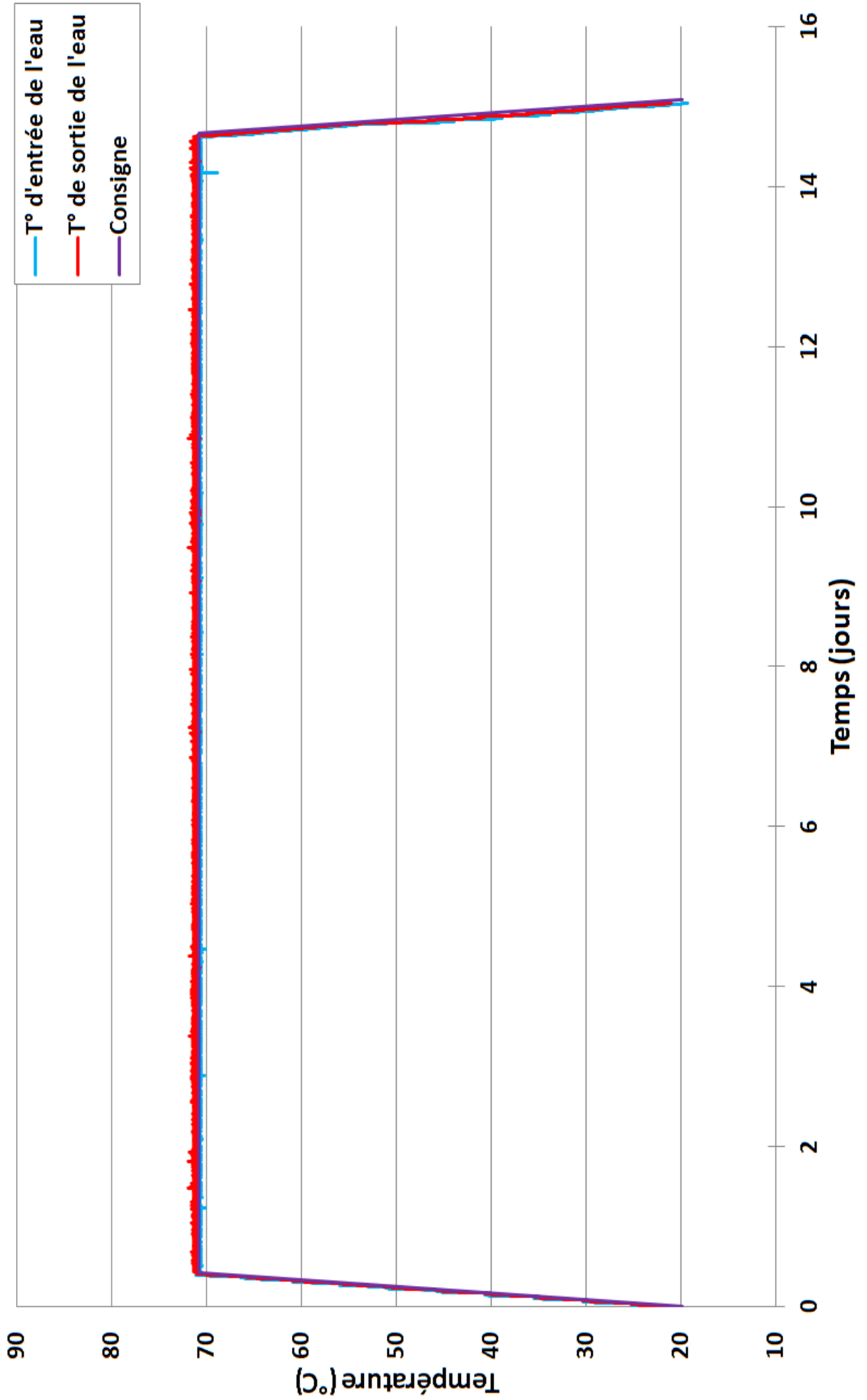
Traitement thermique à 71°C pendant 7 jours + 7 heures (175 heures)



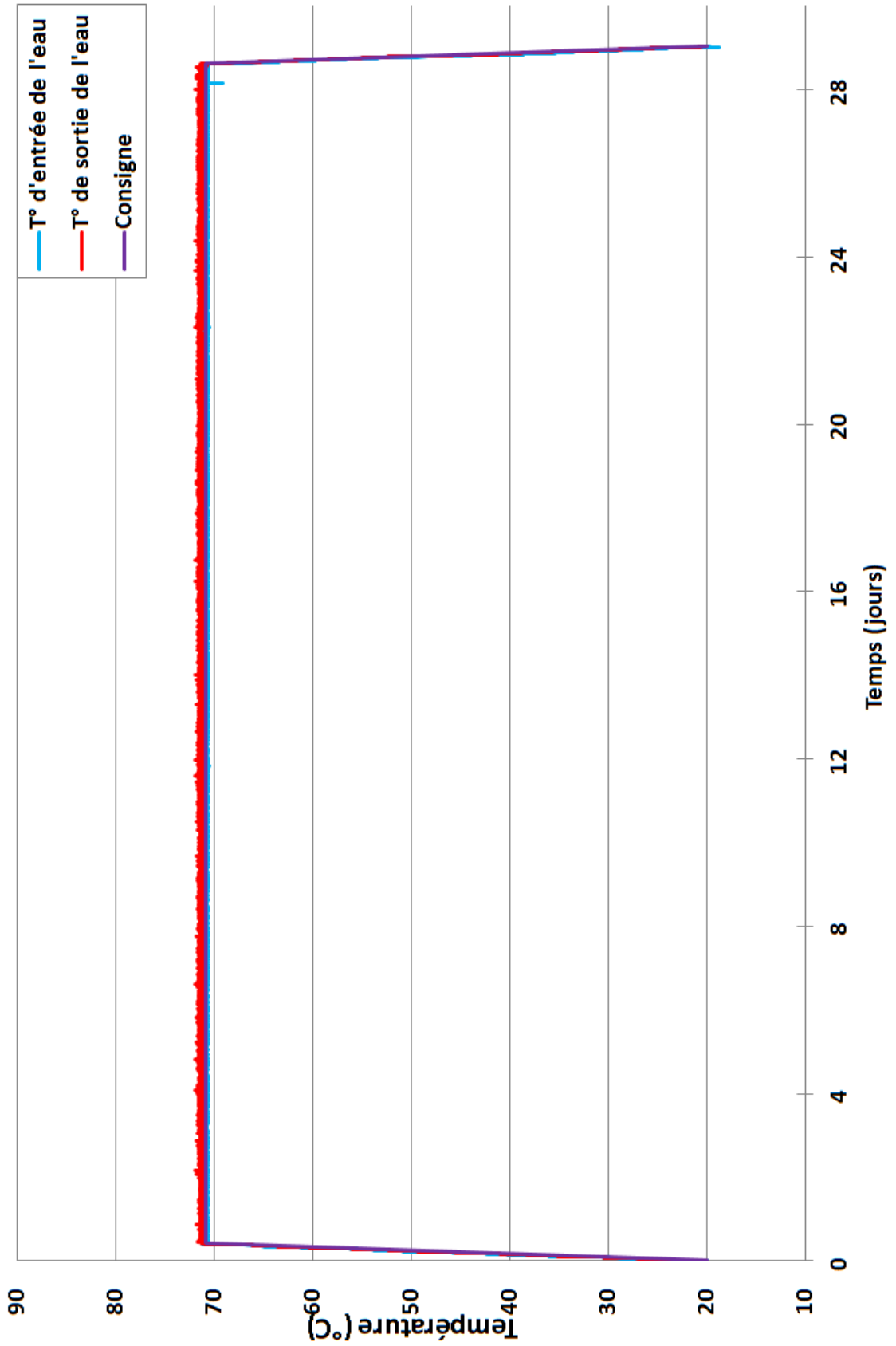
Traitement thermique à 71°C pendant 12 jours + 5 heures (341 heures)



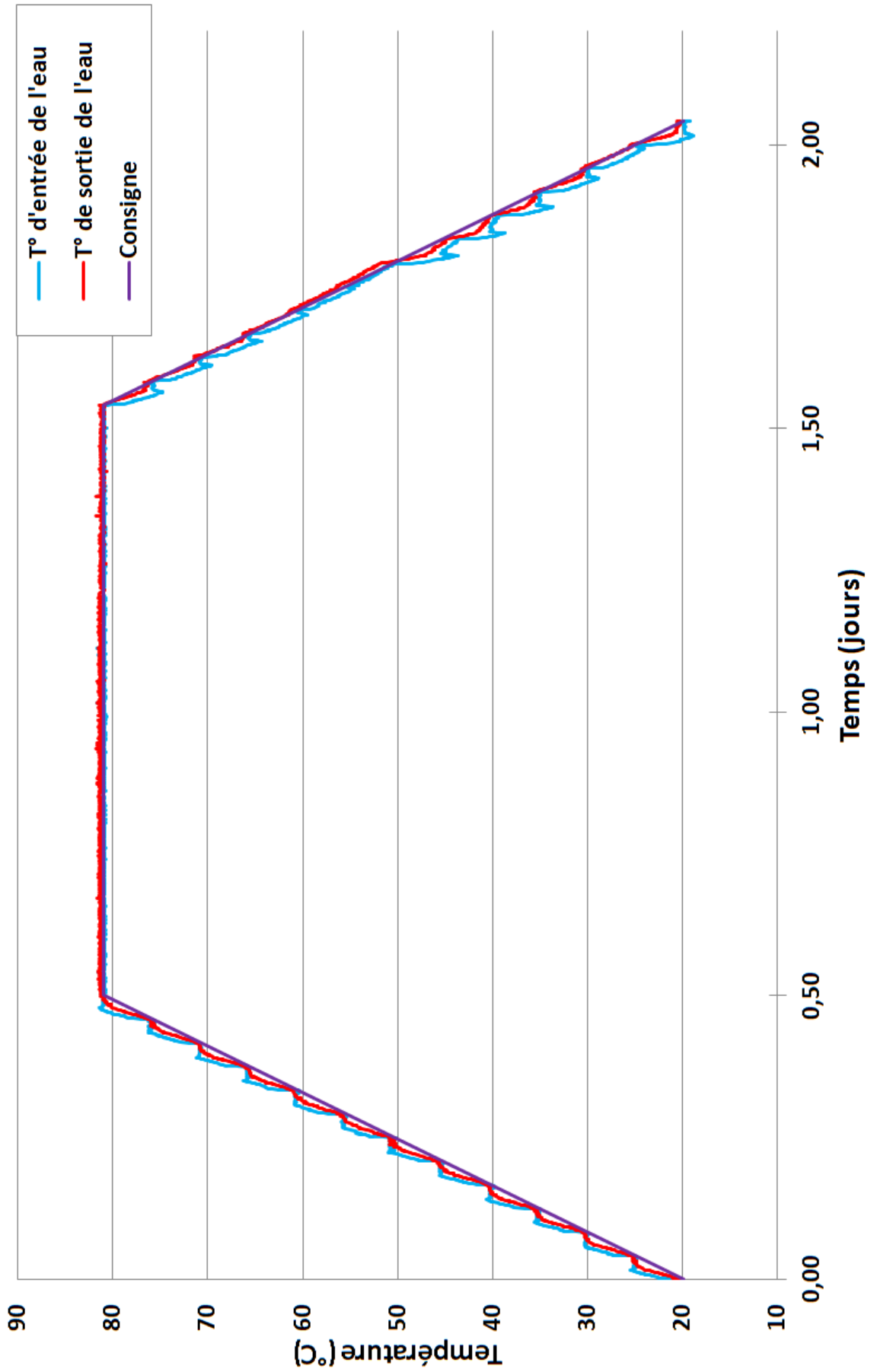
Traitement thermique à 71°C pendant 14 jours + 5 heures (341 heures)



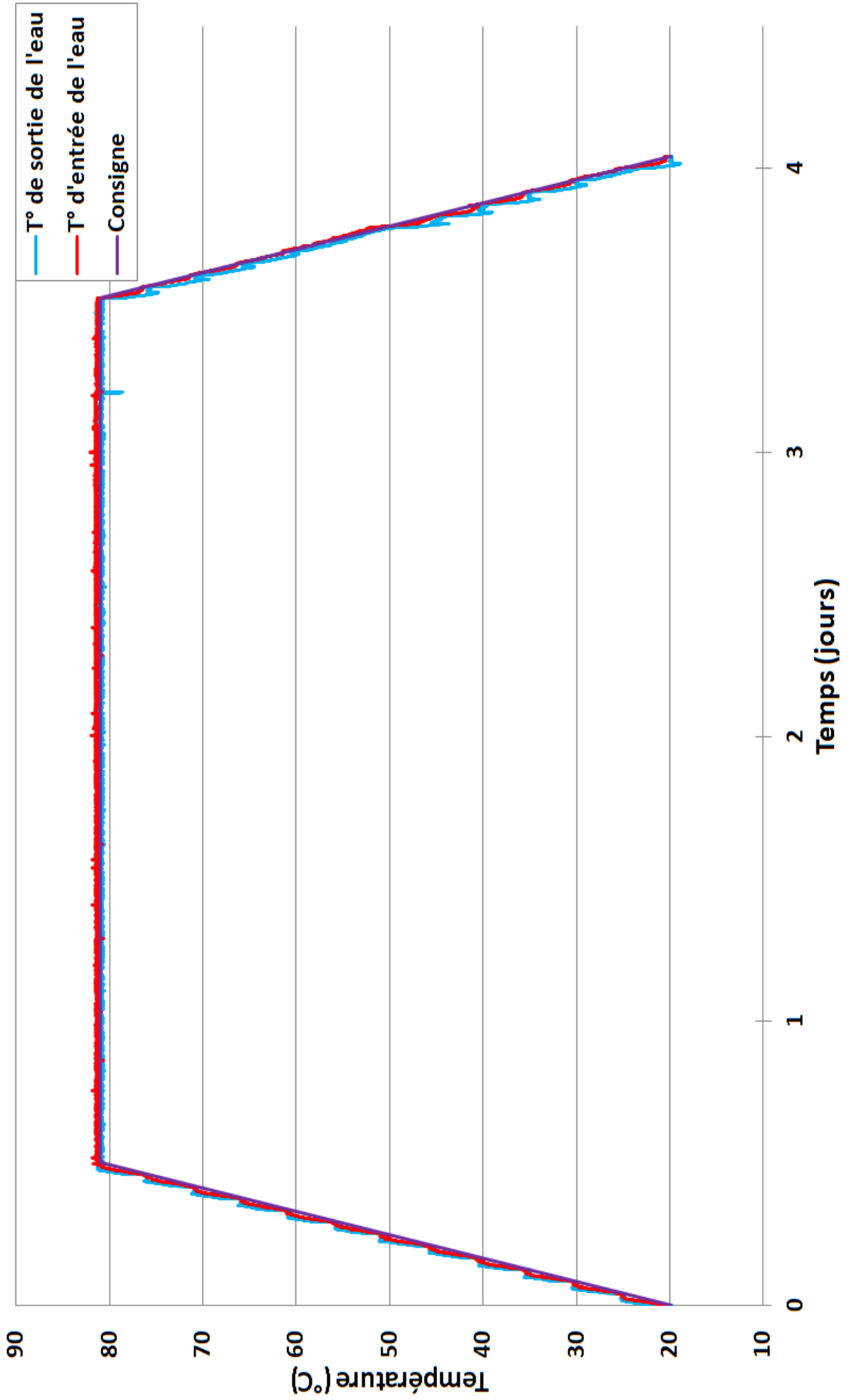
Traitement thermique à 71°C pendant 28 jours + 5 heures (677 heures)



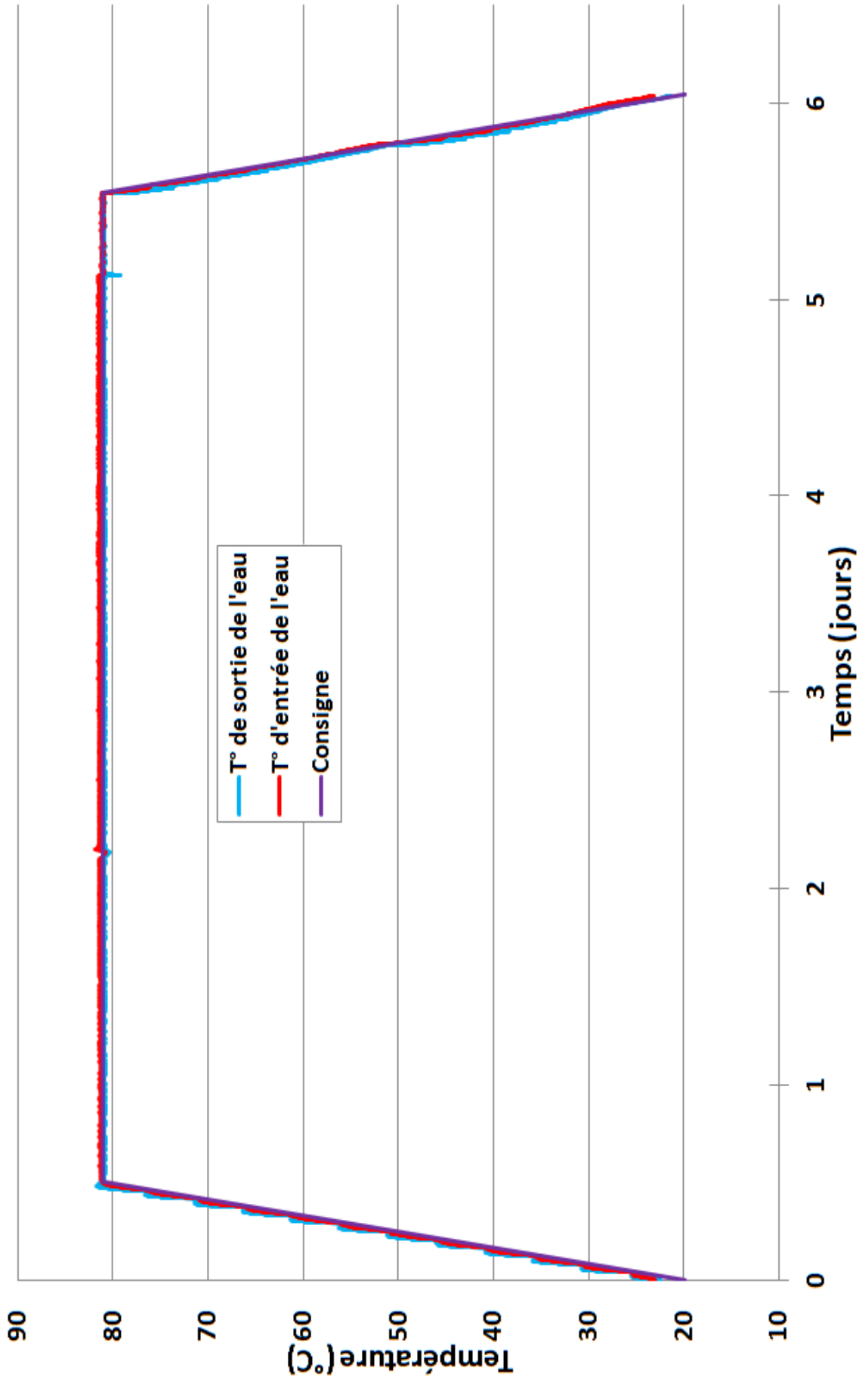
Traitement thermique à 81°C pendant 1 jour + 1 heure (25 heures)



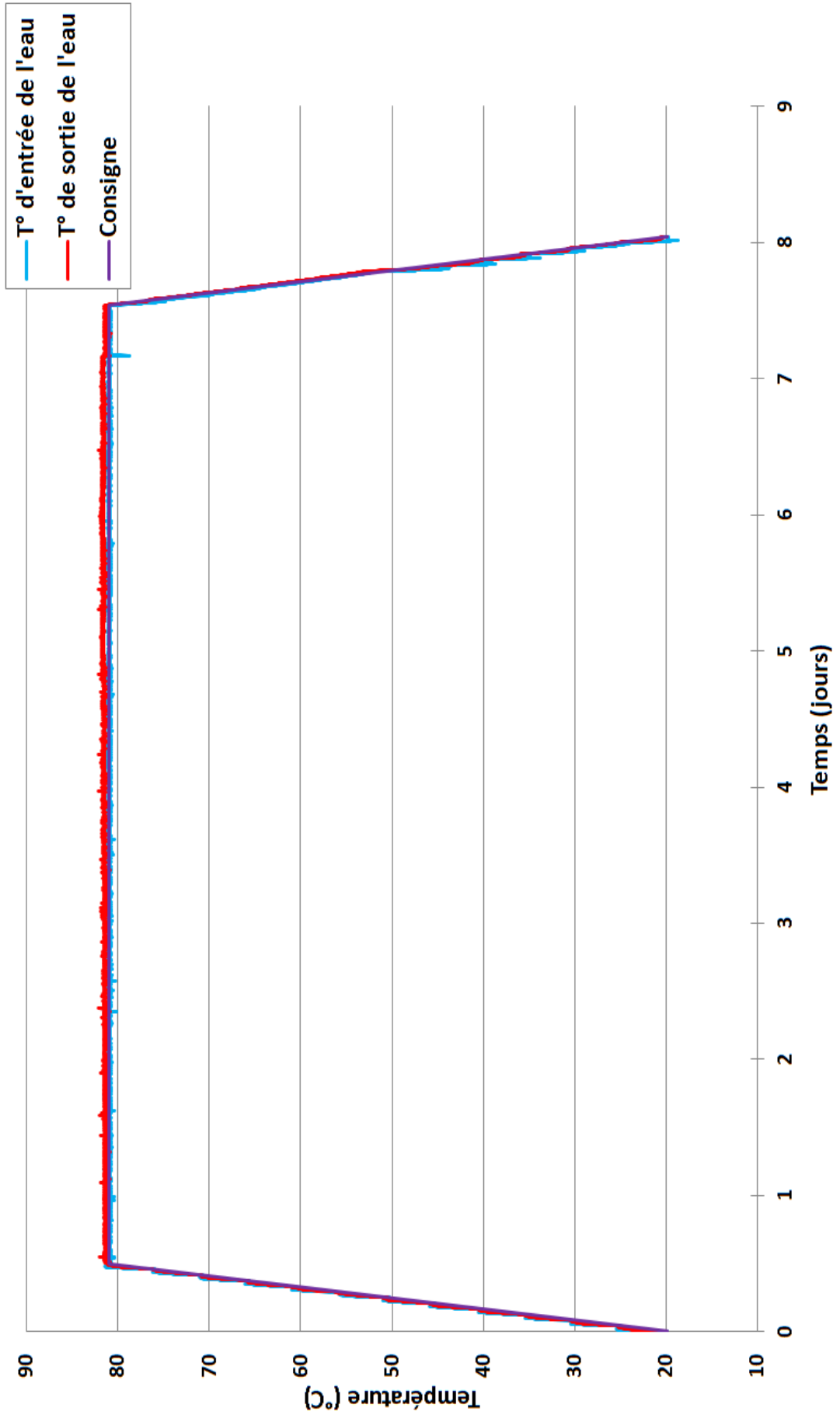
Traitement thermique à 81°C pendant 3 jours + 1 heure (73 heures)



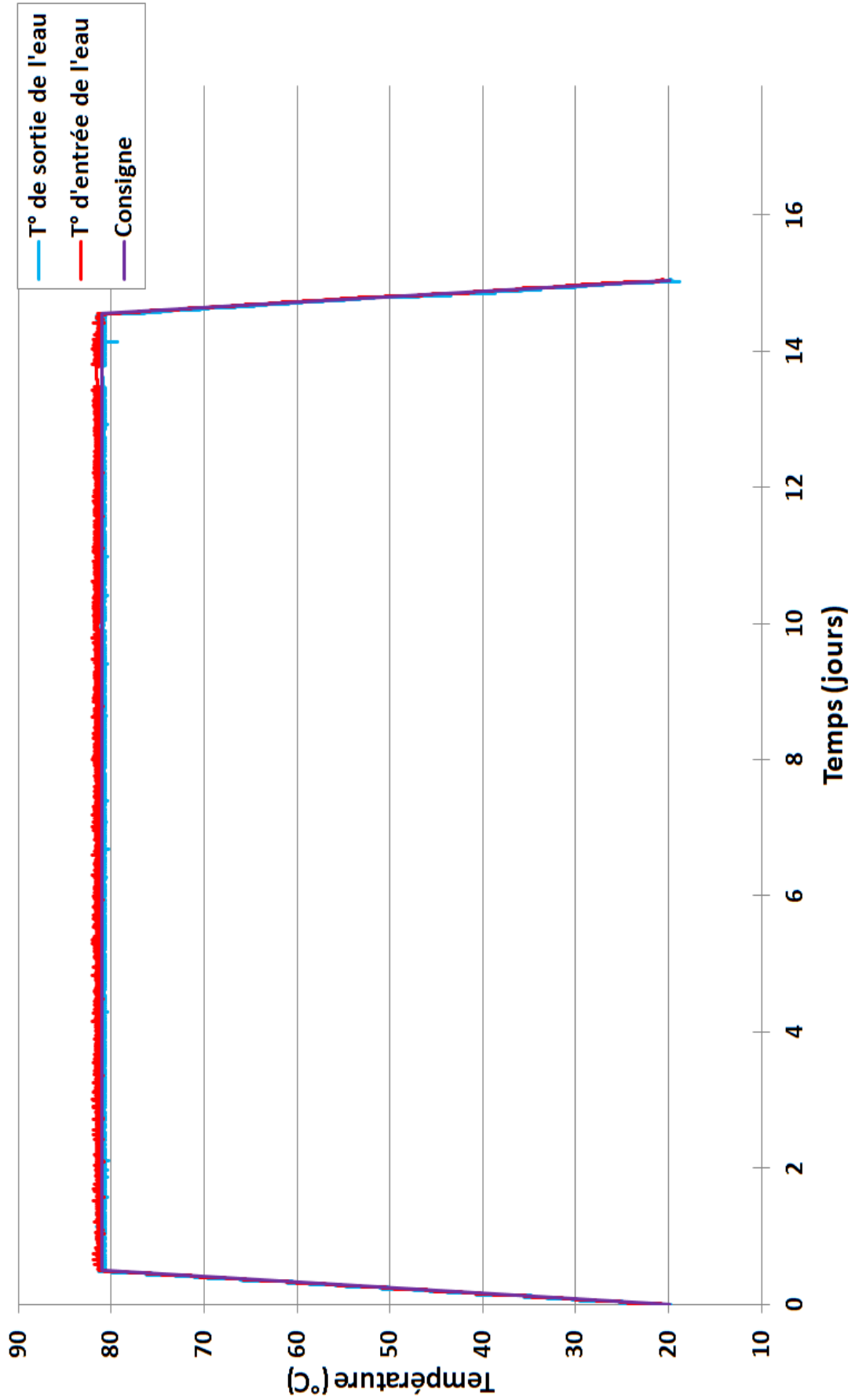
Traitement thermique à 81°C pendant 5 jours + 1 heure (121 heures)



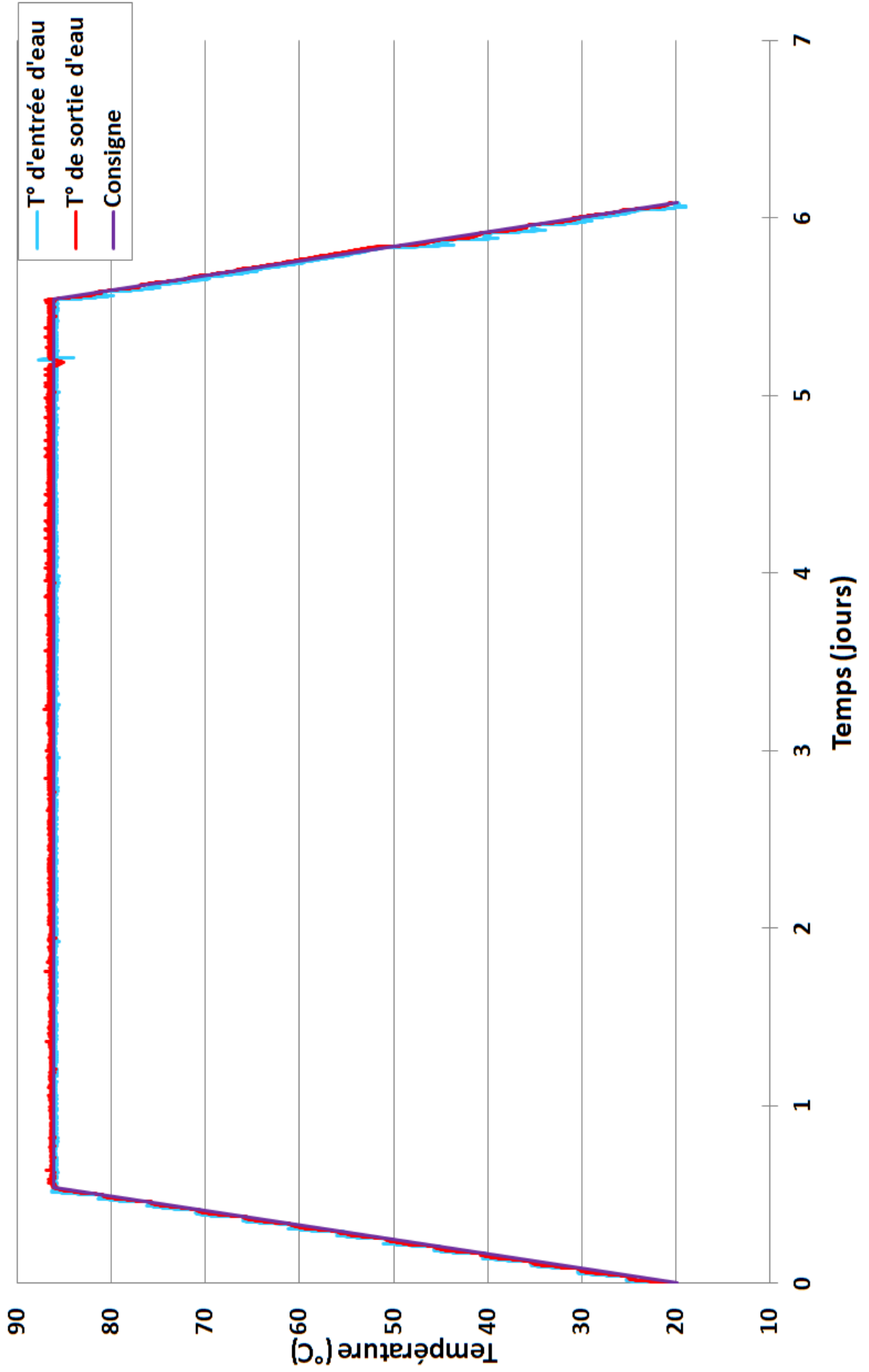
Traitement thermique à 81°C pendant 7 jours + 1 heure (169 heures)



Traitement thermique à 81°C pendant 14 jours + 1 heure (337 heures)



Traitement thermique à 86°C pendant 5 jours (120 heures)



Les traitements thermiques appliqués dans le cadre de cette recherche sont conformes aux attentes du cahier des charges et présentent en particulier une très bonne répétabilité, nécessaire à l'identification des lois de couplage recherchées. Les températures au niveau des paliers sont atteintes avec des fluctuations d'écart-type inférieurs à $0,1^{\circ}\text{C}$

A.1-4 Température de conservation

La température de l'eau dans tous les bacs a été mesurée afin de connaître l'état exact de conservation des corps d'épreuve. Les mesures ont été faites « manuellement » avec une seule sonde.

Bacs niveau haut (z=10 cm)		Bacs niveau bas (z=120 cm)	
17		18	
19		20	
21		22	
23		24	
25		26	
27		28	
	1	30	2
	3		4
1	R1_J_V	2	R1_T_V-bis
3	R0_J_V	4	R1_T_V
5	R1_J_81_7	6	R1_J_71_12
7	R0_J_81_7	8	R1_J_71_28
9	R1_T_81_7	10	R1_J_71_2
11	R0_T_81_7	12	R1_J_71_7
13	R1_J_V_bis	14	R1_J_61_14
15	R0_J_V_bis	16	R0_J_61_14
17	R1_T_86_5	18	R0_J_81_1
19	R1_T_81_14	20	R1_J_81_1
21	R0_J_81_14	22	R1_T_81_1
23	R1_J_81_14	24	R0_T_81_1
25	R0_T_81_3	26	R0_J_81_3
27	R1_T_81_3	28	R1_J_81_3
		30	R1_J_71_14

Contrôle des protocoles de traitement thermique

Température (°C) de l'eau dans les bacs du niveau haut		
33,95		35,20
33,87		34,63
35,51		33,63
33,85		33,37
33,99		33,46
34,15		34,04
	35,05	34,93

Température (°C) de l'eau dans les bacs du niveau bas		
33,63		34,55
33,54		34,50
33,56		33,65
34,01		33,32
34,01		33,46
34,24		33,75
33,80	34,98	34,87

Les résultats de mesure de la température de l'eau lors de la phase de conservation sont homogènes avec une moyenne d'environ 34°C et un écart type de l'ordre de 0,60°C.

Annexe 2 Calcul d'incertitude

A.2-1 Incertitude de mesure par extensométrie à pointeaux

Les courbes d'expansions, obtenues à l'aide de la technique d'extensométrie à pointeaux, présentées dans ce document sont calculées à partir de la relation suivante :

$$\varepsilon_t = \frac{D_t - D_0}{L_{\text{base}}}$$

Avec :

D_t : Déplacement relatif des plots à la date t.

D_0 : Déplacement relatif des plots à la date t=0.

L_{base} : Longueur de la base de mesure = 100 mm

En différenciant cette équation, on obtient :

$$\begin{cases} d\varepsilon_t = \frac{\partial \varepsilon_t}{\partial D_t} \cdot dD_t + \frac{\partial \varepsilon_t}{\partial D_0} \cdot dD_0 + \frac{\partial \varepsilon_t}{\partial L_{\text{base}}} \cdot dL_{\text{base}} \\ d\varepsilon_t = \frac{1}{L_{\text{base}}} \cdot dD_t - \frac{1}{L_{\text{base}}} \cdot dD_0 - \frac{(D_t - D_0)}{L_{\text{base}}^2} \cdot dL_{\text{base}} \end{cases}$$

L'incertitude de la déformation liée à la mesure s'écrit donc :

$$u_{\varepsilon_t} = \sqrt{\frac{1}{L_{\text{base}}^2} \cdot u_{D_t}^2 + \frac{1}{L_{\text{base}}^2} \cdot u_{D_0}^2 + \frac{(D_t - D_0)^2}{L_{\text{base}}^4} \cdot u_{L_{\text{base}}}^2}$$

Les mesures par extensométrie à pointeaux ont été réalisées sur des corps d'épreuve prismatiques de géométrie 11-11-22 cm³. Le déplacement d'une section (D_t) est obtenu par moyennage du déplacement des plots au niveau d'une seule base (X_{ti}).

$$\left\{ D_t = \frac{1}{3} \cdot \sum_{i=1}^3 X_{ti} \quad \text{donc} \quad u_{D_t} = \frac{1}{3} \cdot \sum_{i=1}^3 3 \cdot \frac{u_{X_{ti}}^2}{3^2} \right.$$

L'incertitude élargie a été déterminée lors de l'étalonnage de l'extensomètre à pointeaux. Elle est de l'ordre de 1,41 μm .

Donc :

$$u_{D_t} = \sqrt{3 \cdot \frac{1,41^2}{3^2}} = 0,814 \mu\text{m}$$

La même procédure a été suivie pour D_0 :

$$u_{D_0} = 0,814 \mu\text{m}$$

Calcul d'incertitude

Selon [Martin 2010], l'incertitude liée à la longueur de la base est estimée à :

$$u_{L_{\text{base}}} = 150 \mu\text{m}$$

En faisant l'hypothèse que les prismes développent des gonflements maximaux de l'ordre de 1,5%, l'incertitude de la mesure est égale à :

$$u_{\varepsilon_t} = \sqrt{\frac{1}{100000^2} \cdot 0,814^2 + \frac{1}{100000^2} \cdot 0,814^2 + \frac{1500^2}{100000^4} \cdot 150^2} = 22,5 \cdot 10^{-6}$$

Donc l'incertitude de mesure d'un gonflement de l'ordre de 1,5% est de 0,00225% soit 22,5 $\mu\text{m}/\text{m}$.

A.2-2 Incertitude de mesure par bâti

Les courbes d'expansions obtenues, à l'aide du bâti de mesure automatisée, présentées dans le présent document sont calculées à partir de relation suivante :

$$\varepsilon_t = \frac{D_t}{L_{\text{base}}}$$

Avec :

D_t : Déplacement relatif des plots à la date t.

L_{base} : Longueur de la base de mesure = 220 mm

En différenciant cette équation, on obtient :

$$d\varepsilon_t = \frac{\partial \varepsilon_t}{\partial D_t} \cdot dD_t + \frac{\partial \varepsilon_t}{\partial L_{\text{base}}} \cdot dL_{\text{base}}$$

$$d\varepsilon_t = \frac{1}{L_{\text{base}}} \cdot dD_t - \frac{D_t}{L_{\text{base}}^2} \cdot dL_{\text{base}}$$

L'incertitude de la déformation liée à la mesure s'écrit donc :

$$u_{\varepsilon_t} = \sqrt{\frac{1}{L_{\text{base}}^2} \cdot u_{D_t}^2 + \frac{D_t^2}{L_{\text{base}}^4} \cdot u_{L_{\text{base}}}^2}$$

Les mesures à l'aide des capteurs LVDT ont été réalisées sur des corps d'épreuve prismatiques de géométrie 11-11-22 cm³.

$$D_t = X_{ti} \text{ donc } u_{D_t} = u_{X_{ti}}$$

L'incertitude élargie a été déterminée lors de l'étalonnage des capteurs LVDT. Elle est de l'ordre de 1,49 μm.

$$u_{D_t} = 1,49 \mu m$$

L'incertitude liée à la longueur de la base est estimée à :

$$u_{L_{\text{base}}} = 500 \mu m$$

En faisant l'hypothèse que les prismes développent des gonflements maximaux de l'ordre de 1,5%, l'incertitude de la mesure est égale à :

$$u_{\varepsilon_t} = \sqrt{\frac{1}{220000^2} \cdot 1,49^2 + \frac{1500^2}{220000^4} \cdot 500^2} = 16,9 \cdot 10^{-6}$$

Donc l'incertitude de mesure d'un gonflement de l'ordre de 1,5% est de 0,00169% soit 16,9 μm/m.

Calcul d'incertitude

Les incertitudes de mesure par extensométrie à pointeaux et par bâti sont donc comparables. Les raccordements effectués pour corriger les perturbations instantanées ne sont pas pris en compte.

Annexe 3 Mesure d'expansions : confrontation capteurs des bâtis / extensométrie à pointeaux

Cette annexe présente les comparaisons entre suivi par bâti et par extensomètre à pointeaux des expansions telles qu'enregistrées à ce jour dans les différents cas.

A.3-1 R1_J_61_14

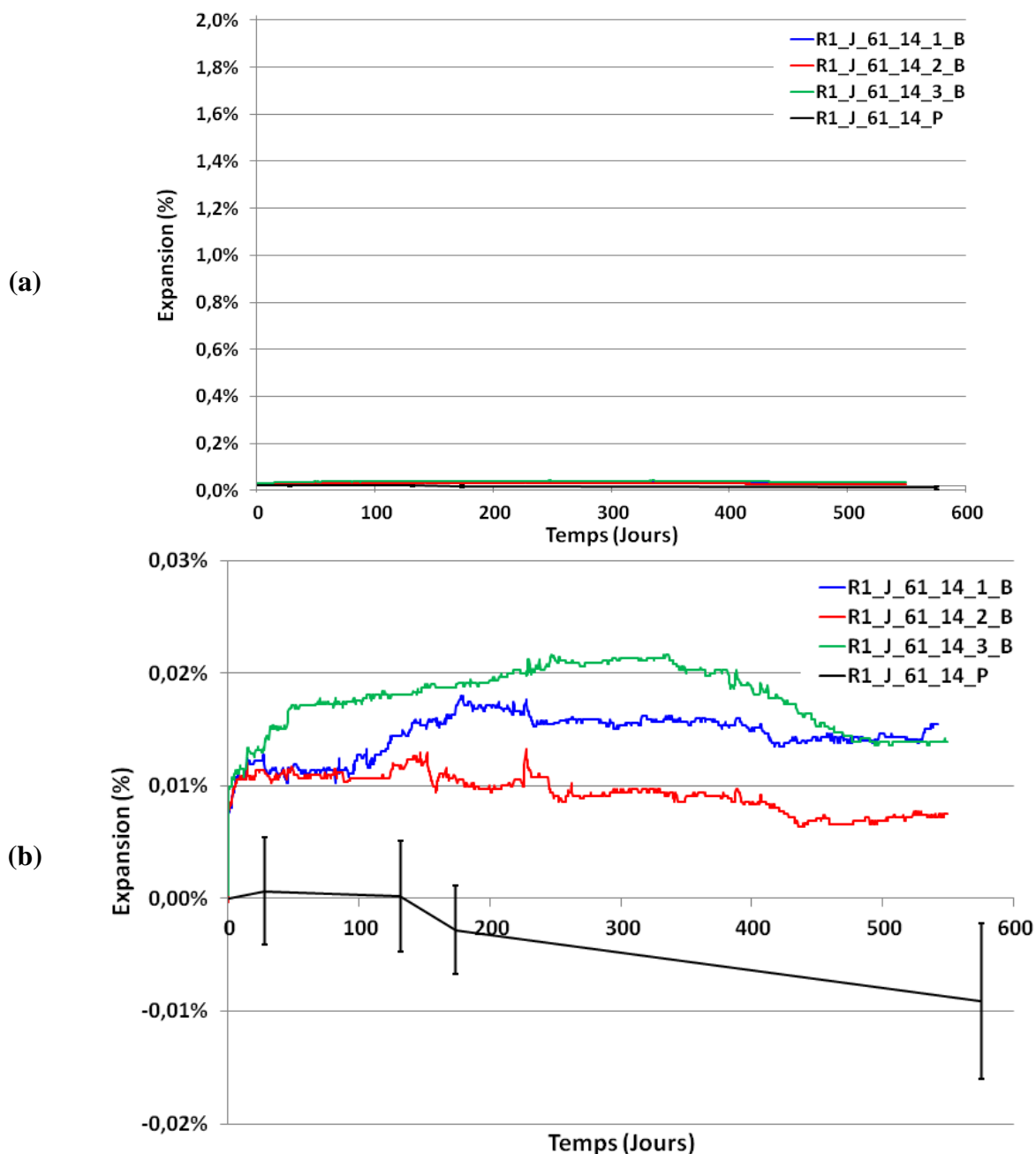


Figure A. 7 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 61°C pendant 14 jours (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

A.3-2 R1_J_66_14

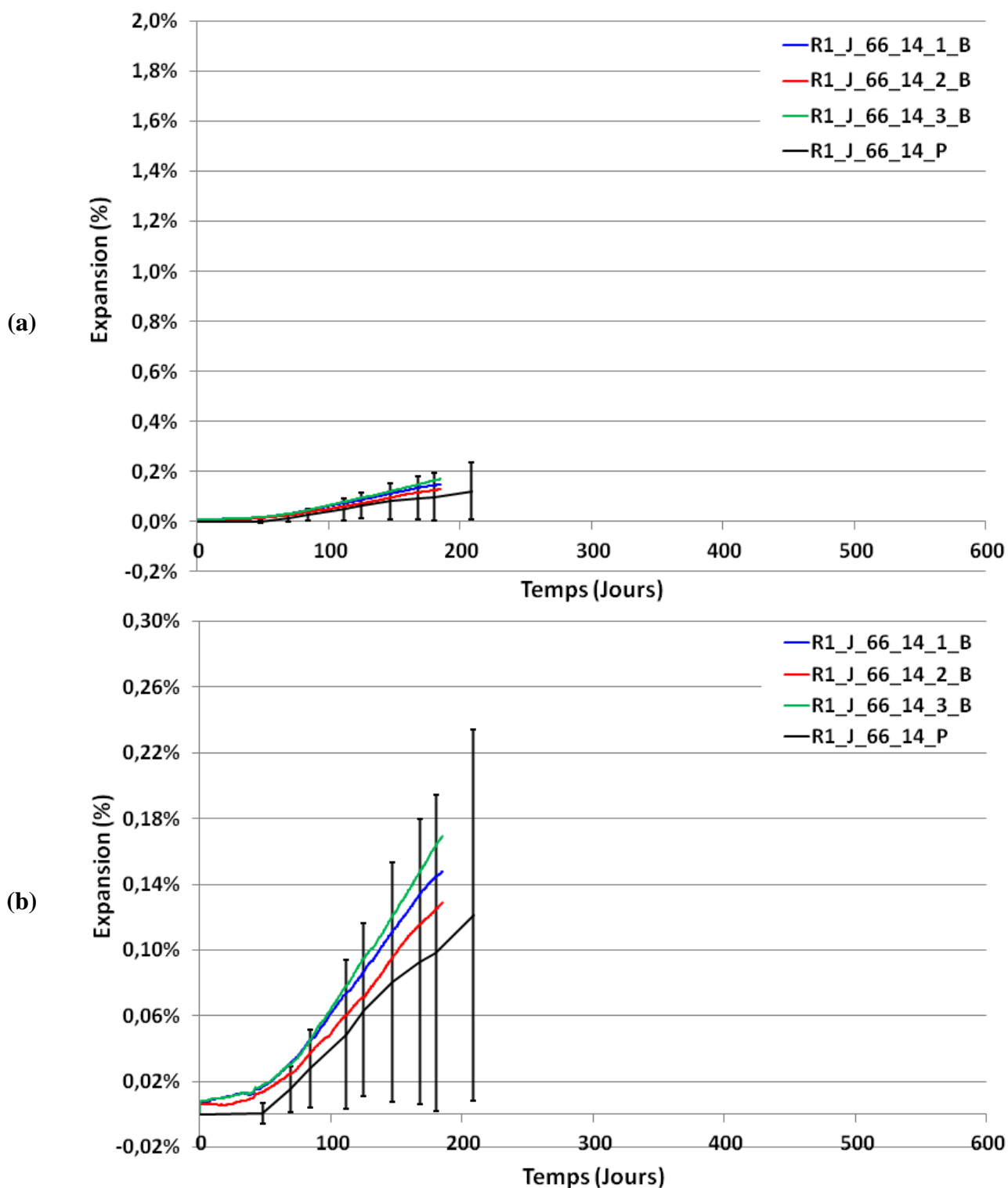


Figure A. 8 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 66°C pendant 14 jours (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

A.3-3 R1_J_71

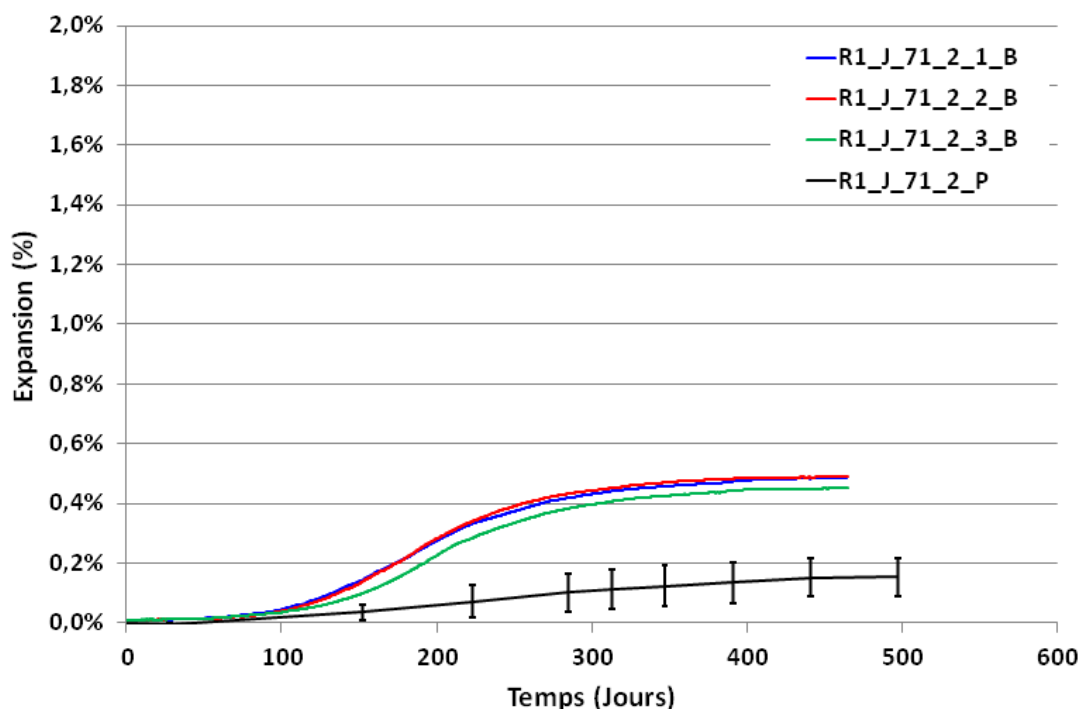


Figure A. 9 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 2 jours

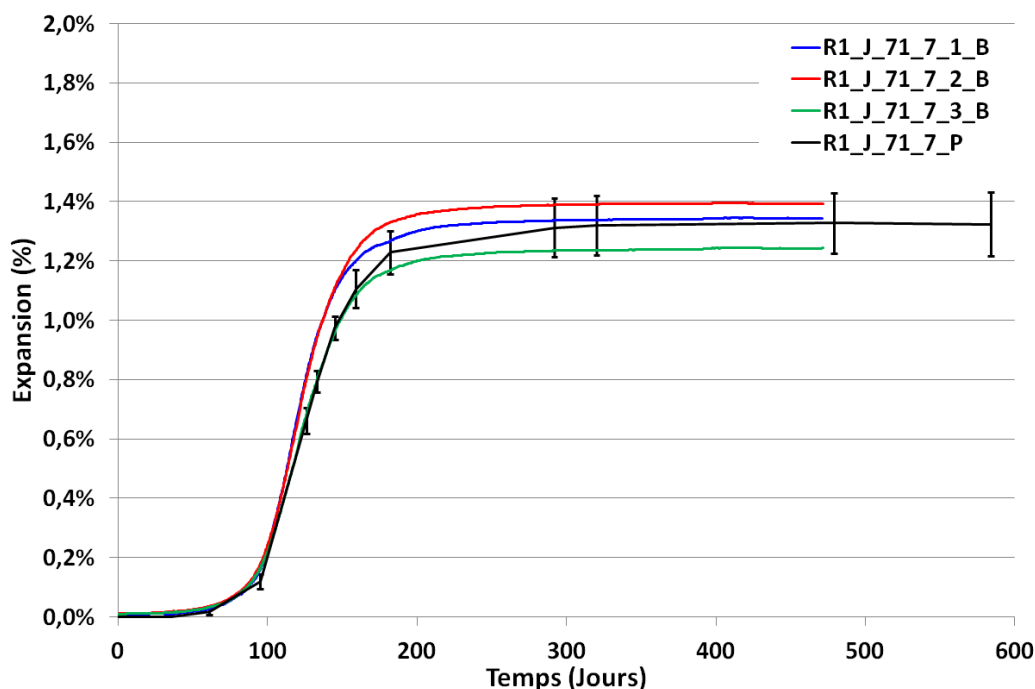


Figure A. 10 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 7 jours

Mesure d'expansions : confrontation capteurs des bâtis / extensométrie à pointeaux

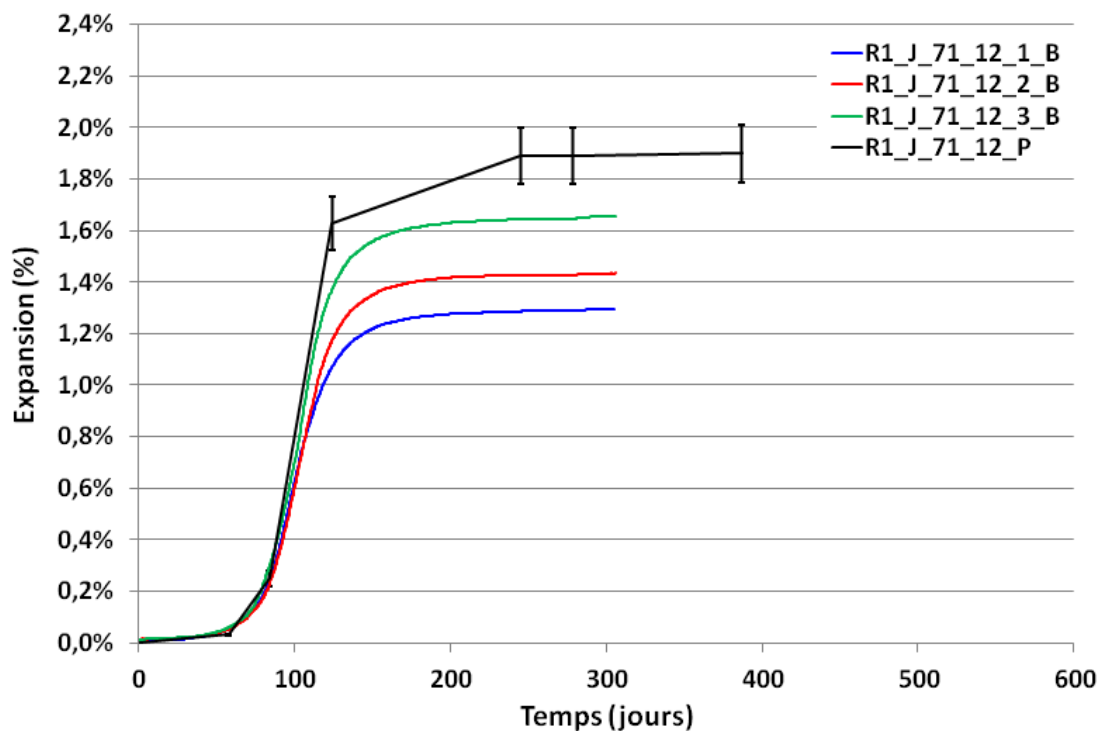


Figure A. 11 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 12 jours

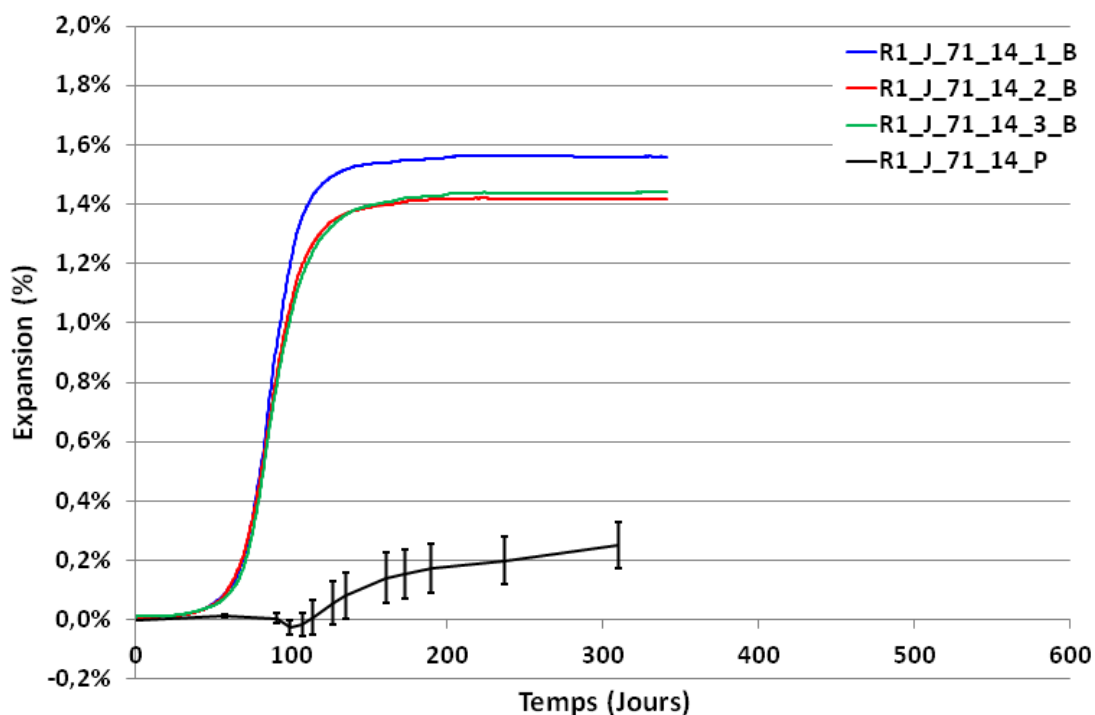


Figure A. 12 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 14 jours

Mesure d'expansions : confrontation capteurs des bâtis / extensométrie à pointeaux

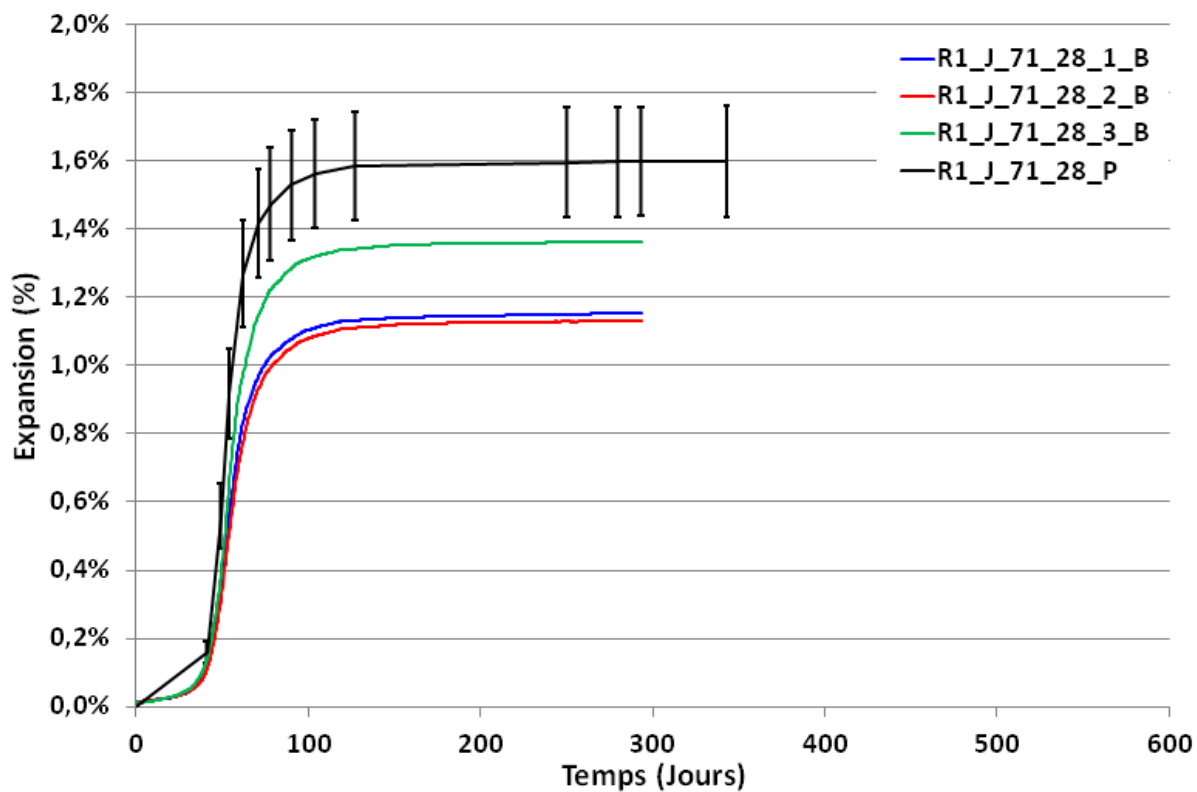


Figure A. 13 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 28 jours

A.3-4 R1_J_81

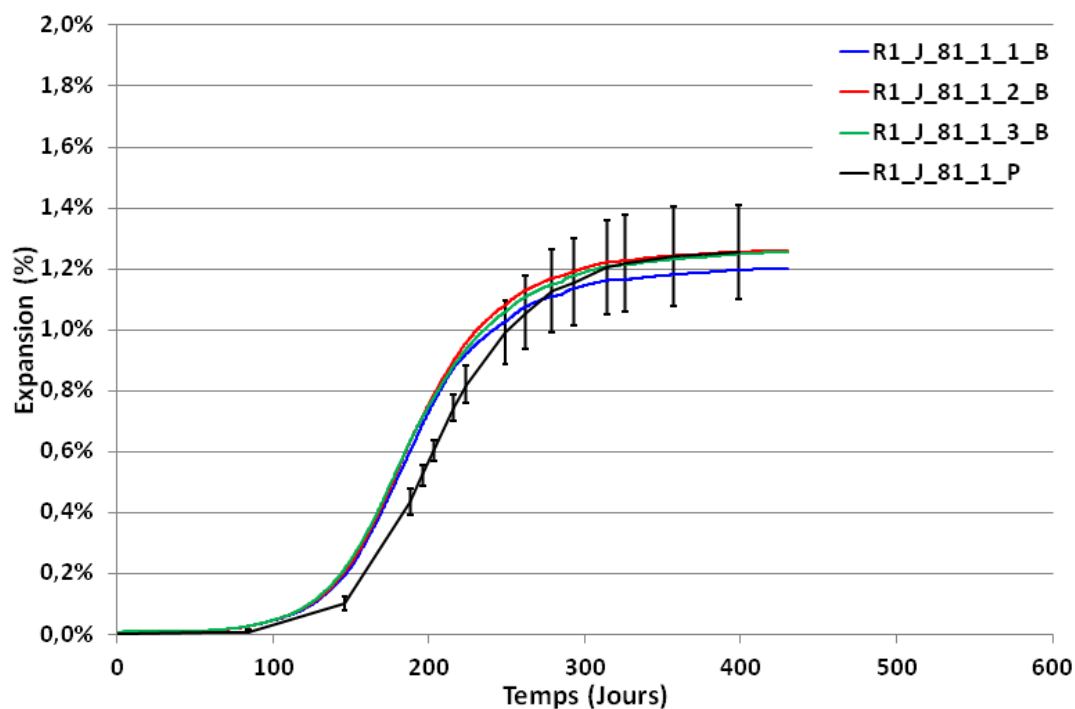


Figure A. 14 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 1 jour

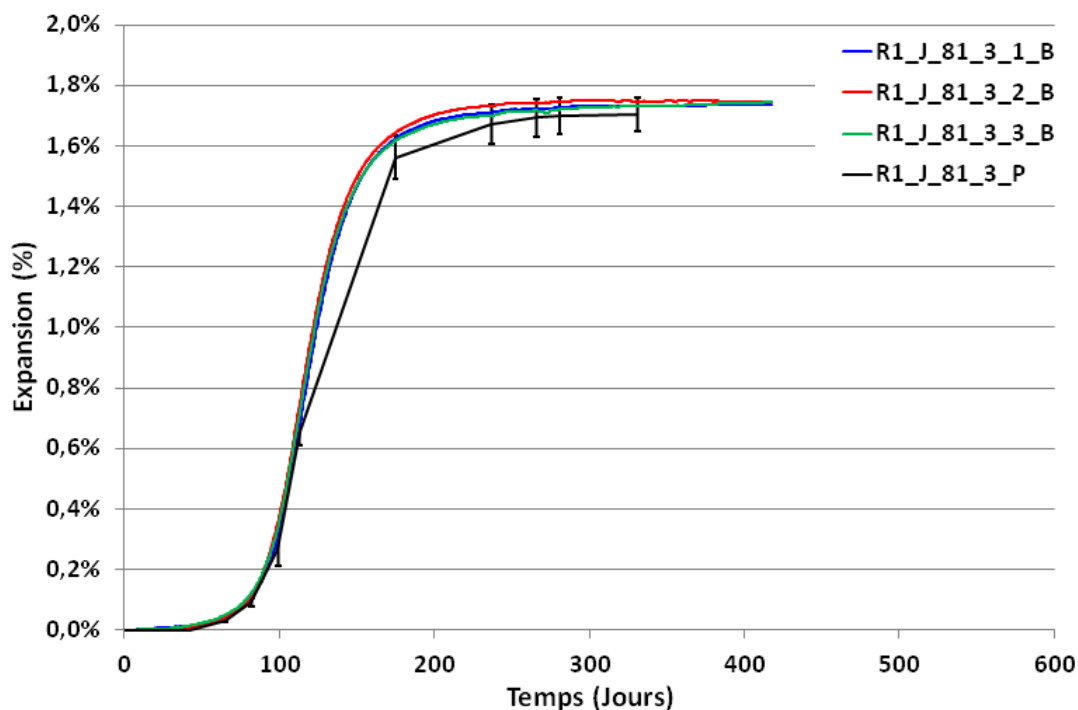


Figure A. 15 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 3 jours

Mesure d'expansions : confrontation capteurs des bâtis / extensométrie à pointeaux

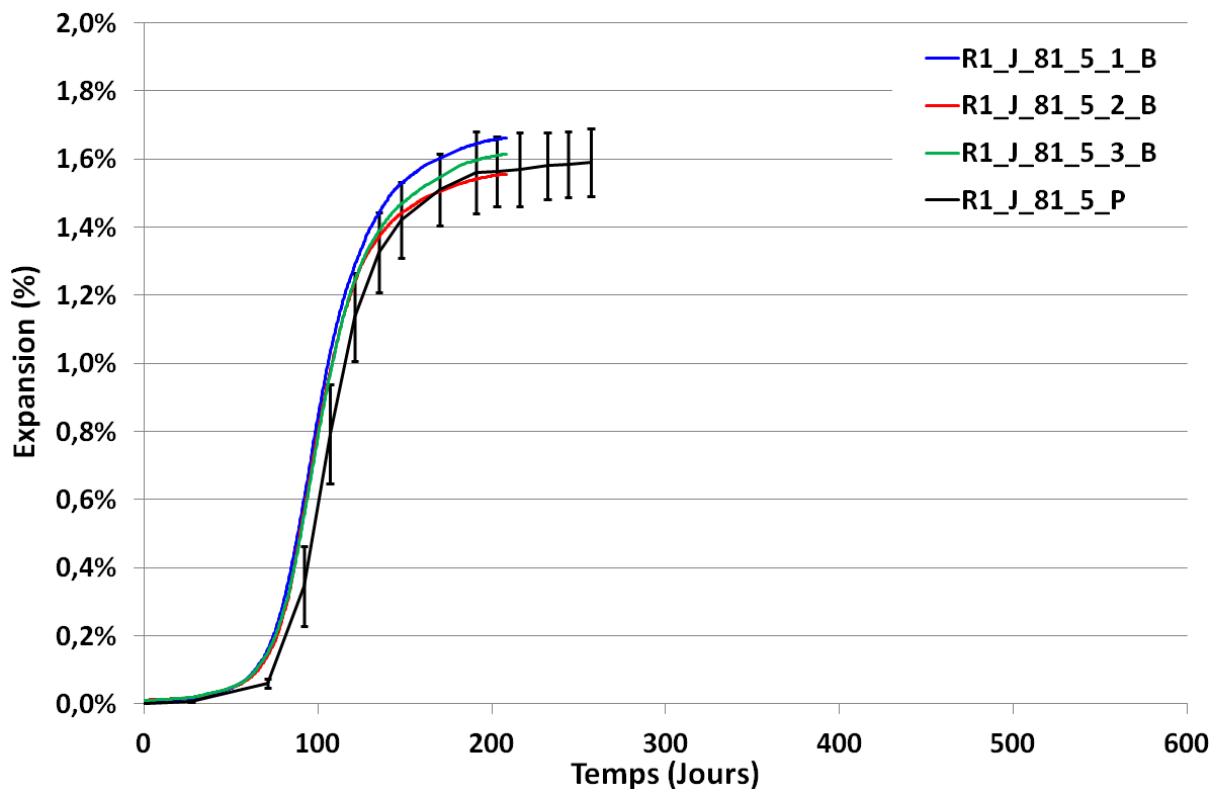


Figure A. 16 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 5 jours

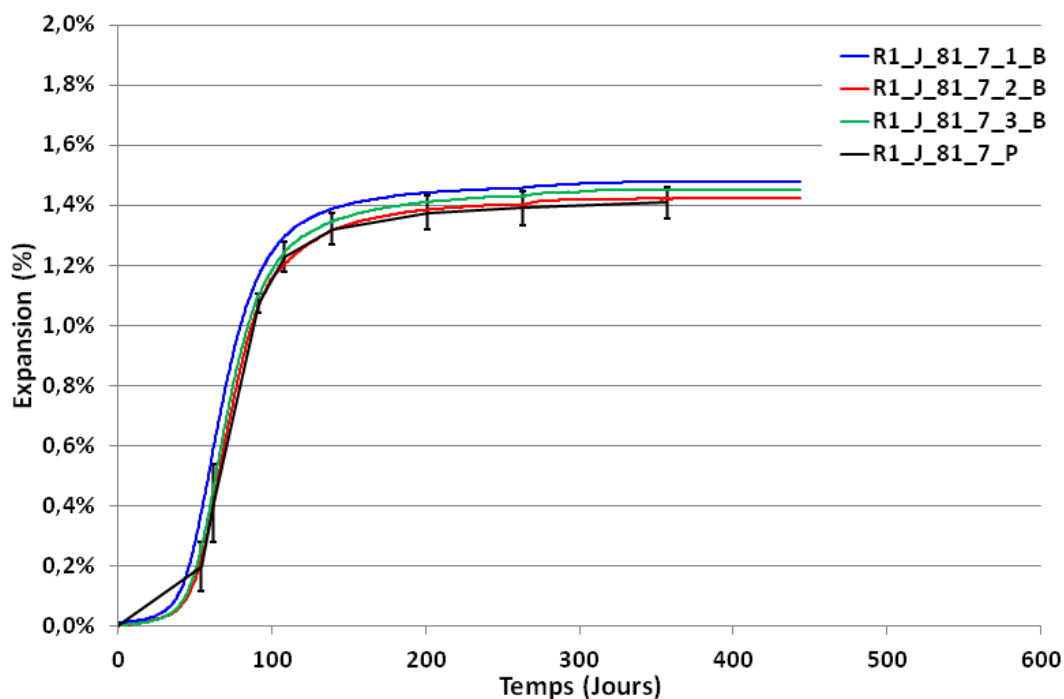


Figure A. 17 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 7 jours

Mesure d'expansions : confrontation capteurs des bâtis / extensométrie à pointeaux

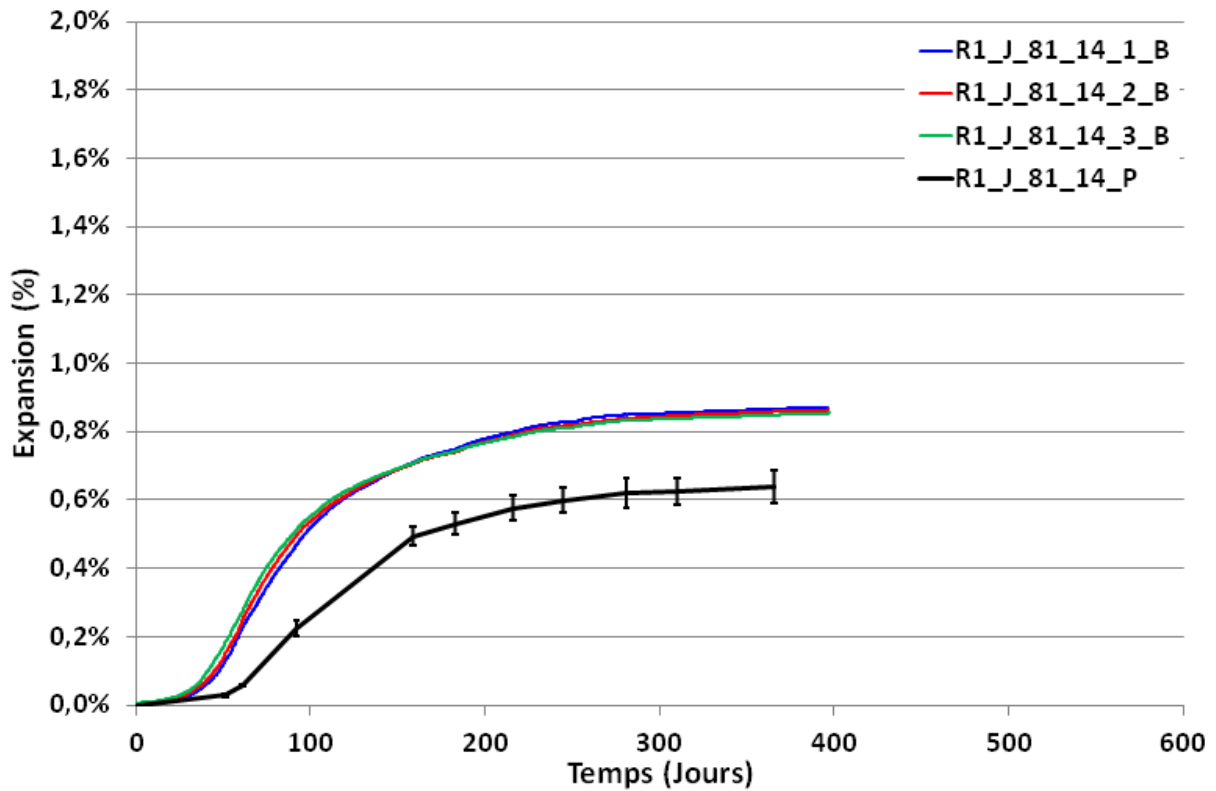


Figure A. 18 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 14 jours

A.3-5 R1_J_V

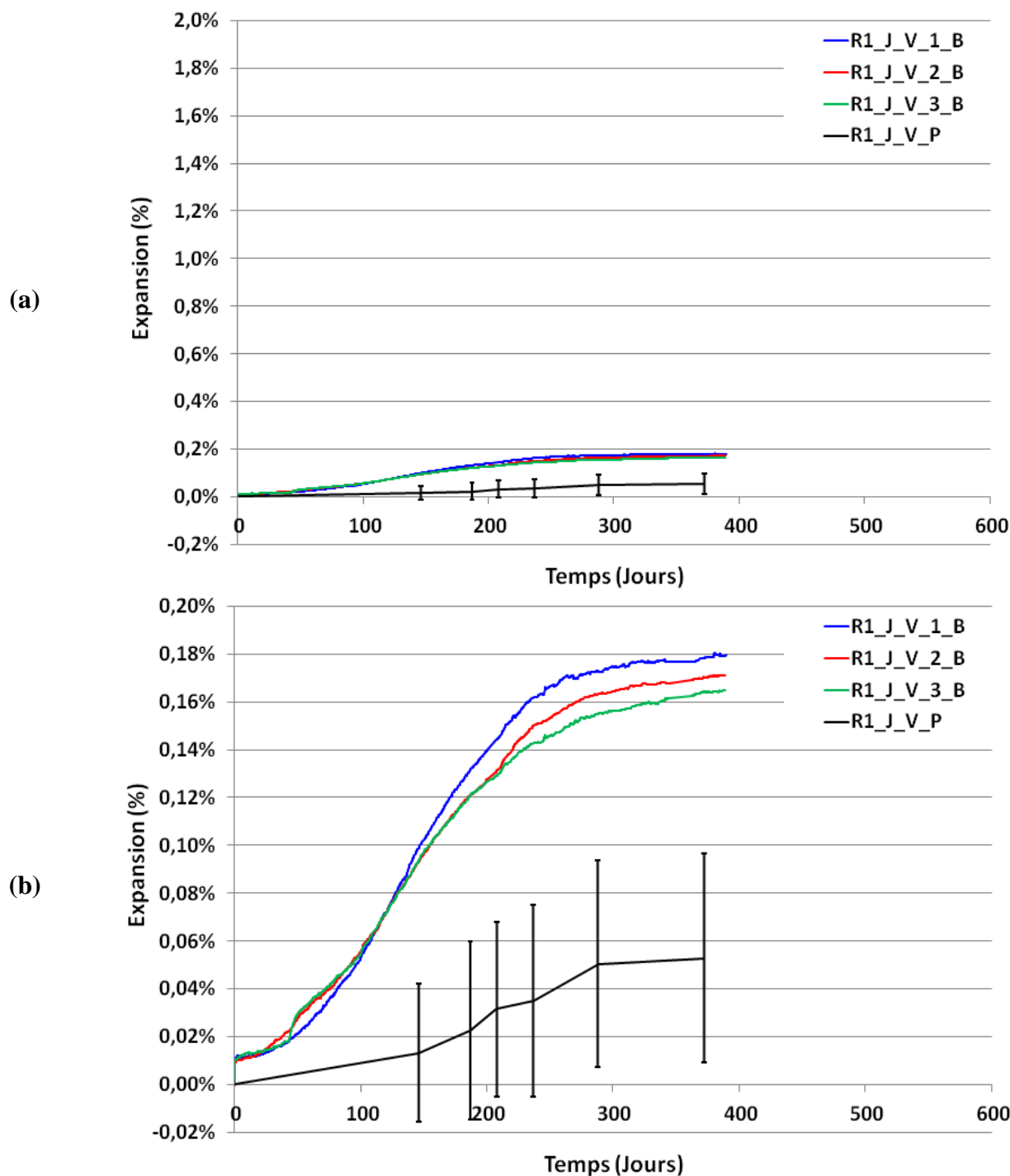


Figure A. 19 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du traitement thermique de validation V au jeune âge (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

A.3-6 R1_J_V_BIS

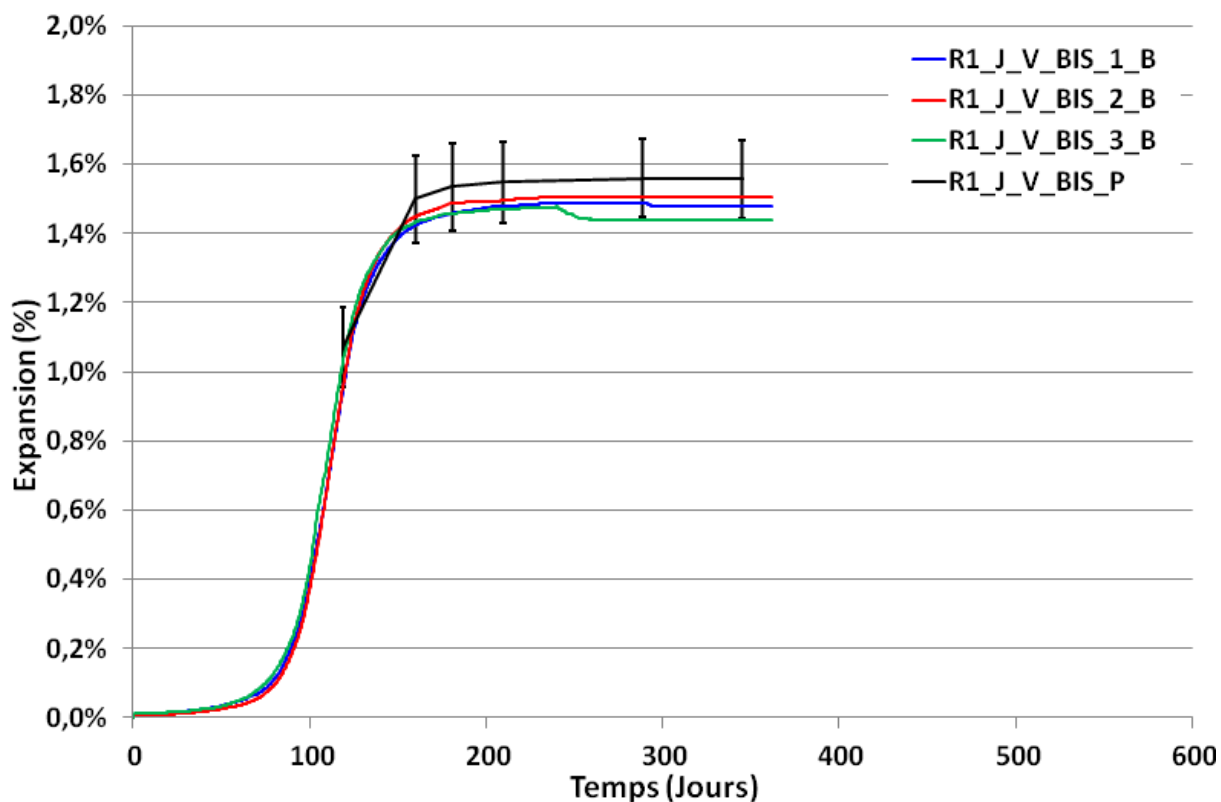


Figure A. 20 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du traitement thermique de validation V_BIS au jeune âge

A.3-7 R1_T_81

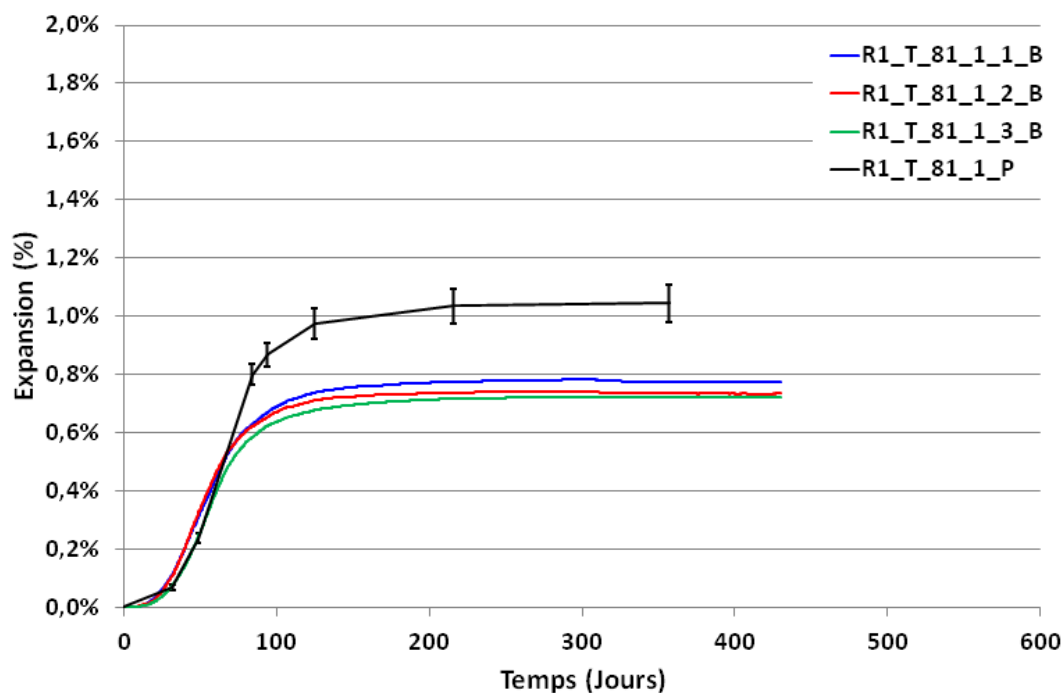


Figure A. 21 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique tardif à 81°C pendant 1 jour

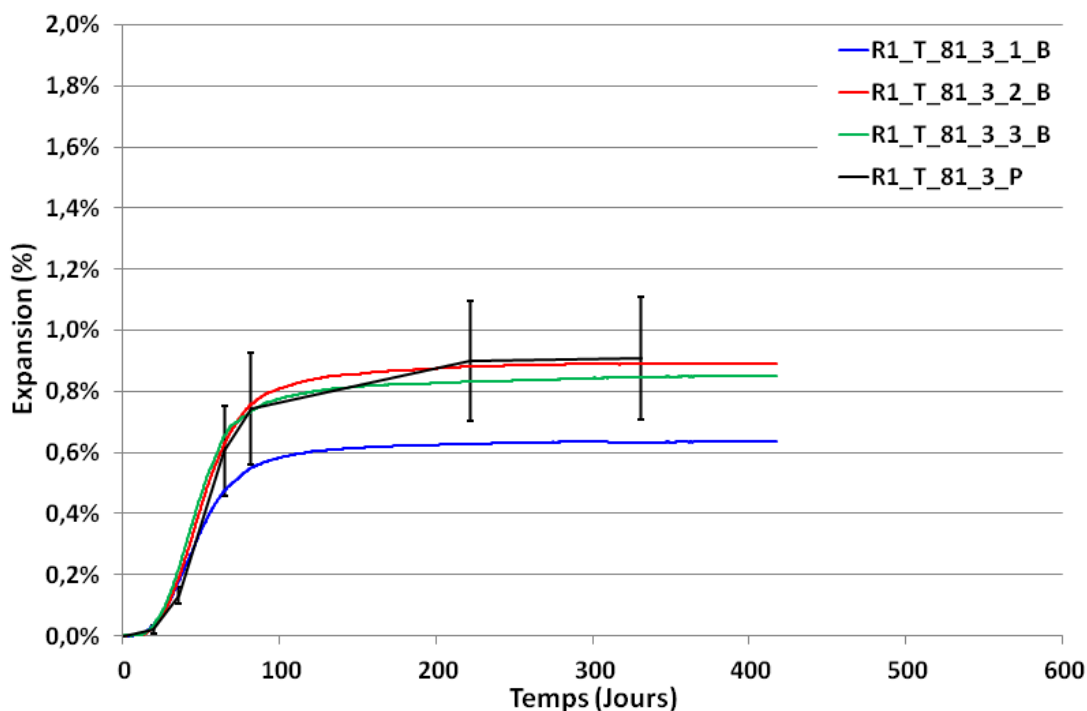


Figure A. 22 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique tardif à 81°C pendant 3 jours

Mesure d'expansions : confrontation capteurs des bâtis / extensométrie à pointeaux

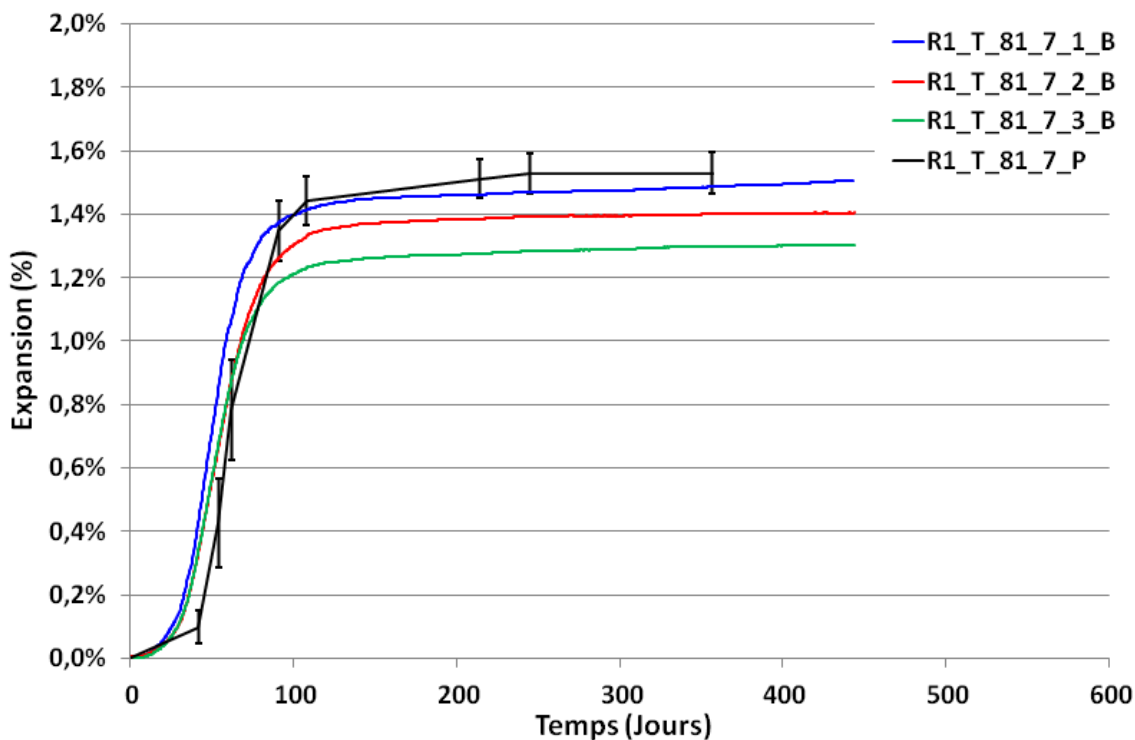


Figure A. 23 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures Pfender (P) dans le cas d'un traitement thermique tardif à 81°C pendant 7 jours

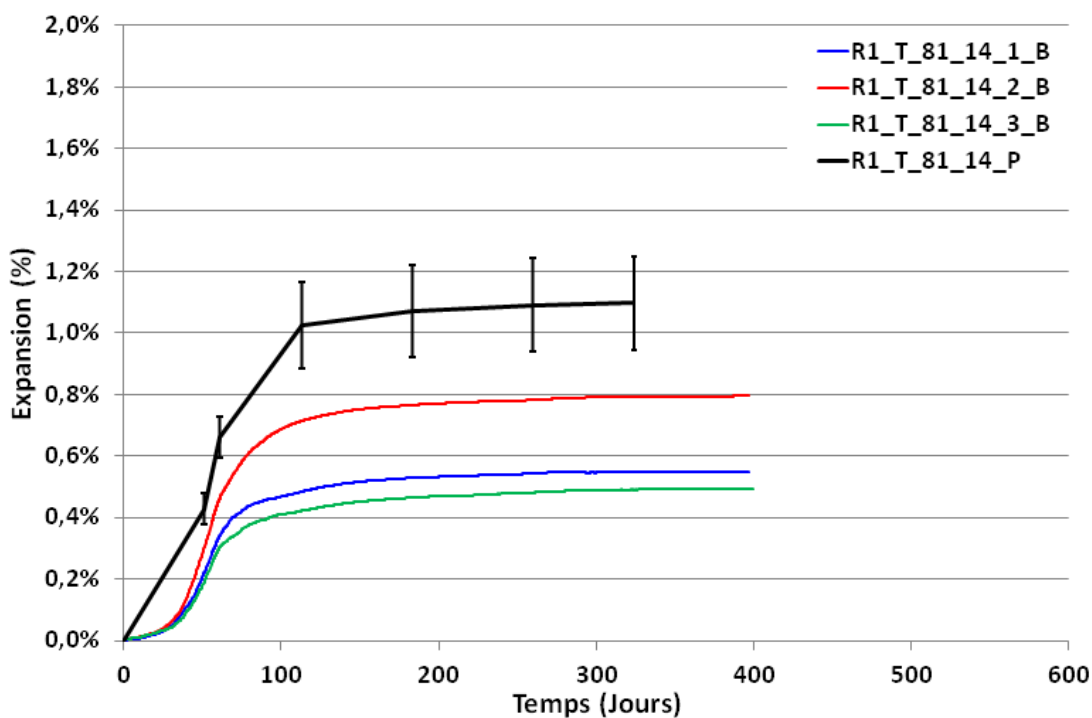


Figure A. 24 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique tardif à 81°C pendant 14 jours

A.3-8 R1_T_86

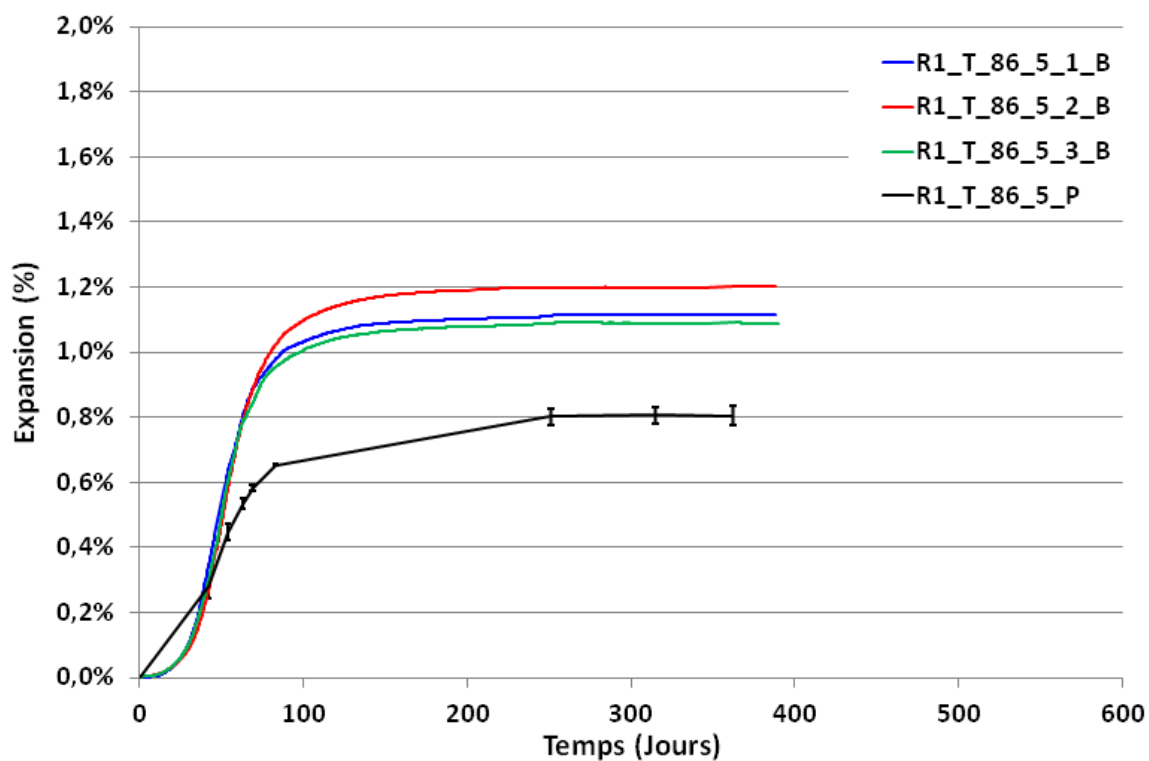


Figure A. 25 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas d'un traitement thermique tardif à 86°C pendant 5 jours

A.3-9 R1_T_V

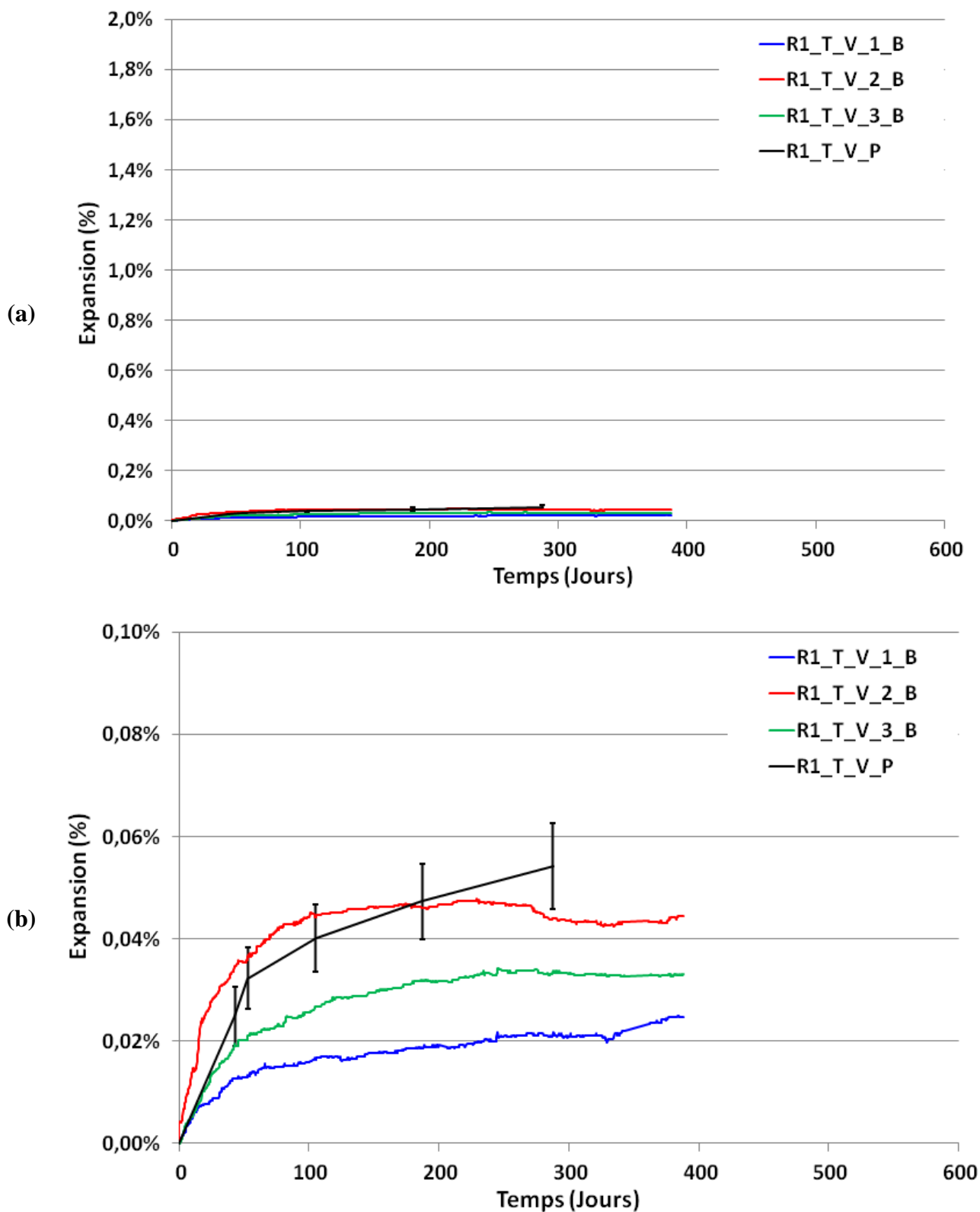


Figure A. 26 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du traitement thermique de validation V tardif (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

A.3-10 R1_T_V_BIS

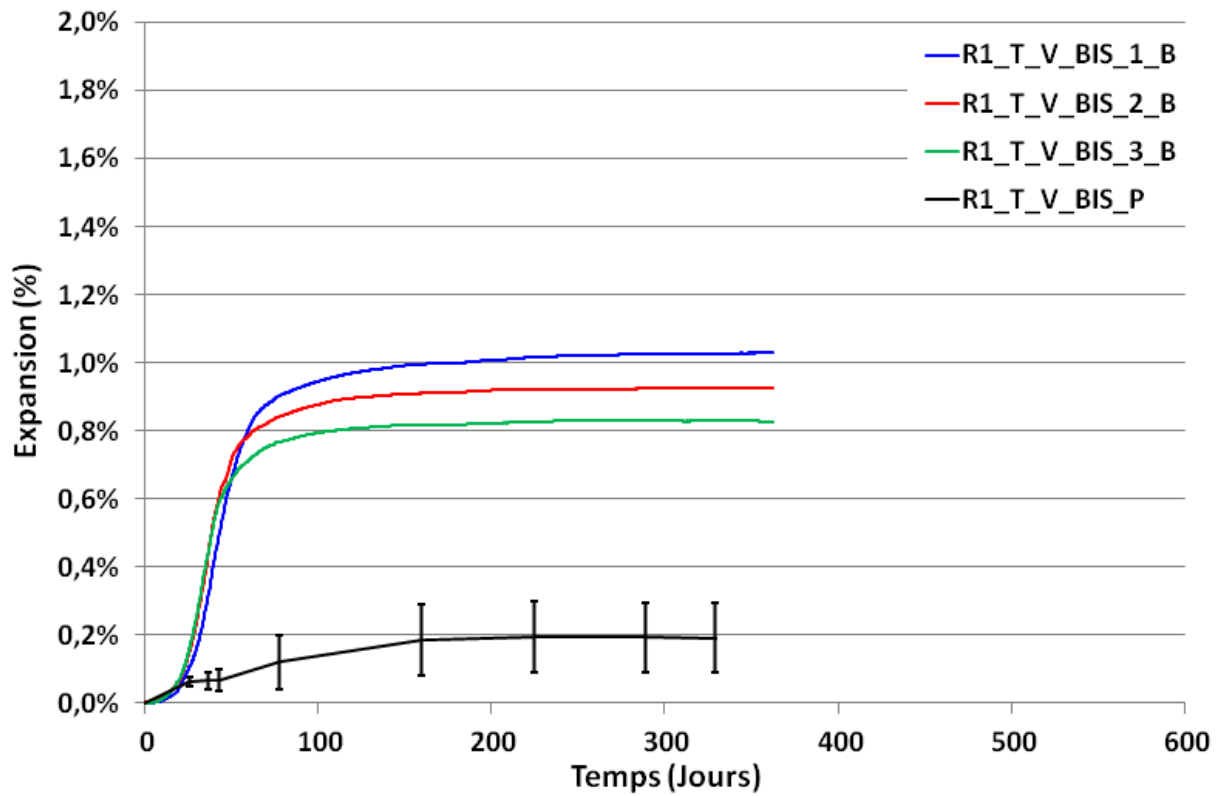


Figure A. 27 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du traitement thermique de validation V_BIS tardif

A.3-11 R0_J_81

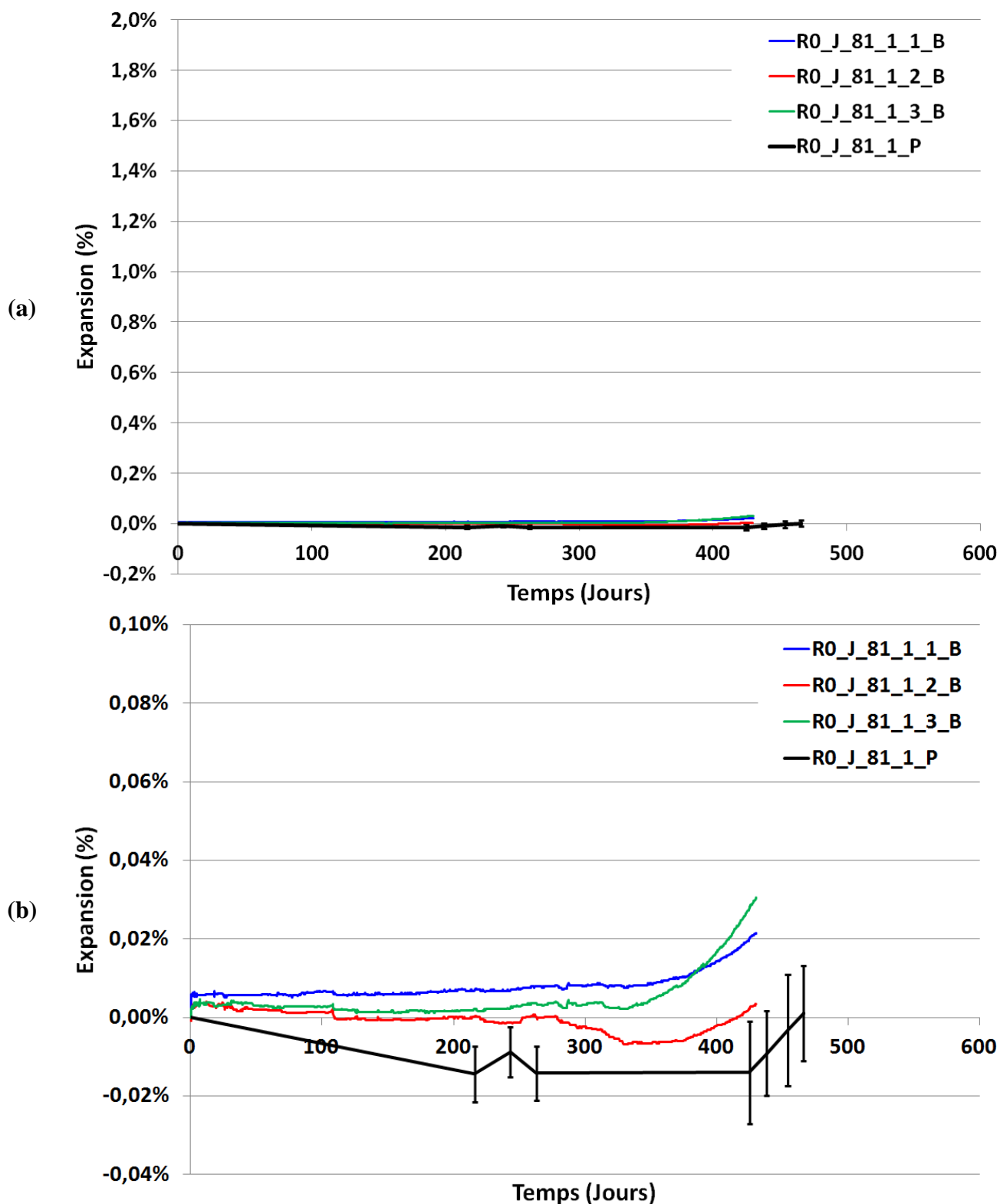


Figure A. 28 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du béton R0 traité au jeune âge à 81°C pendant 1 jour (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

Mesure d'expansions : confrontation capteurs des bâtis / extensométrie à pointeaux

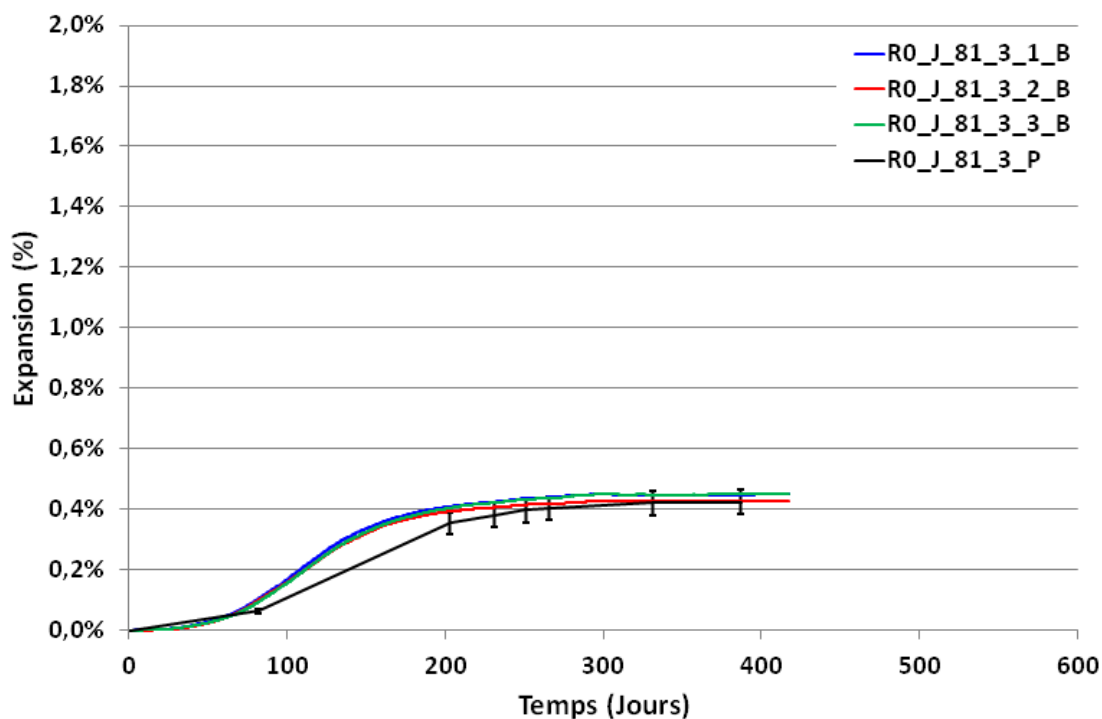


Figure A. 29 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du béton R0 traité au jeune âge à 81°C pendant 3 jours

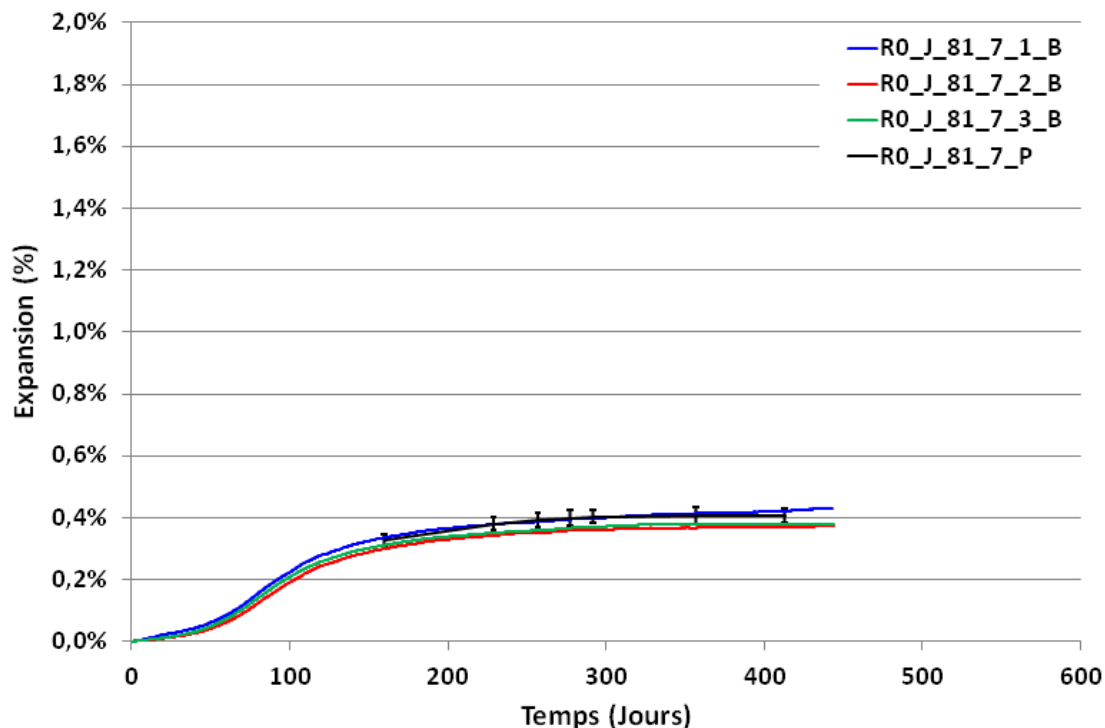


Figure A. 30 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du béton R0 traité au jeune âge à 81°C pendant 7 jours

Mesure d'expansions : confrontation capteurs des bâtis / extensométrie à pointeaux

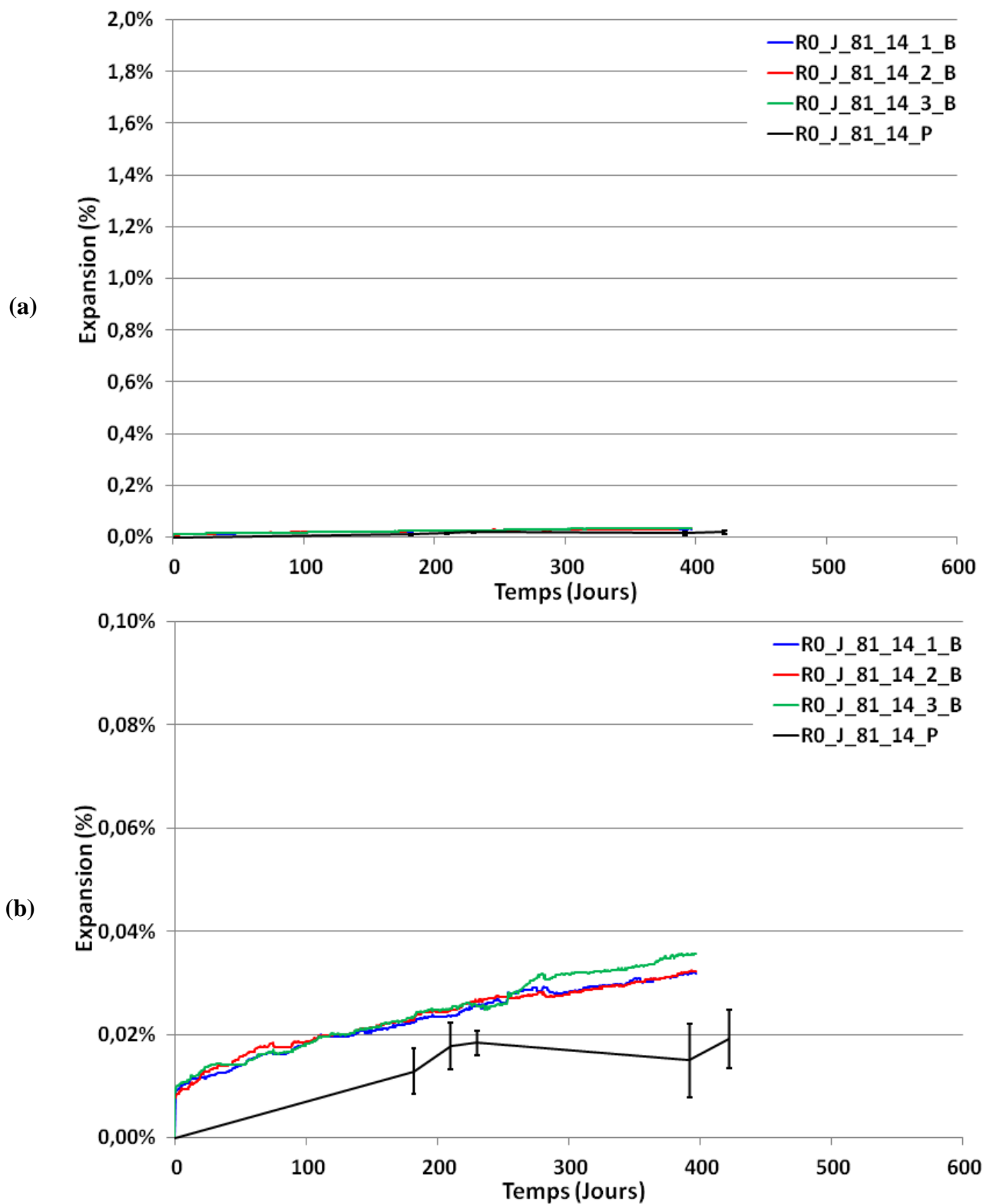


Figure A. 31 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du béton R0 traité au jeune âge à 81°C pendant 14 jours (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

A.3-12 R0_J_V

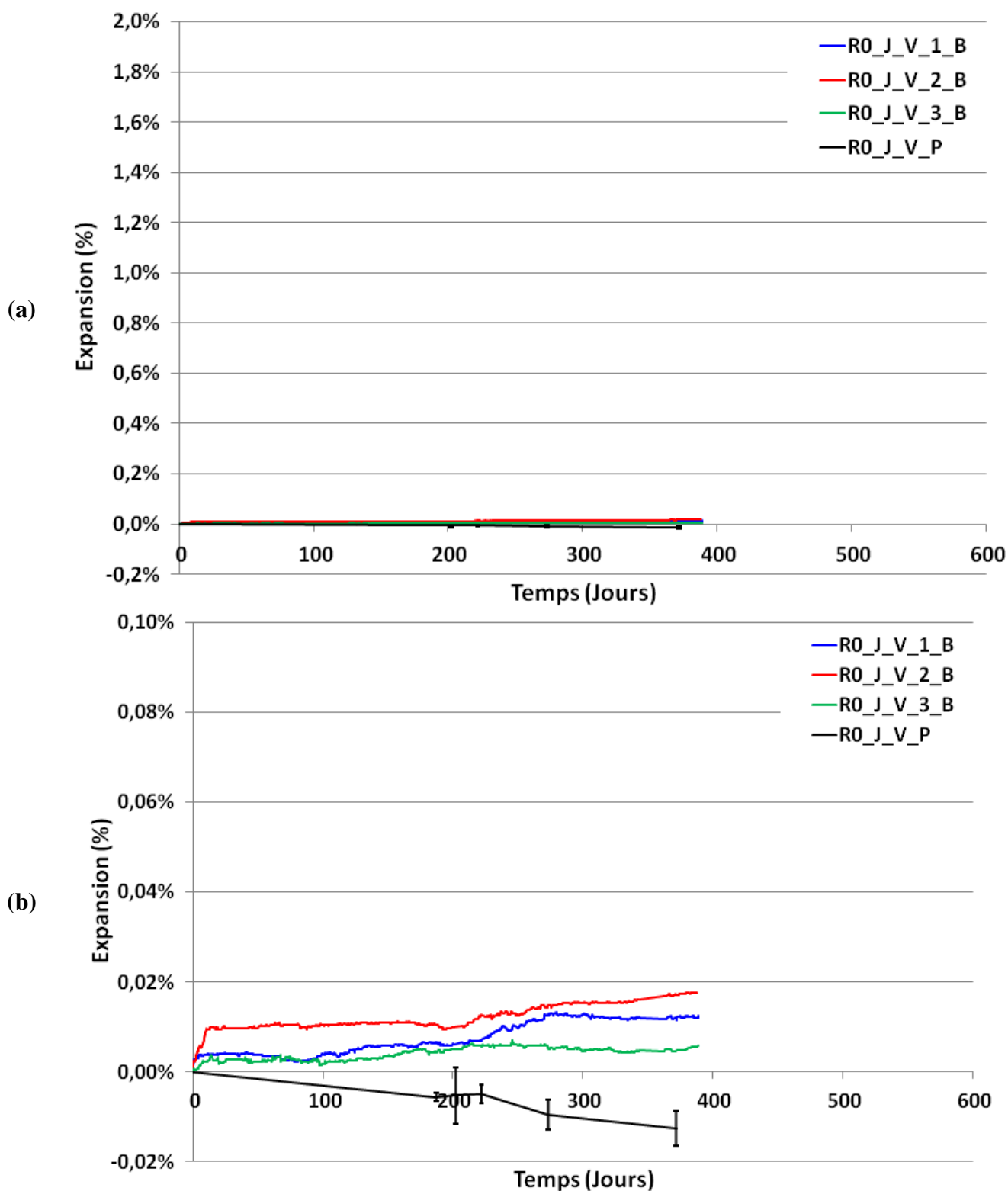


Figure A. 32 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du béton R0 suite au traitement de validation V au jeune âge (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

A.3-13 R0_J_V_BIS

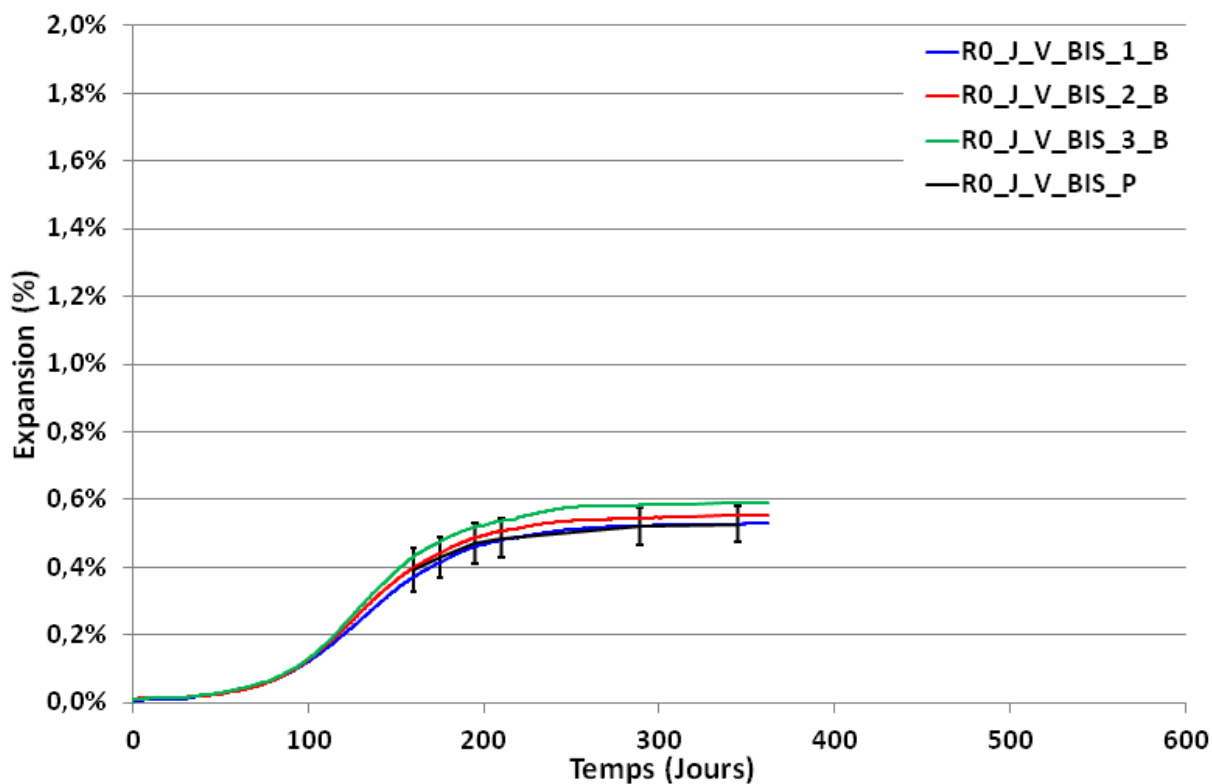


Figure A. 33 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du béton R0 suite au traitement de validation V_BIS au jeune âge

A.3-14 R0_T_81

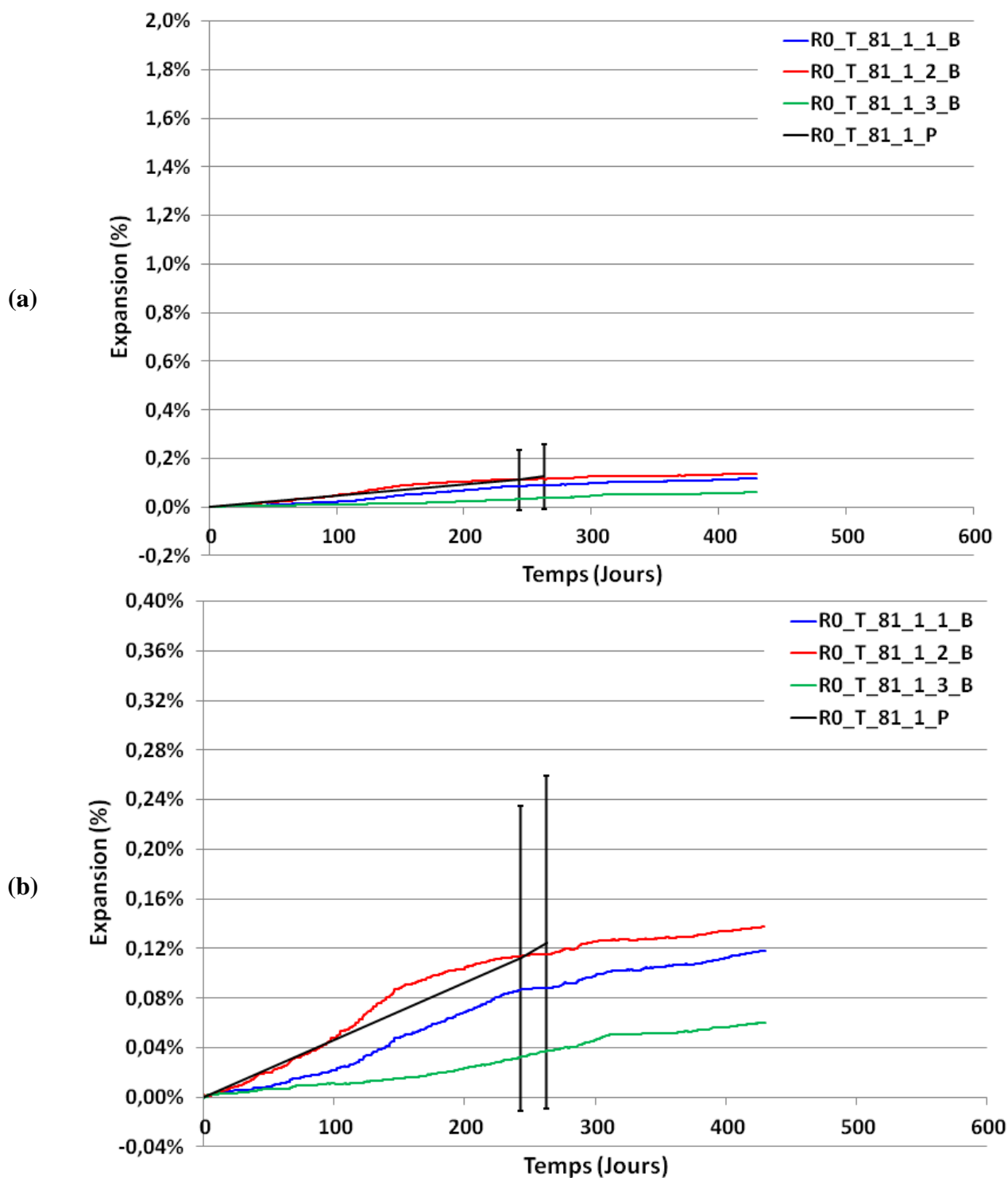


Figure A. 34 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du béton R0 traité tardivement à 81°C pendant 1 jour (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

Mesure d'expansions : confrontation capteurs des bâtis / extensométrie à pointeaux

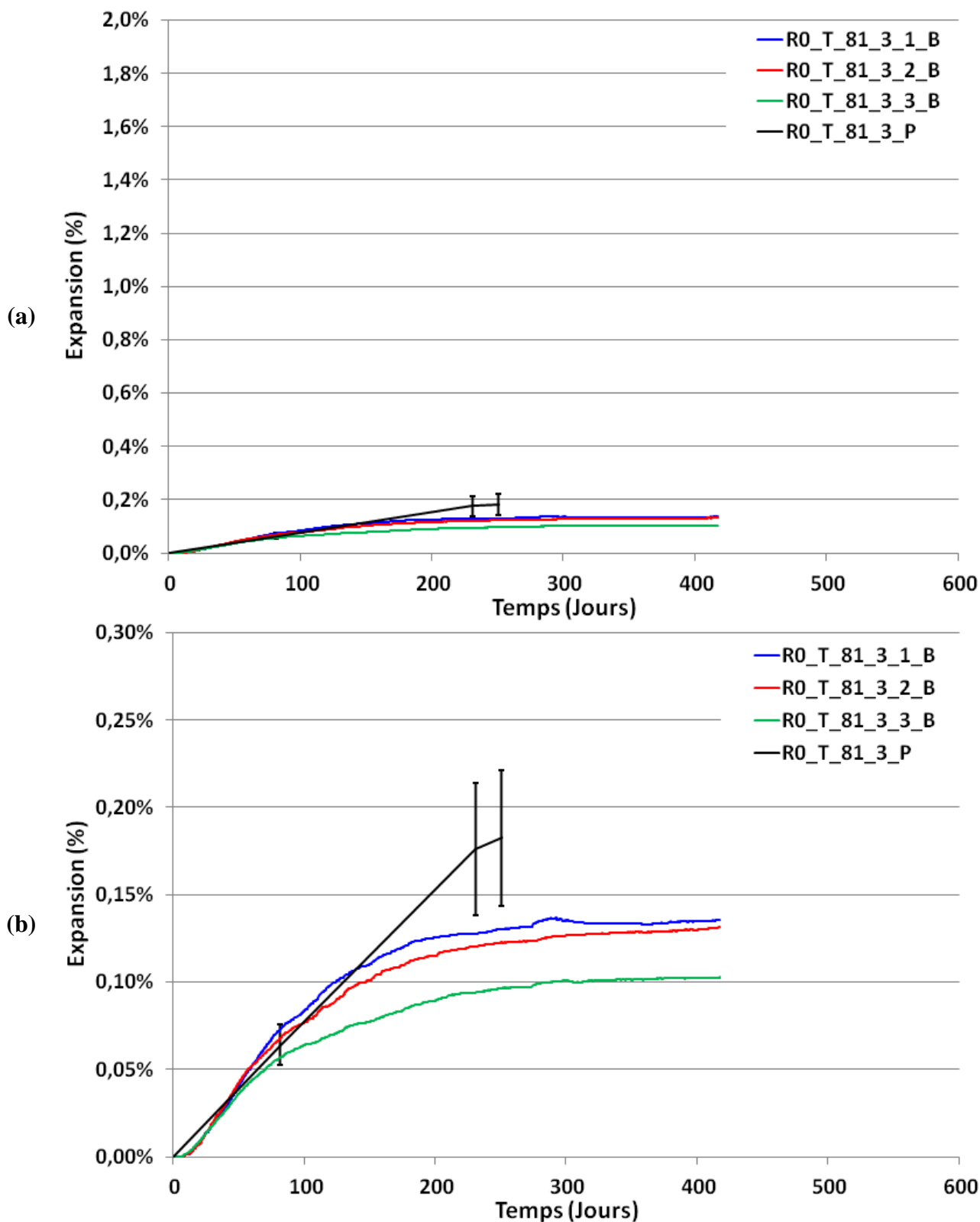


Figure A. 35 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du béton R0 traité tardivement à 81°C pendant 3 jours (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

Mesure d'expansions : confrontation capteurs des bâtis / extensométrie à pointeaux

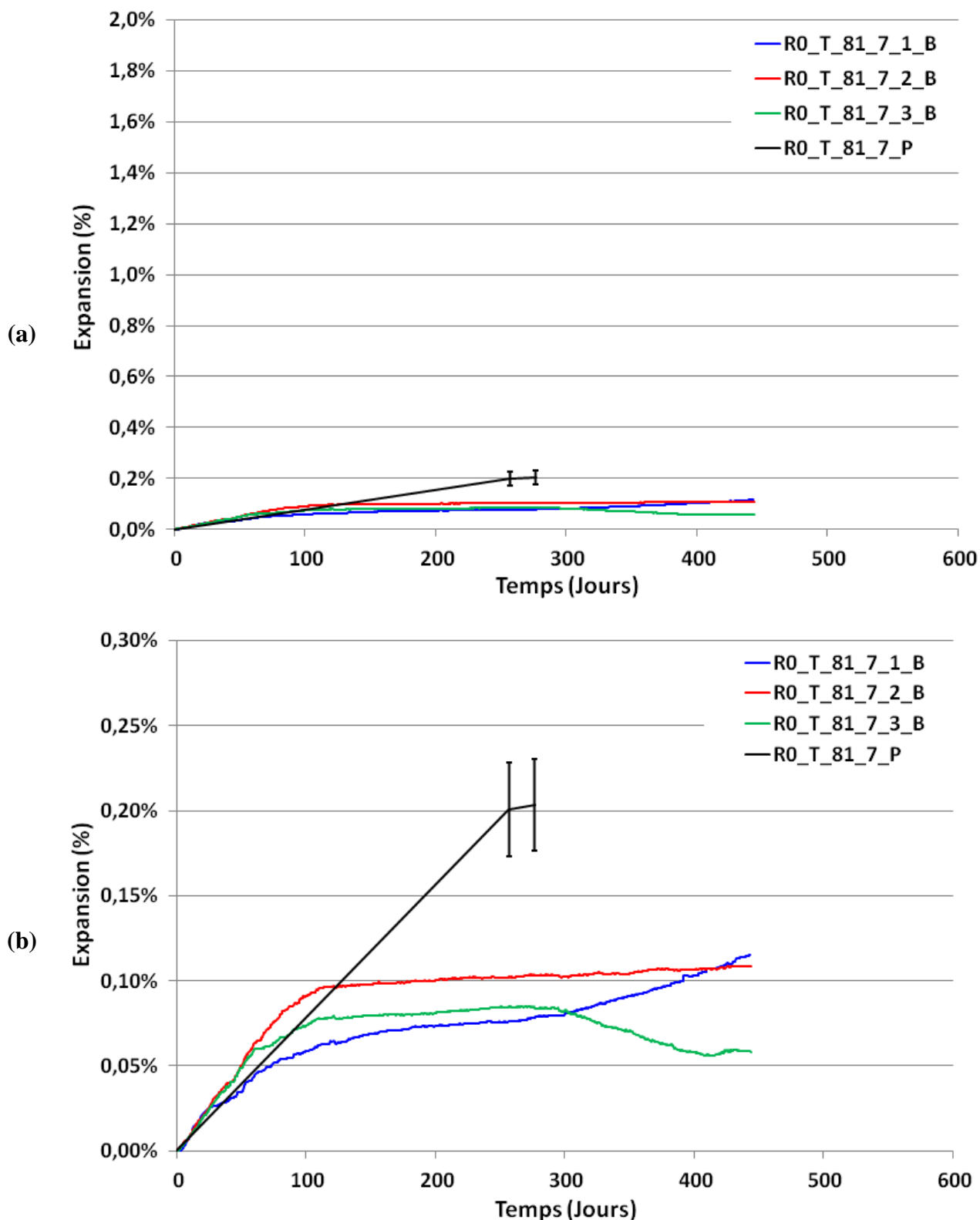


Figure A. 36 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et les mesures par extensométrie manuelle (P) dans le cas du béton R0 traité tardivement à 81°C pendant 7 jours (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

Mesure d'expansions : confrontation capteurs des bâtis / extensométrie à pointeaux

Pour la majorité des cas le suivi par bâti et par extensométrie à pointeaux sont cohérents sauf pour deux cas figures A.12 et A.27, où l'expansion enregistrée par extensométrie à pointeaux est nettement plus faible que celle enregistrée par bâti. Ceci pourrait être expliqué par une possible expansion hétérogène des prismes.

Annexe 4 Confrontation capteurs des bâtis / Suivi massique

Cette annexe illustre les confrontations entre les suivis dimensionnels par bâti et les suivis massiques de l'ensemble des cas étudiés.

A.4-1 R1_J_66_14

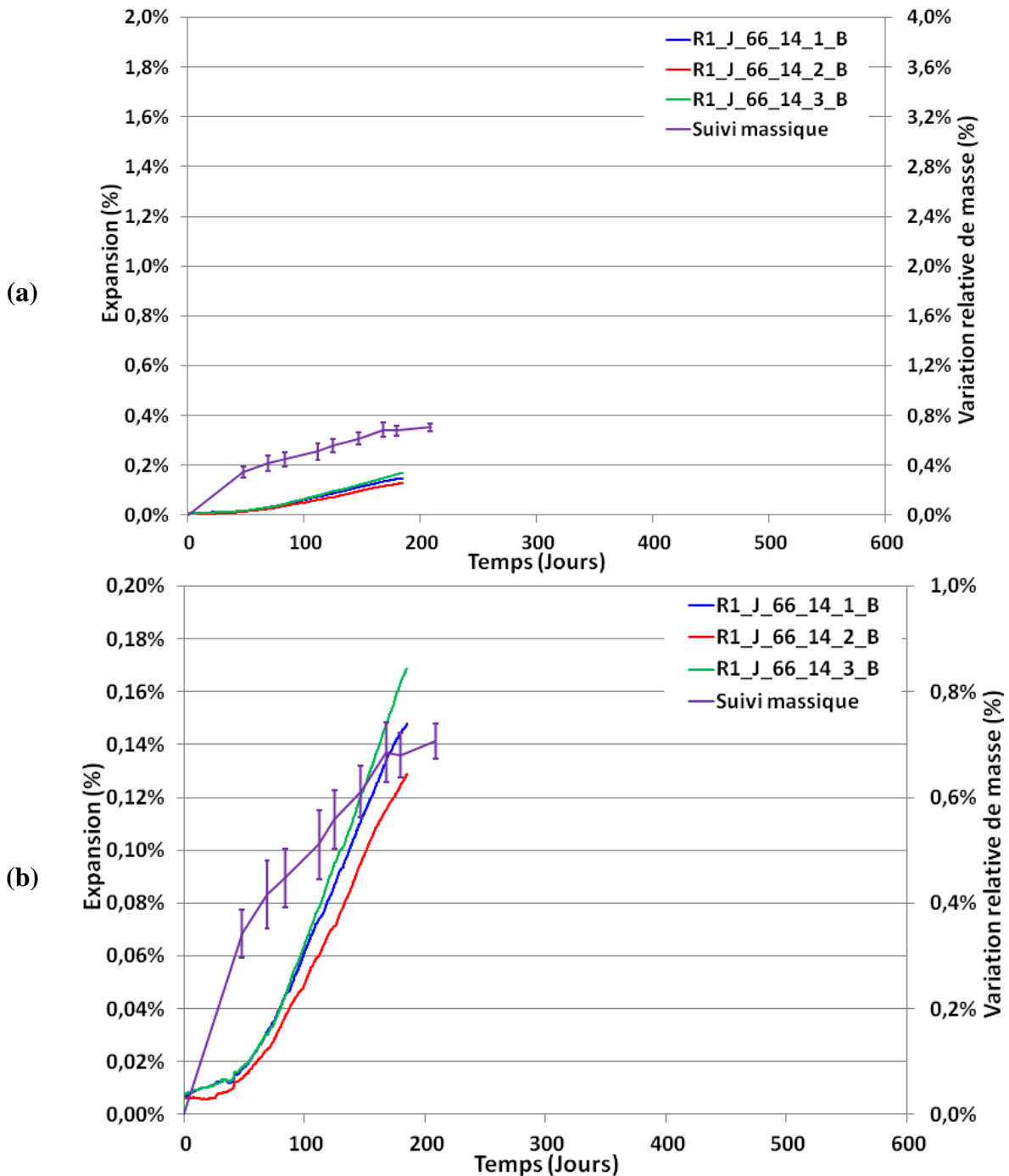


Figure A. 37 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 61°C pendant 14 jours (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

A.4-2 R1_J_71

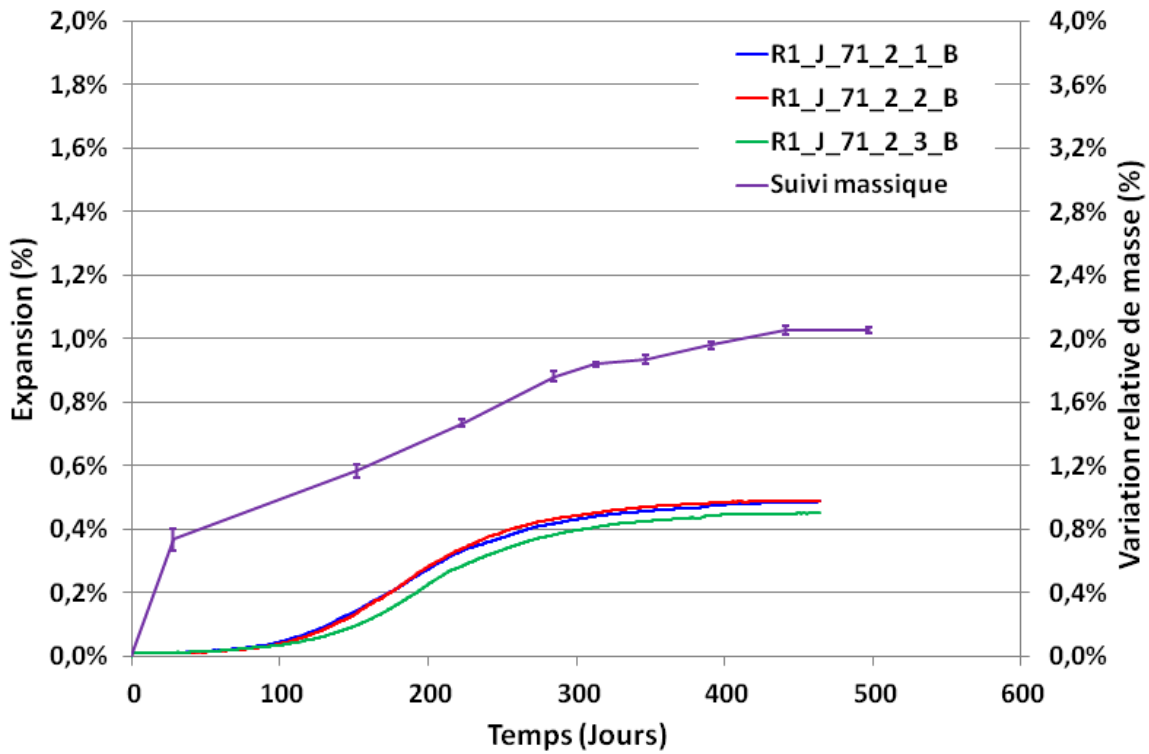


Figure A. 38 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 2 jours

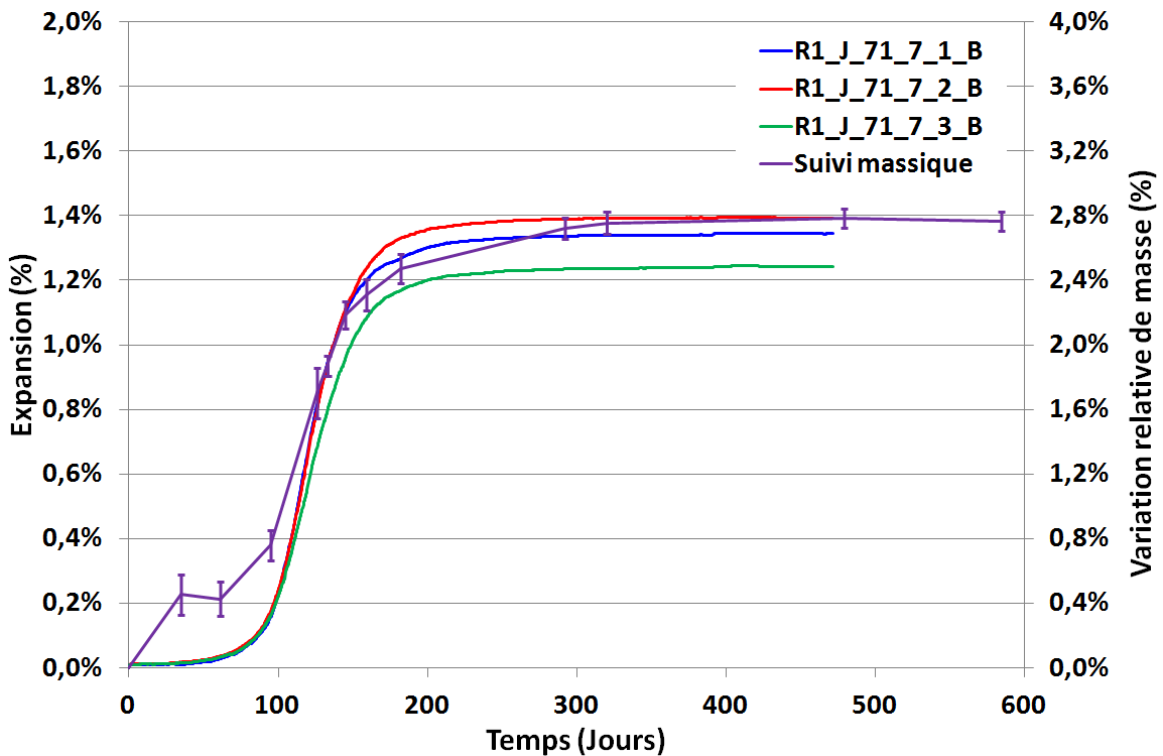


Figure A. 39 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 7 jours

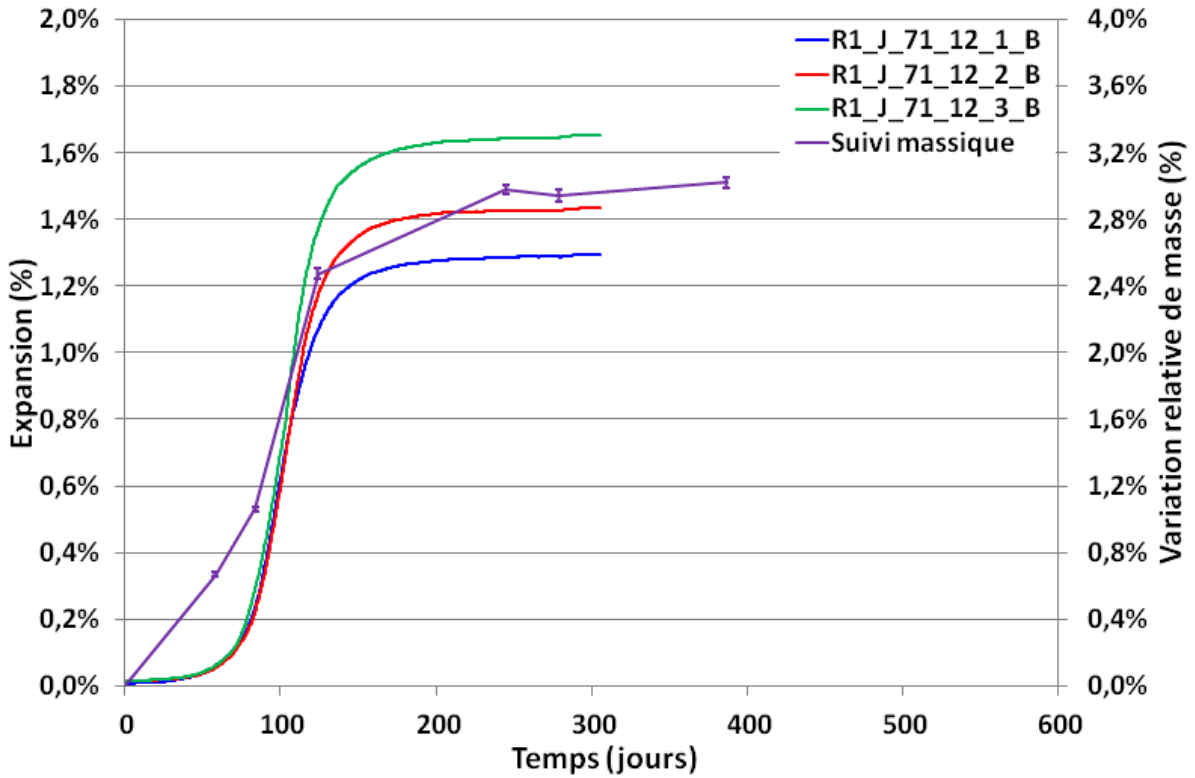


Figure A. 40 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 12 jours

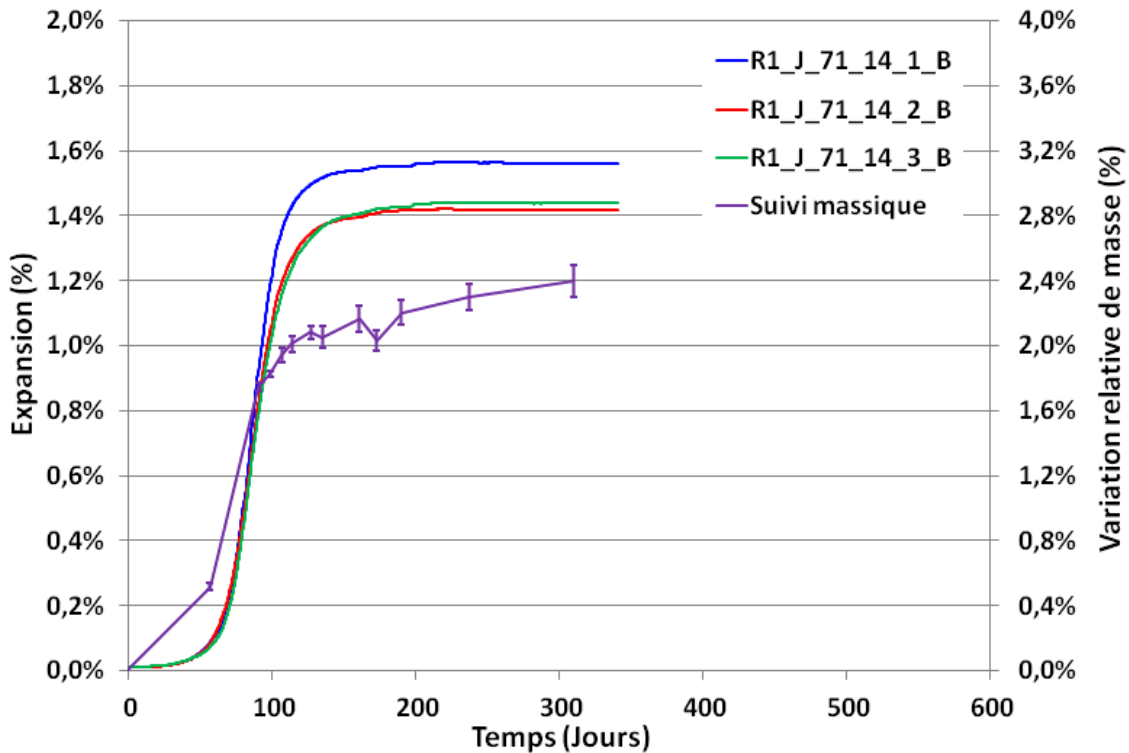


Figure A. 41 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 14 jours

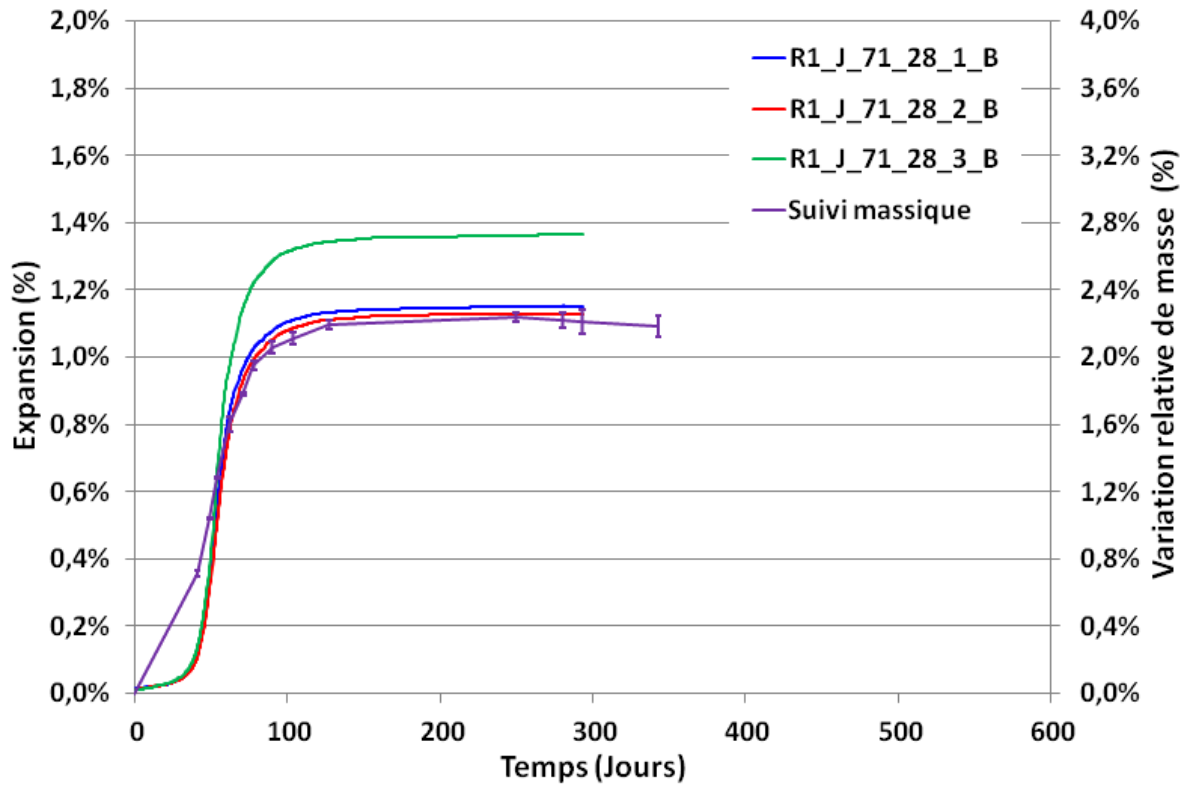


Figure A. 42 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 71°C pendant 28 jours

A.4-3 R1_J_81

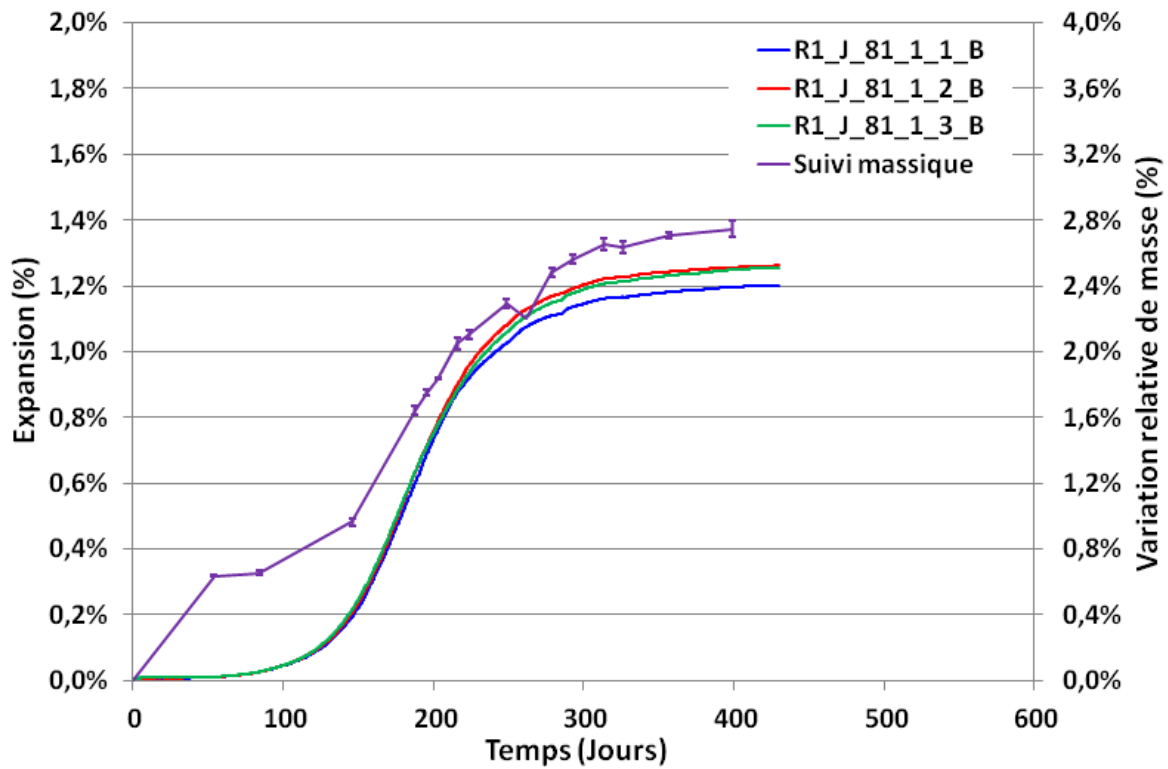


Figure A. 43 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 1 jour

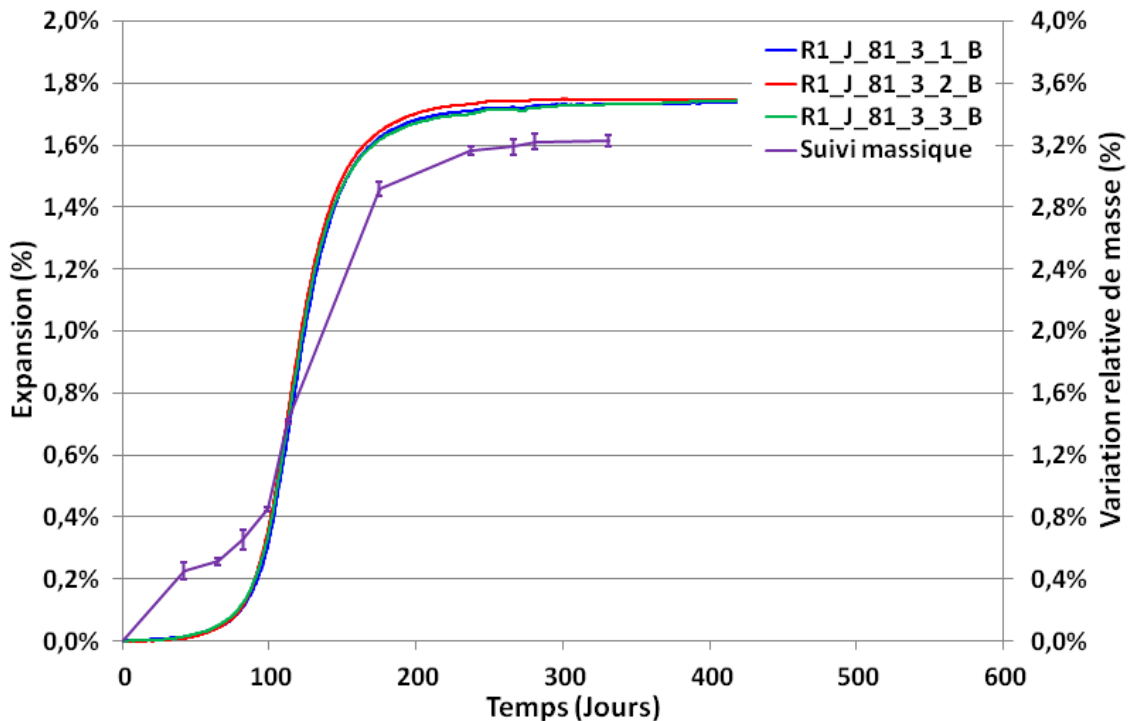


Figure A. 44 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 3 jours

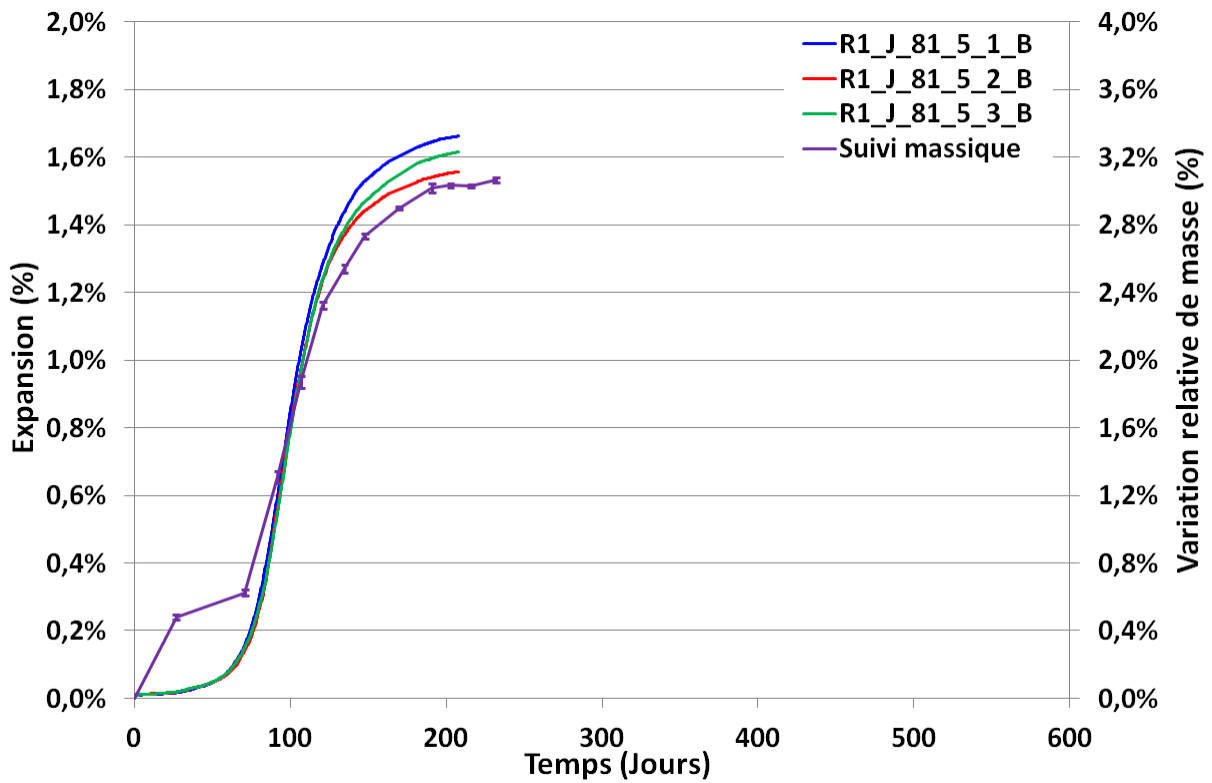


Figure A. 45 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 5 jours

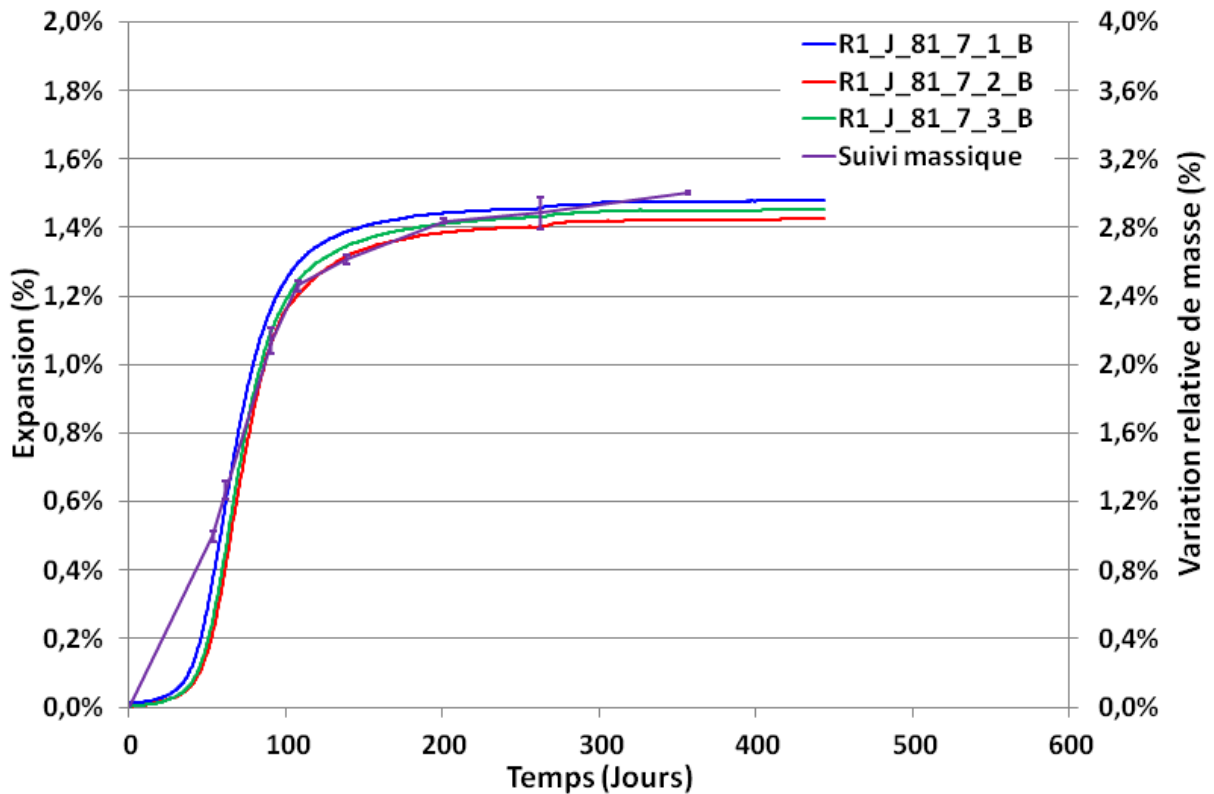


Figure A. 46 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 7 jours

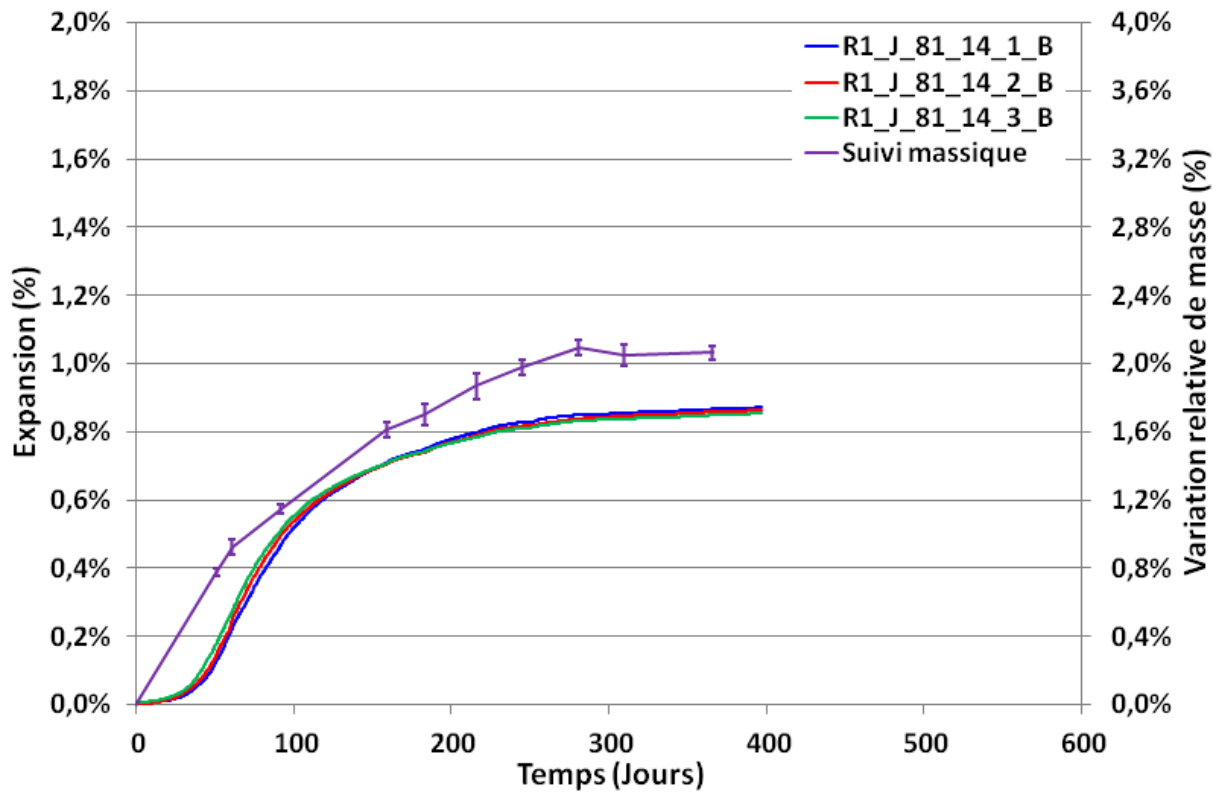


Figure A. 47 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 14 jours

A.4-4 R1_J_V

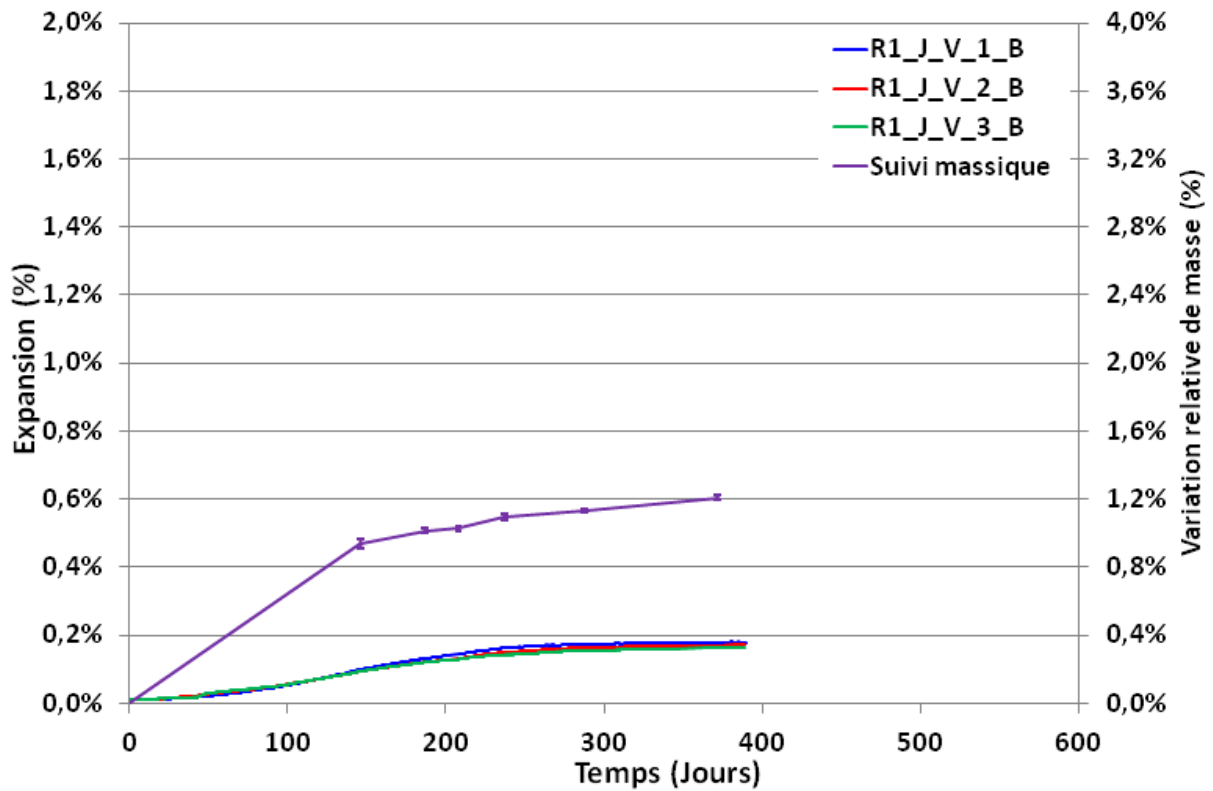


Figure A. 48 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas du traitement thermique au jeune de validation (V)

A.4-5 R1_J_V_BIS

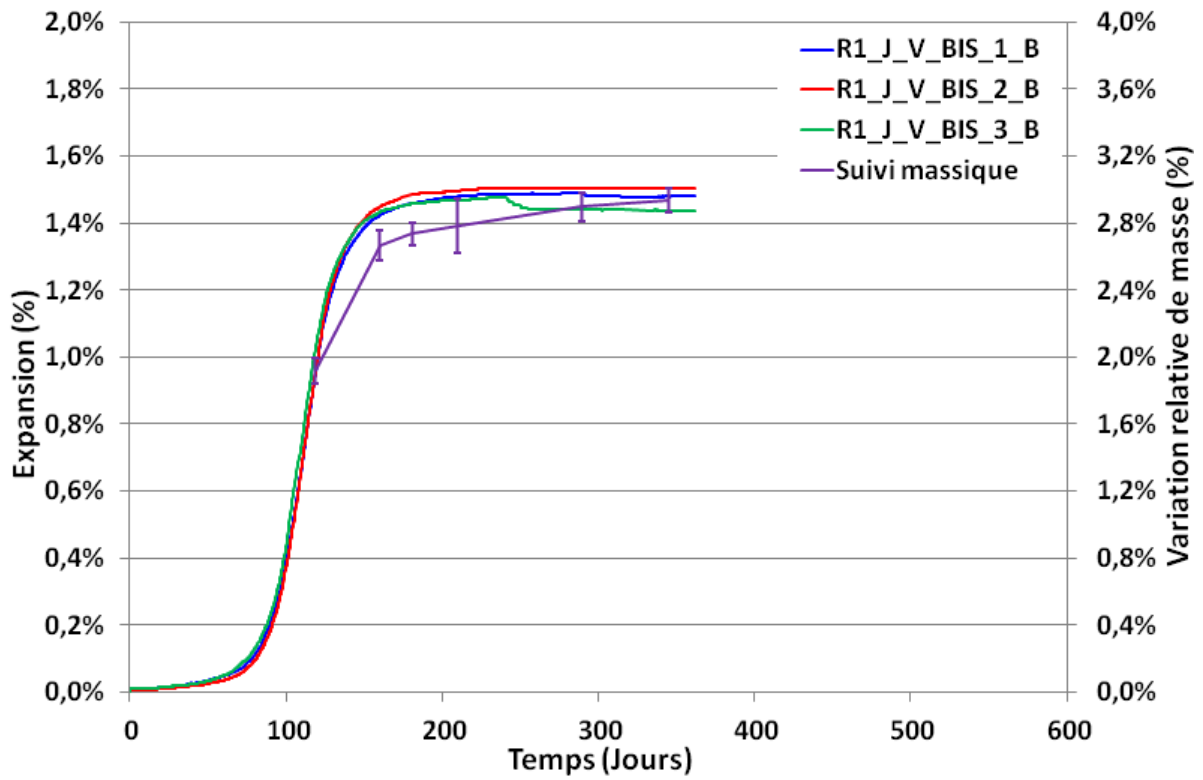


Figure A. 49 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas du traitement thermique au jeune de validation (V_BIS)

A.4-6 R1_T_81

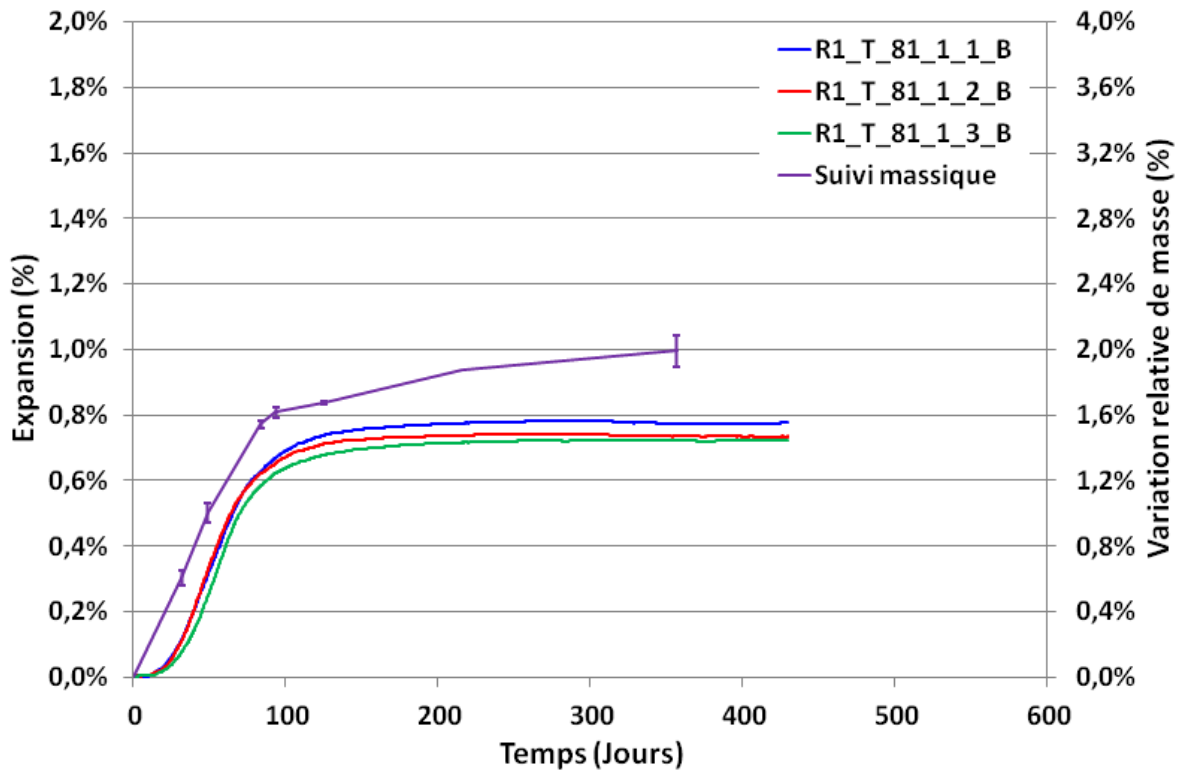


Figure A. 50 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique tardif à 81°C pendant 1 jour

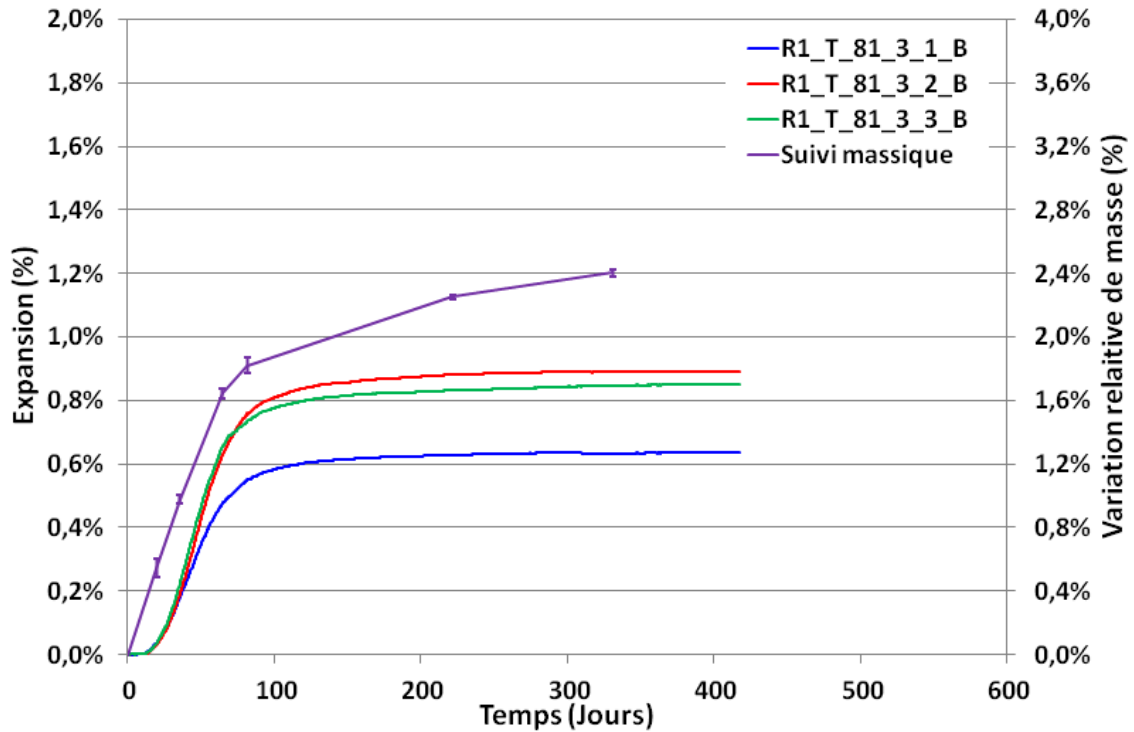


Figure A. 51 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique tardif à 81°C pendant 3 jours

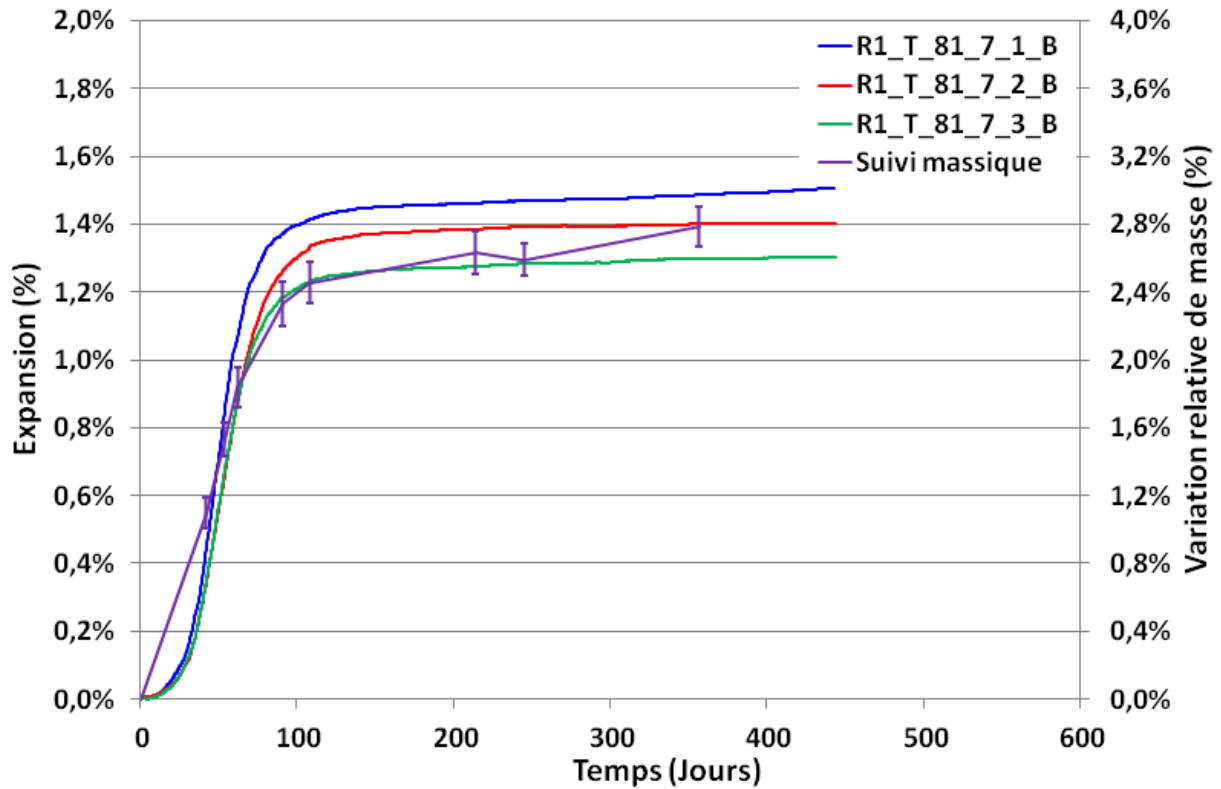


Figure A. 52 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique tardif à 81°C pendant 7 jours

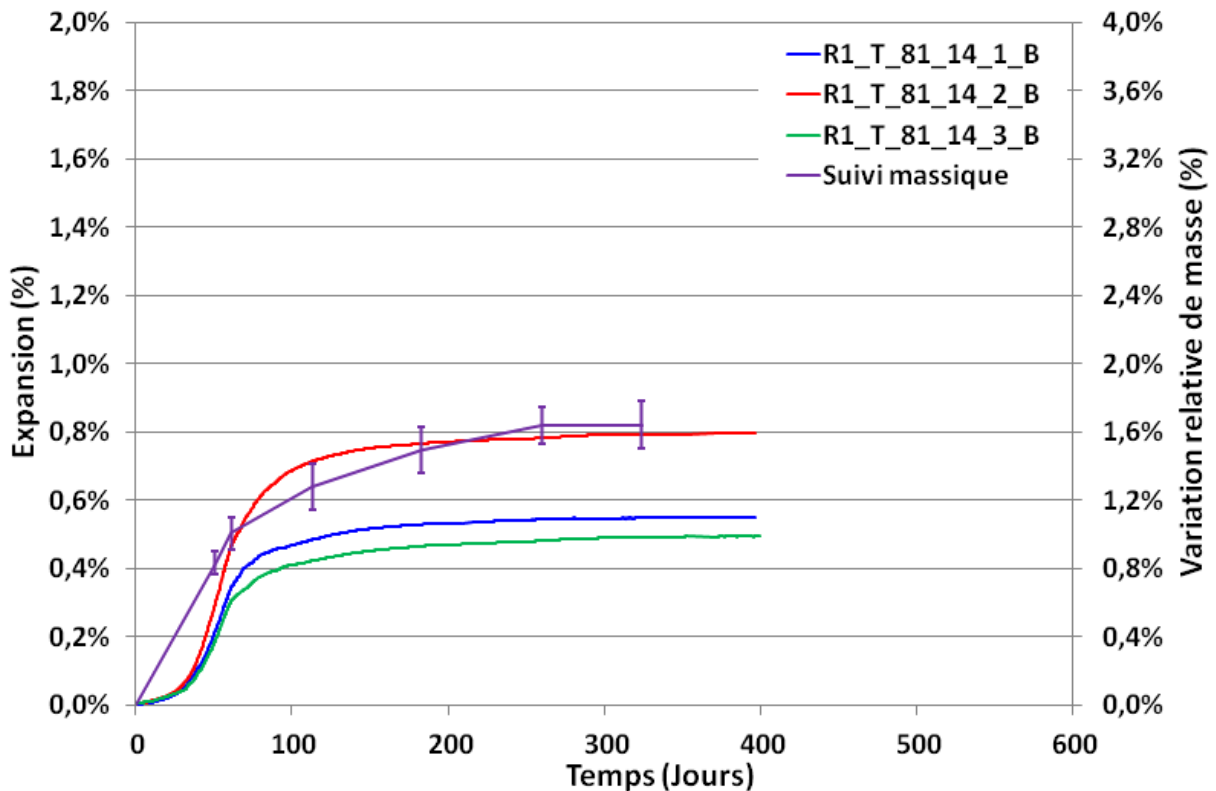


Figure A. 53 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique tardif à 81°C pendant 14 jours

A.4-7 R1_T_86

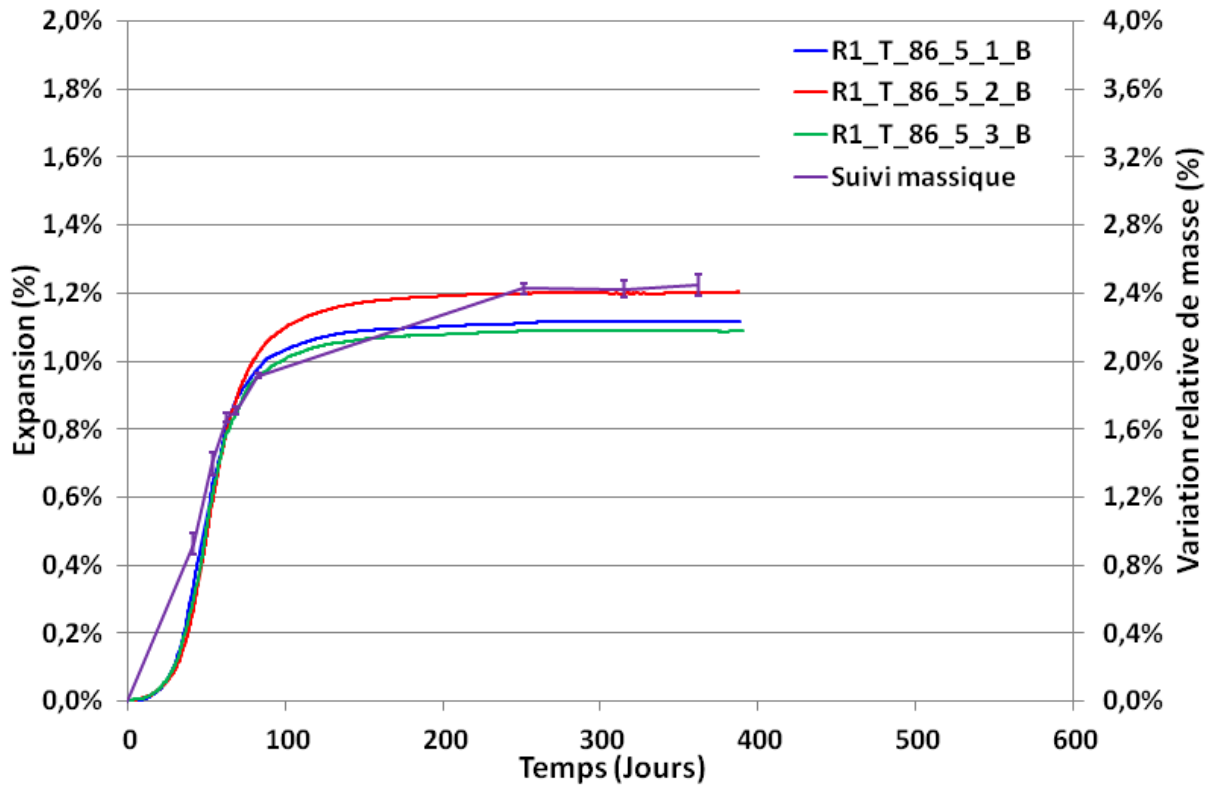


Figure A. 54 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique tardif à 86°C pendant 5 jours

A.4-8 R1_T_V

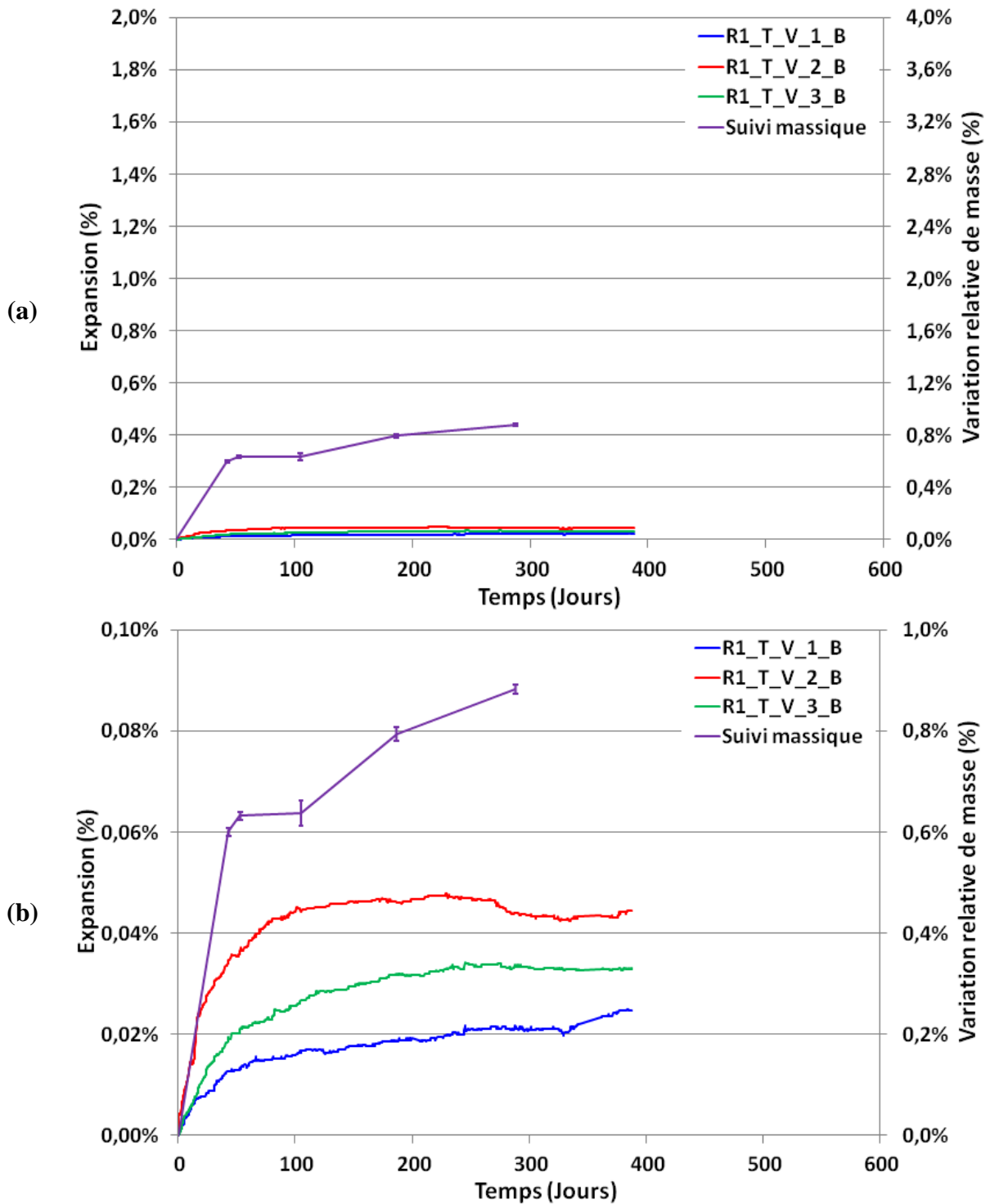


Figure A. 55 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas du traitement thermique tardif de validation (V) (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

A.4-9 R1_T_V_BIS

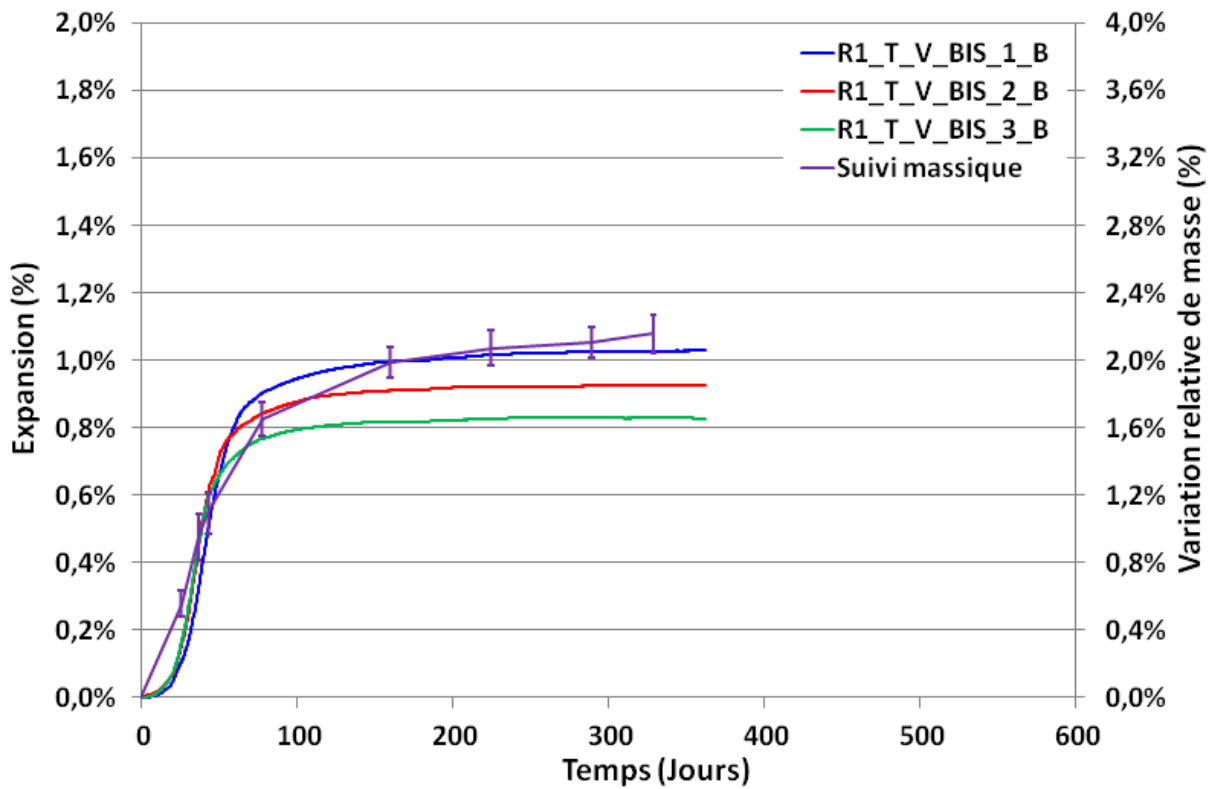


Figure A. 56 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas du traitement thermique tardif de validation (V_BIS)

A.4-10 R0_J_81

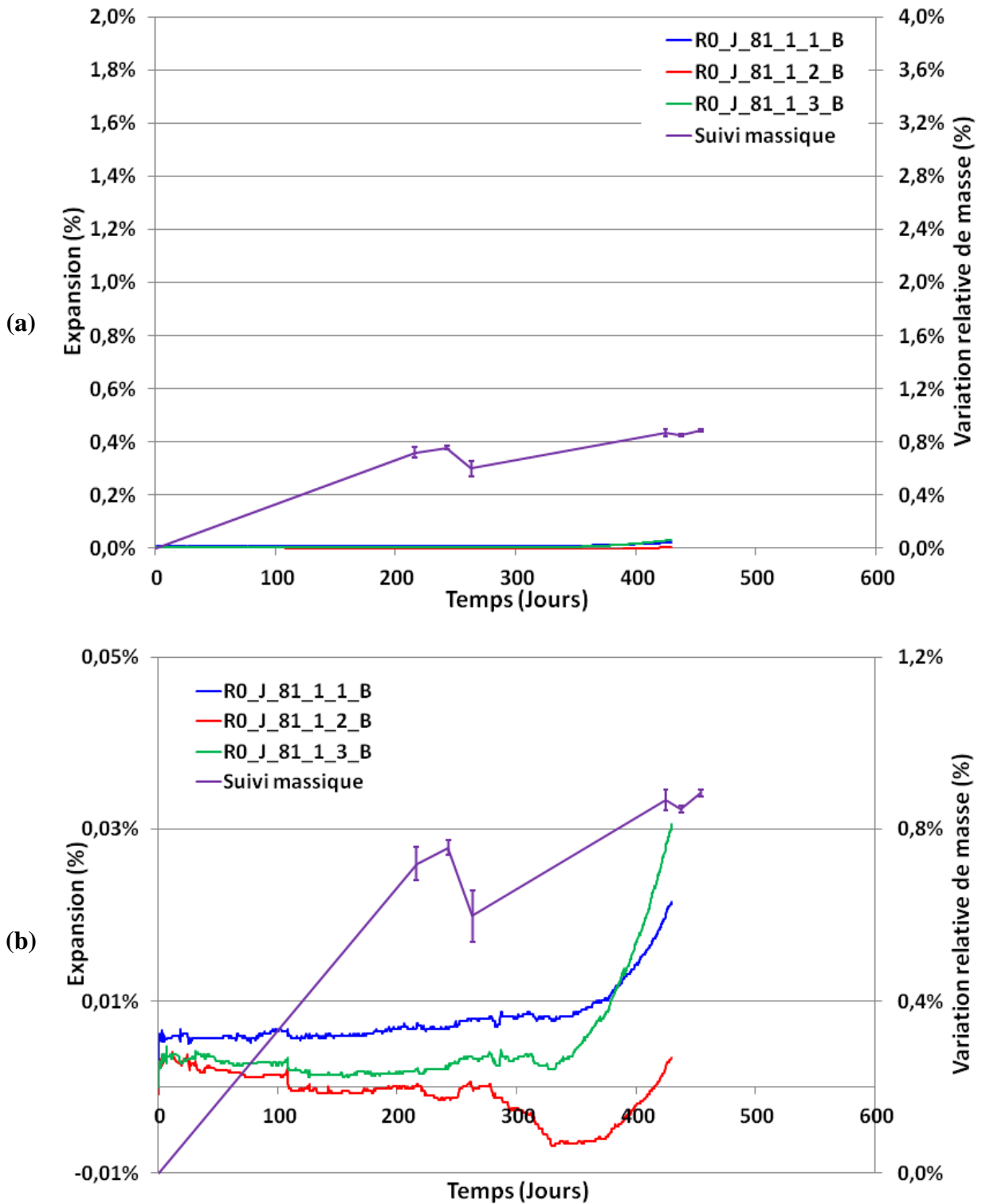


Figure A. 57 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 1 jour (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

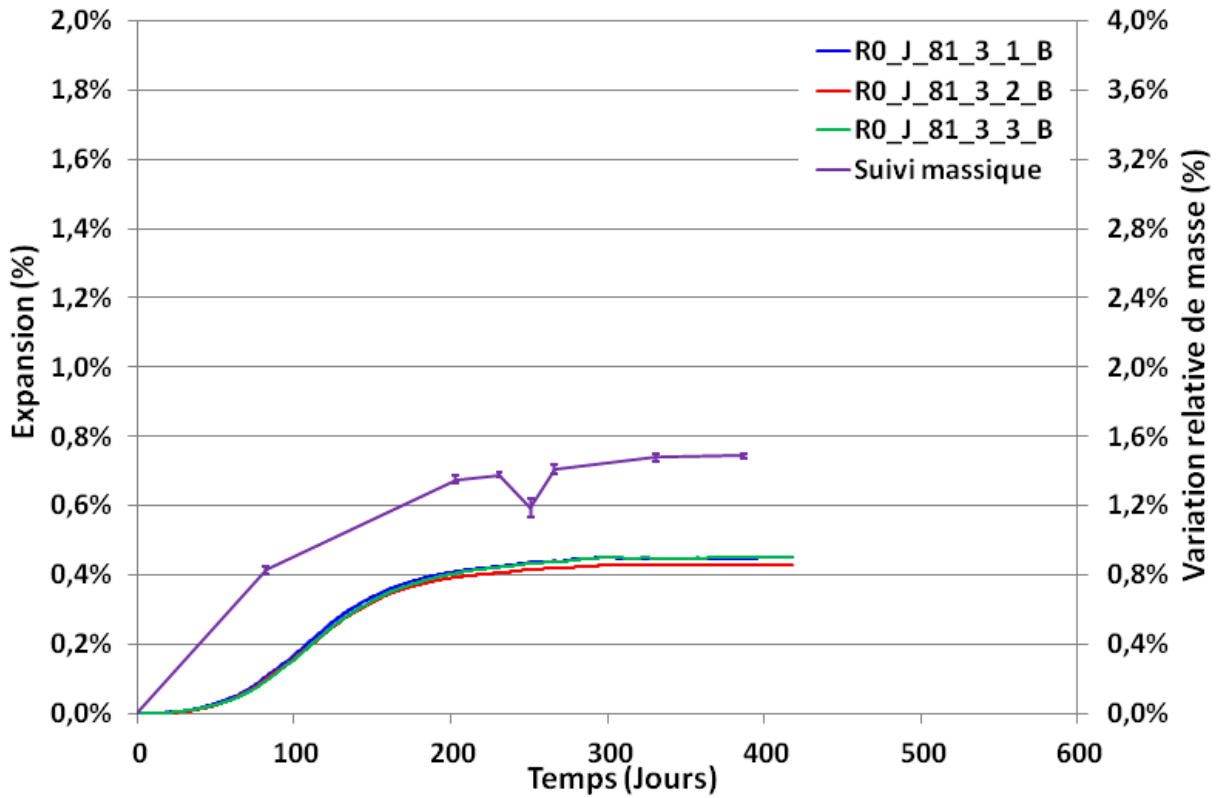


Figure A. 58 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 3 jours

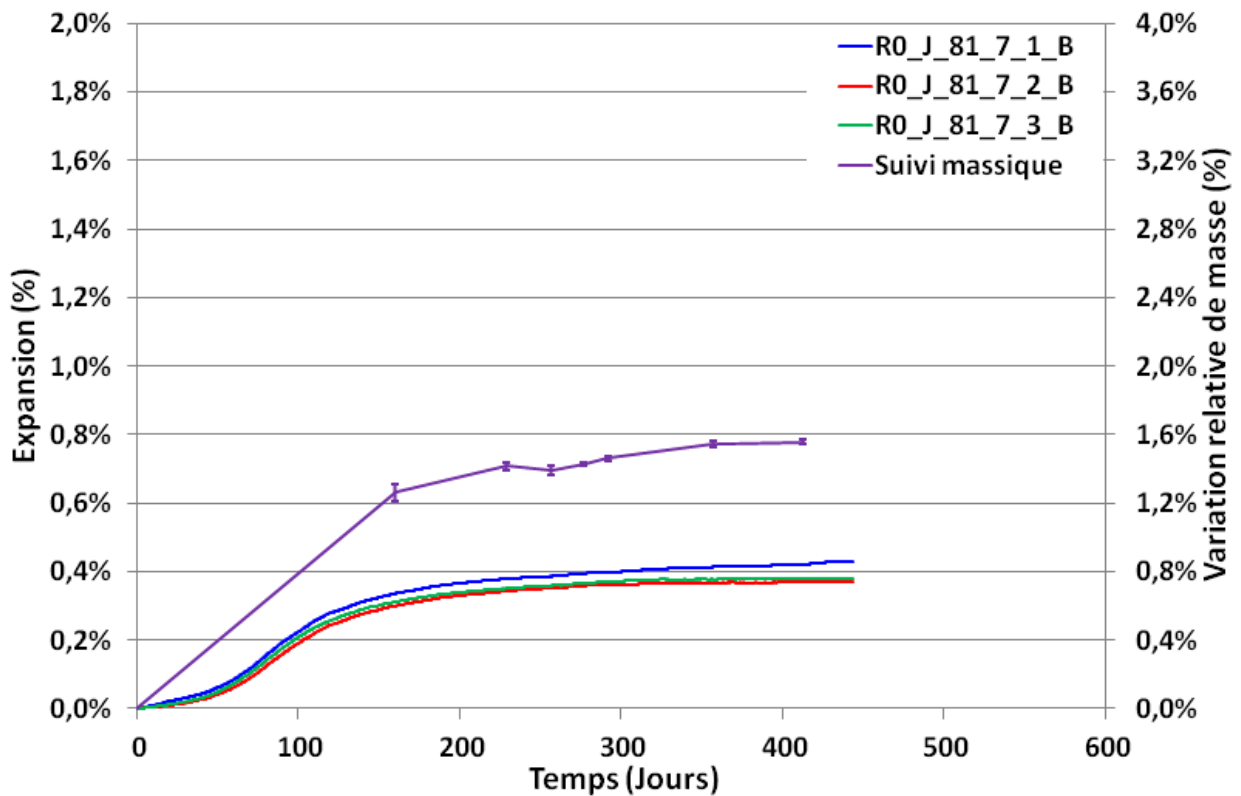


Figure A. 59 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 7 jours

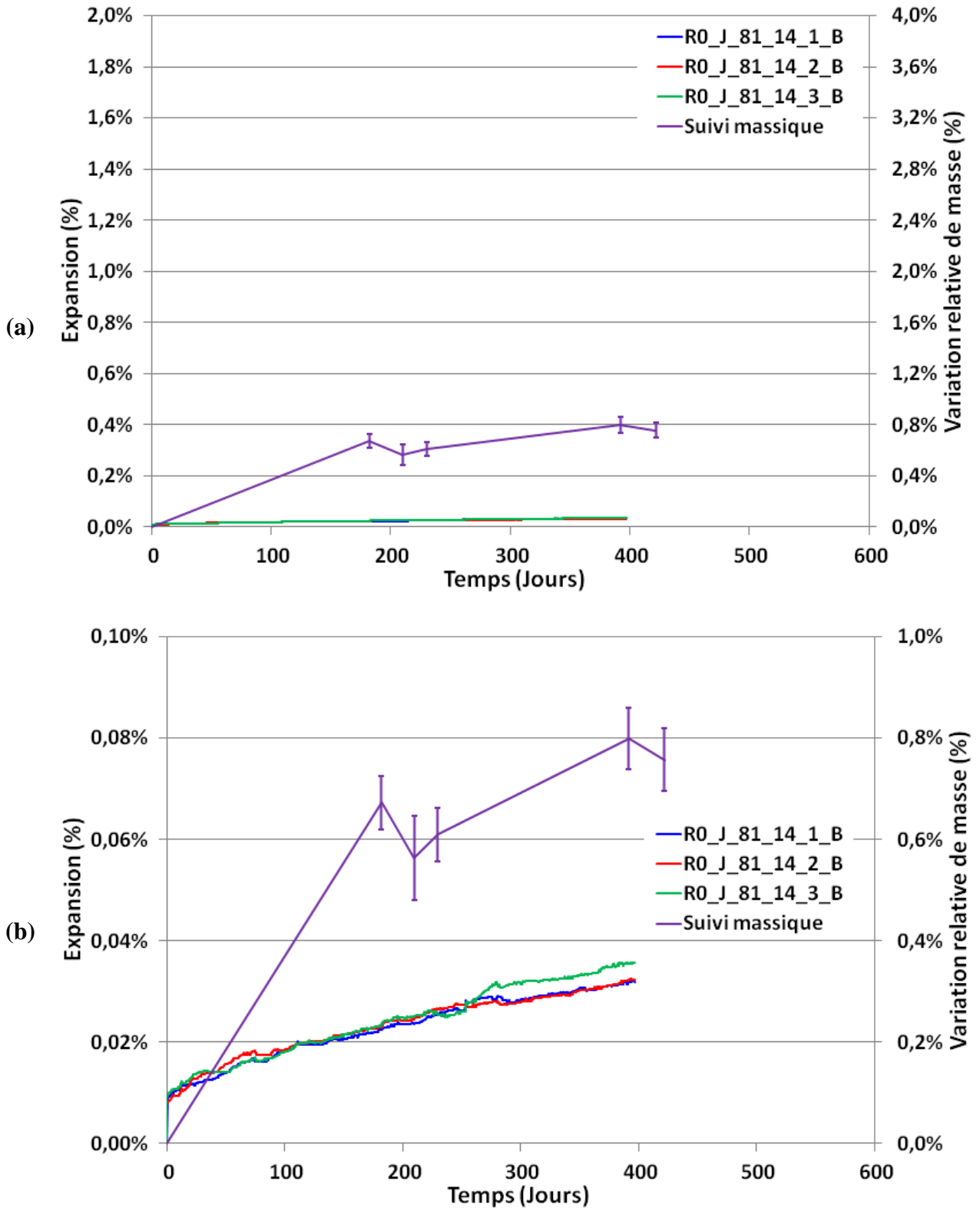


Figure A. 60 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas d'un traitement thermique au jeune âge à 81°C pendant 14 jours (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

A.4-11 R0_J_V

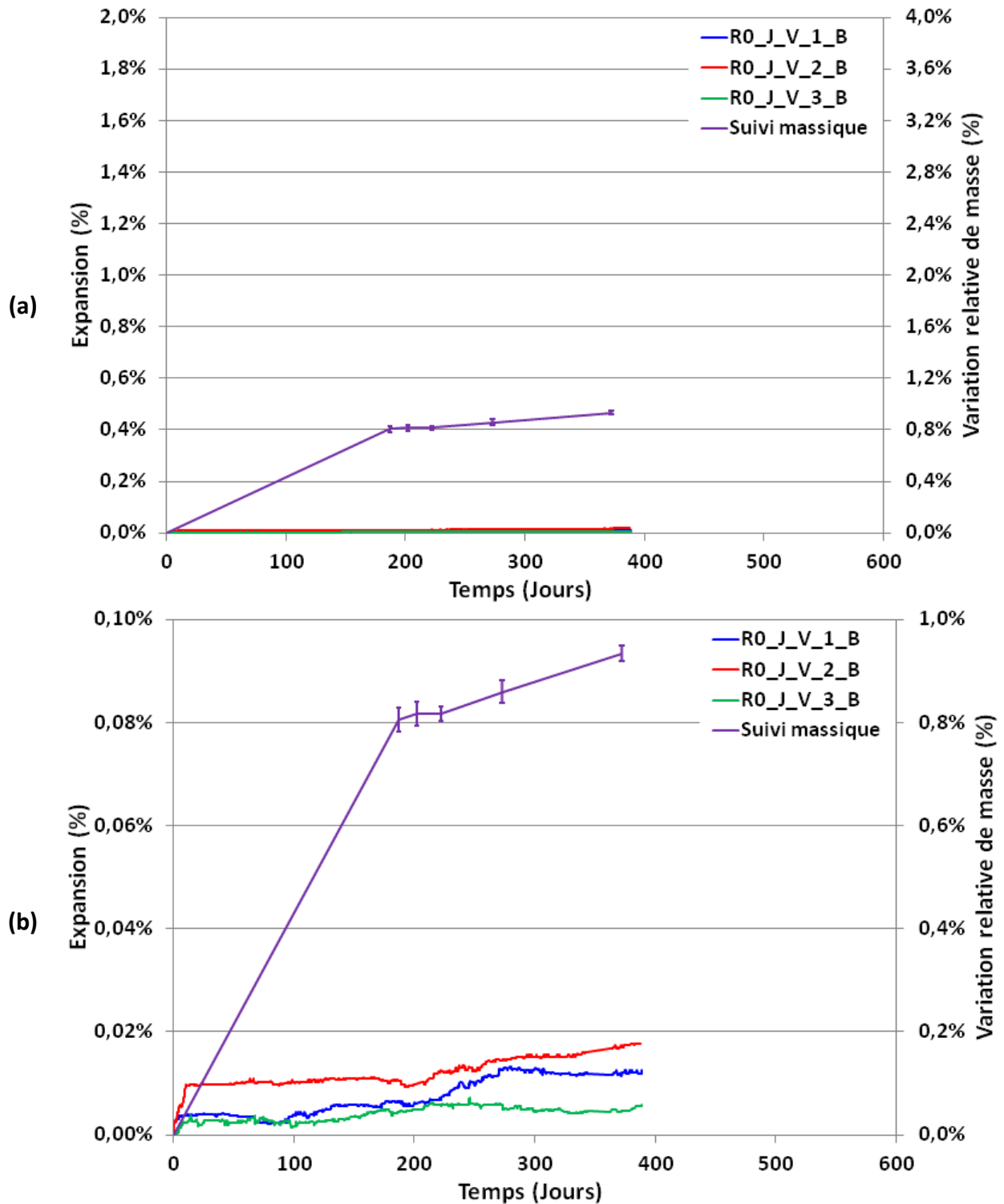


Figure A. 61 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas du traitement thermique au jeune âge de validation (V) (a : vue d'ensemble ; b : zoom)

A.4-12 R0_J_V_BIS

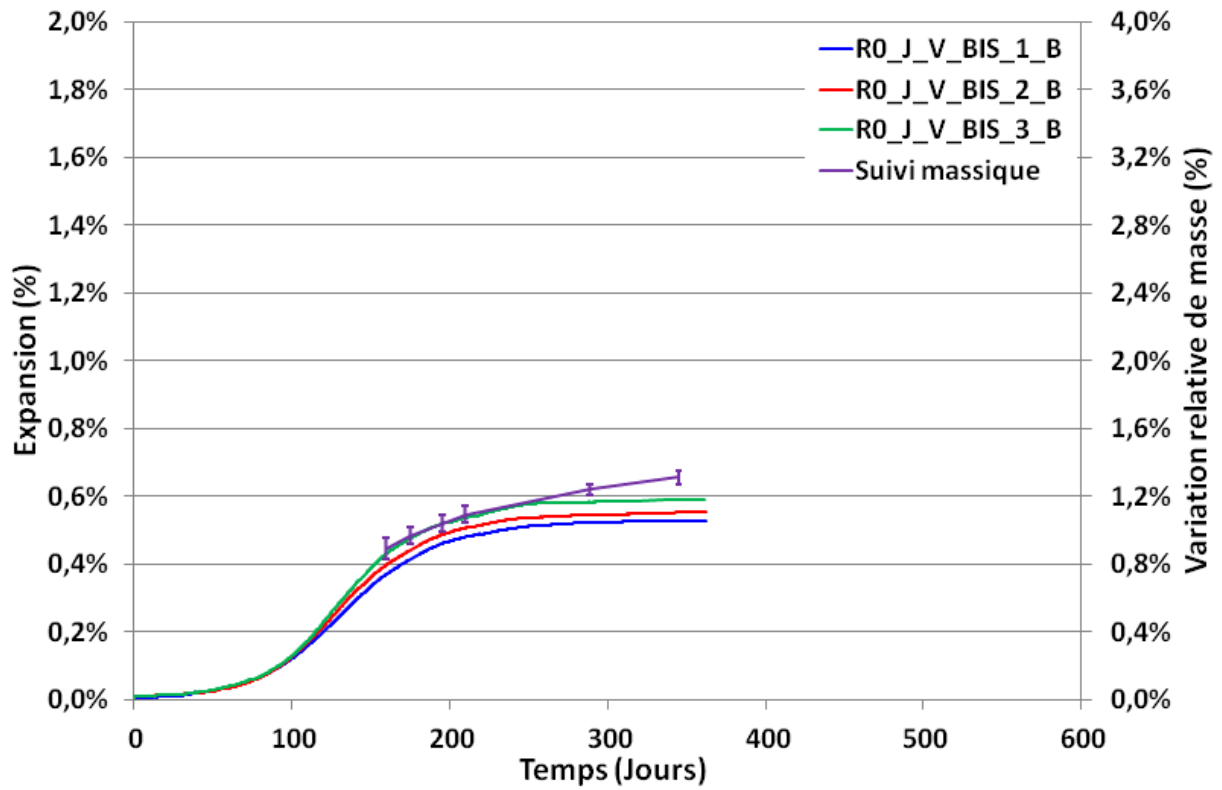


Figure A. 62 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas du traitement thermique au jeune âge de validation (V_BIS)

A.4-13 R0_T_81

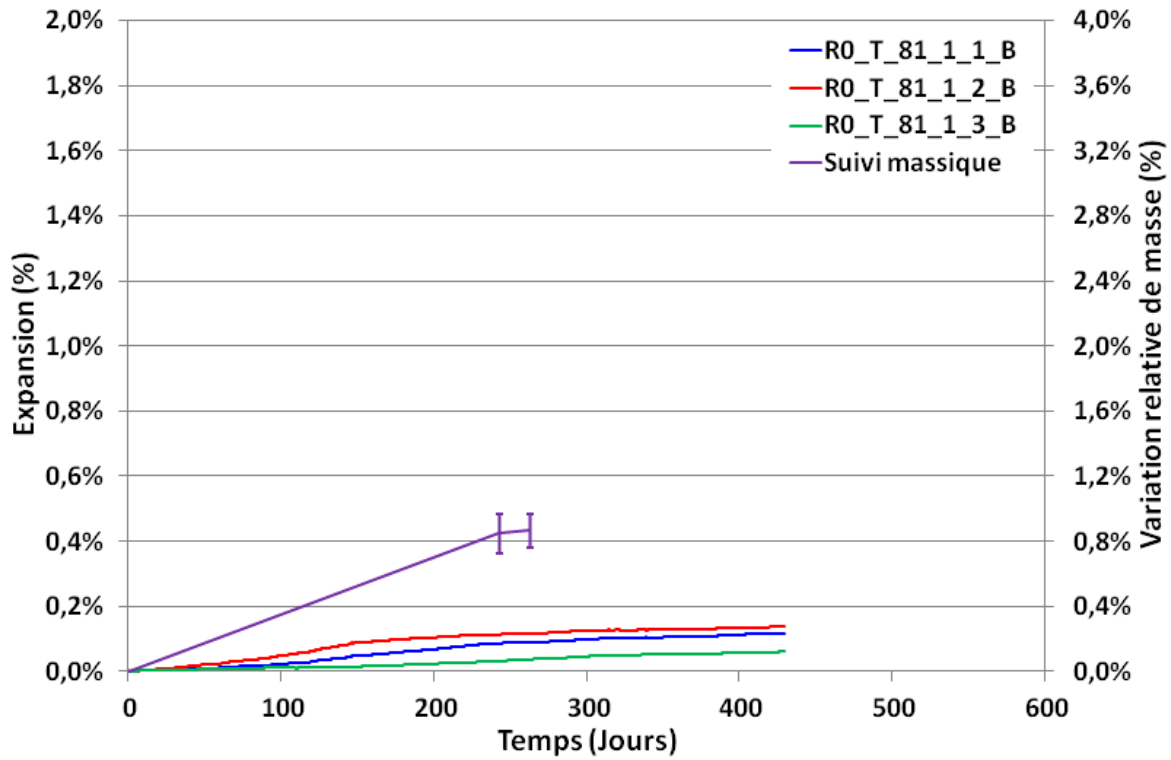


Figure A. 63 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas du traitement thermique tardif à 81°C pendant 1 jour

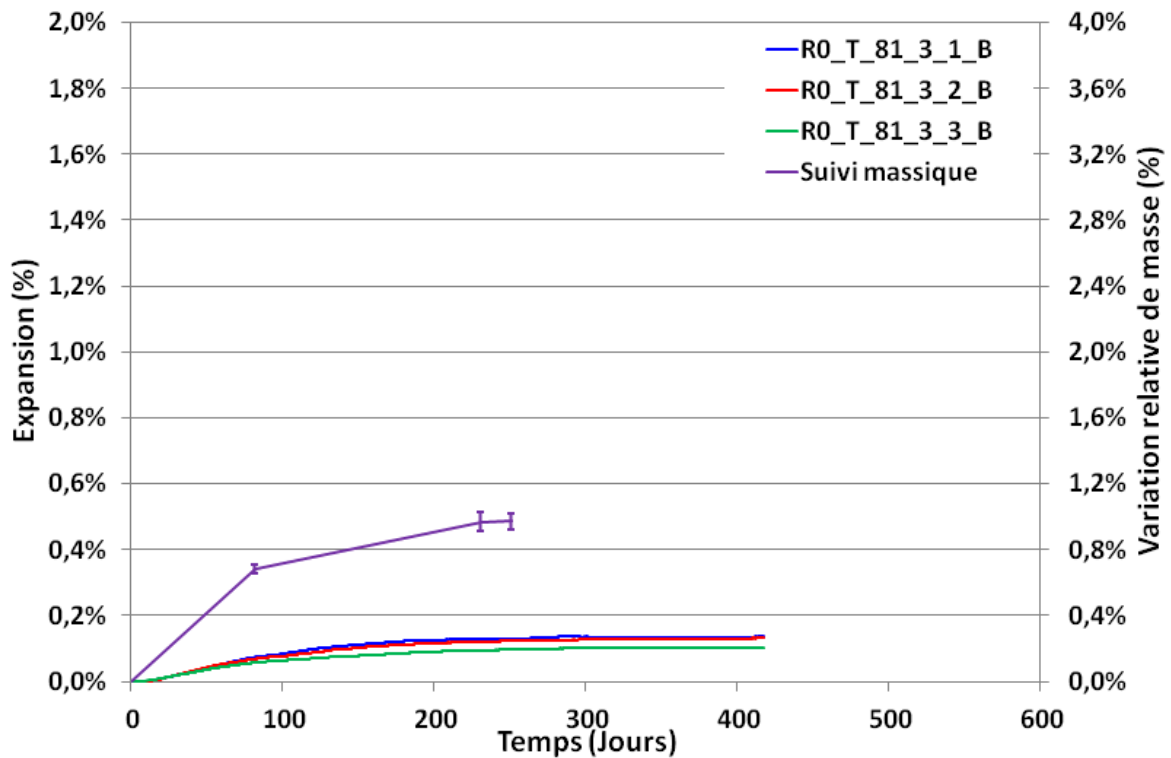


Figure A. 64 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas du traitement thermique tardif à 81°C pendant 3 jours

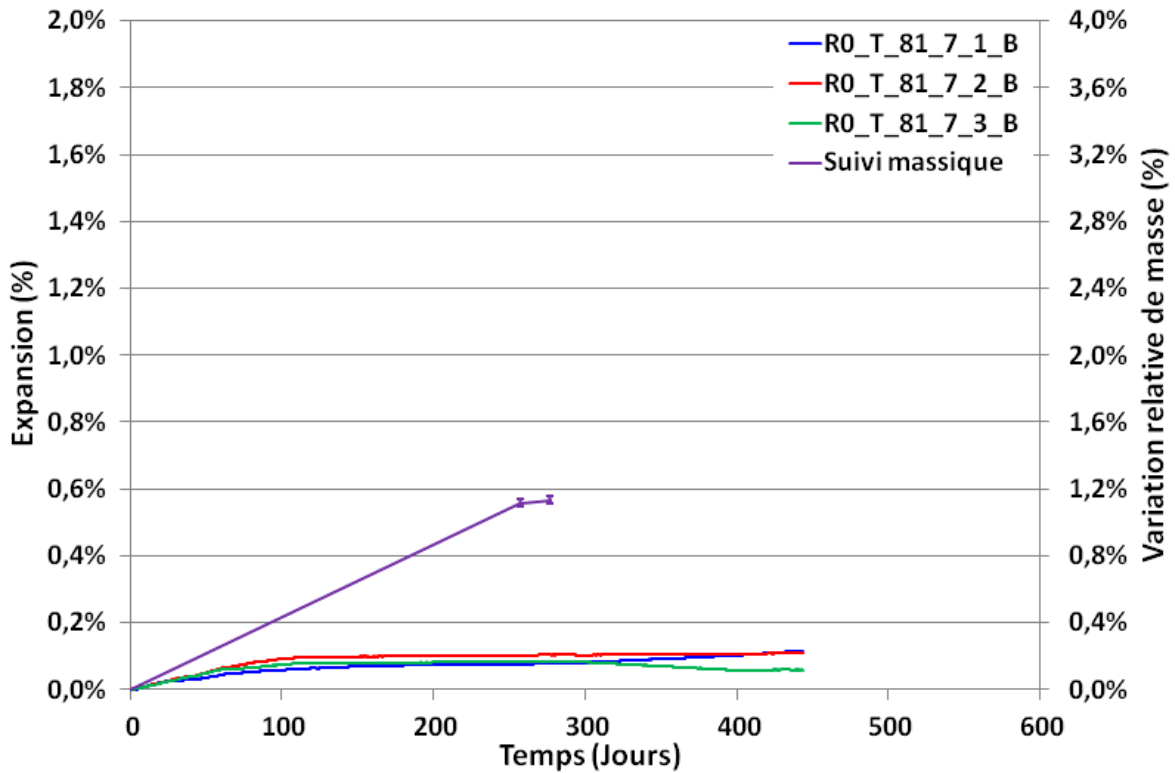










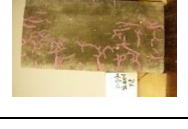


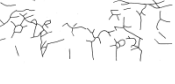






Figure A. 65 : Comparaison entre les enregistrements des expansions à l'aide du bâti (B) et le suivi massique dans le cas du traitement thermique tardif à 81°C pendant 7 jours

On note, pour l'ensemble des cas étudiés, une corrélation entre la déformation enregistrée et la prise de masse. Ceci est souvent attribué à un apport en eau lié à l'ouverture de nouvelles fissures suite à l'avancement des gonflements [Martin 2010] [Barbarulo 2002].

Annexe 5 Suivi d'évolution des fissures

A.5-1 Cas R1_J_71_14 (face 2)

Suivi d'évolution des fissures

		235	218,194	26,45	53,56	19,98
		171	212,86	25,57	52,58	21,84
		161	191,85	25,67	53,75	20,57
		133	155,781	26,705	49,62	23,67
		125	142,24	26,609	48,54	24,86
		112	121,59	31,27	46,70	22,03
		105	26,924	32,812	55,30	11,88
		97	25,874	34,31	56,13	9,56
		98	25,198	33,66	52,02	14,31
Photo brute	Calque	Age (jours)	Longueur (cm)	Horizontale	Verticale	Inclinée

A.5-2 Récapitulatif : Suivi de l'évolution des fissures: Cas R1_J_71_14

Suivi d'évolution des fissures

L : longueur réseau de fissures
 H : Fissures horizontales ($0 < \theta < 30$)
 I : Fissures inclinées ($30 < \theta < 60$)
 V : Fissures verticales ($60 < \theta < 90$)
 T : Face talochée

R1_J_71_14		Eprouvette 1															
Face		1				2				3				4			
Date	Age (jours)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)
27/08/2014	89	T	T	T	T	25	34	14	52	68	35	32	33	113	36	27	37
04/09/2014	97	T	T	T	T	26	34	10	56	76	39	29	33	113	36	27	37
12/09/2014	105	T	T	T	T	27	33	12	55	142	41	27	33	211	30	25	45
19/09/2014	112	T	T	T	T	122	31	22	47	281	42	25	33	270	32	24	45
02/10/2014	125	T	T	T	T	142	27	25	49	290	40	26	34	273	31	25	44
10/10/2014	133	T	T	T	T	156	27	24	50	300	40	25	36	272	28	26	45
07/11/2014	161	T	T	T	T	192	26	21	54	333	39	25	35	293	32	26	42
17/11/2014	171	T	T	T	T	213	26	22	53	360	39	26	36	302	31	26	43
20/01/2015	235	T	T	T	T	218	26	20	54	353	40	25	35	292	31	25	44

Suivi d'évolution des fissures

L : longueur réseau de fissures
 H : Fissures horizontales ($0 < \theta < 30$)
 I : Fissures inclinées ($30 < \theta < 60$)
 V : Fissures verticales ($60 < \theta < 90$)
 T : Face talochée

R1_J_71_14		Eprouvette 2															
Face		1				2				3				4			
Date	Age (jours)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)
27/08/2014	89	T	T	T	T	16	54	18	28	28	57	17	26	11	36	25	39
04/09/2014	97	T	T	T	T	21	50	16	34	35	54	18	28	15	28	29	43
12/09/2014	105	T	T	T	T	62	26	23	51	84	37	21	25	25	32	22	45
19/09/2014	112	T	T	T	T	112	28	25	47	176	46	27	27	77	28	29	43
02/10/2014	125	T	T	T	T	218	23	23	54	254	43	31	26	150	26	28	46
10/10/2014	133	T	T	T	T	243	23	26	51	281	43	31	26	147	26	28	46
07/11/2014	161	T	T	T	T	238	27	23	50	295	44	29	27	146	30	25	45
17/11/2014	171	T	T	T	T	250	28	22	50	323	45	26	29	195	29	23	48
20/01/2015	235	T	T	T	T	249	27	23	50	325	44	28	28	204	27	24	49

Suivi d'évolution des fissures

L : longueur réseau de fissures
 H : Fissures horizontales ($0 < \theta < 30$)
 I : Fissures inclinées ($30 < \theta < 60$)
 V : Fissures verticales ($60 < \theta < 90$)
 T : Face talochée

R1_J_71_14		Eprouvette 3															
Face		1				2				3				4			
Date	Age (jours)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)
27/08/2014	89	T	T	T	T	20	19	22	59	27	54	23	24	60	32	32	36
04/09/2014	97	T	T	T	T	28	24	24	51	58	58	23	19	67	31	26	43
12/09/2014	105	T	T	T	T	72	24	23	53	75	54	23	23	96	30	24	46
19/09/2014	112	T	T	T	T	173	31	23	46	259	51	26	23	131	33	24	43
02/10/2014	125	T	T	T	T	178	29	28	44	264	51	27	23	129	30	26	44
10/10/2014	133	T	T	T	T	199	29	26	46	289	50	25	25	165	28	23	49
07/11/2014	161	T	T	T	T	201	29	24	47	301	51	23	25	184	30	23	48
17/11/2014	171	T	T	T	T	205	25	28	46	324	48	27	25	189	30	22	49
20/01/2015	235	T	T	T	T	209	26	29	45	326	48	26	26	199	28	20	51

A.5-3 Récapitulatif : Suivi de l'évolution des fissures: Cas R1_J_81_1

Suivi d'évolution des fissures

L : longueur réseau de fissures
 H : Fissures horizontales ($0 < \theta < 30$)
 I : Fissures inclinées ($30 < \theta < 60$)
 V : Fissures verticales ($60 < \theta < 90$)
 T : Face talochée

R1_J_81_1		Eprouvette 1															
Face		1				2				3				4			
Date	Age (jours)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)
27/08/2014	180	T	T	T	T	11	25	40	35	60	27	34	39	27	29	30	41
04/09/2014	188	T	T	T	T	13	24	42	34	75	32	33	36	30	31	32	37
12/09/2014	196	T	T	T	T	14	26	43	31	74	29	30	41	35	30	29	41
19/09/2014	203	T	T	T	T	68	33	31	36	88	28	30	42	51	28	32	40
02/10/2014	216	T	T	T	T	86	28	29	42	99	28	33	40	76	34	31	35
10/10/2014	224	T	T	T	T	104	29	29	42	115	31	32	37	186	30	26	44
07/11/2014	252	T	T	T	T	114	30	30	40	127	28	37	35	197	32	26	42
17/11/2014	262	T	T	T	T	132	34	27	39	154	32	34	34	203	33	26	41
04/12/2014	279	T	T	T	T	136	32	28	40	158	31	34	36	206	33	25	41
20/01/2015	326	T	T	T	T	156	35	28	37	167	32	35	33	220	33	27	41

Suivi d'évolution des fissures

L : longueur réseau de fissures
 H : Fissures horizontales ($0 < \theta < 30$)
 I : Fissures inclinées ($30 < \theta < 60$)
 V : Fissures verticales ($60 < \theta < 90$)
 T : Face talochée

R1_J_81_1		Eprouvette 2															
Face		1				2				3				4			
Date	Age (jours)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)
27/08/2014	180	T	T	T	T	24	36	24	40	M	M	M	M	16	34	49	17
04/09/2014	188	T	T	T	T	35	38	27	35	M	M	M	M	25	29	36	35
12/09/2014	196	T	T	T	T	39	42	25	33	M	M	M	M	26	30	37	33
19/09/2014	203	T	T	T	T	45	36	27	37	M	M	M	M	37	39	29	32
02/10/2014	216	T	T	T	T	45	39	30	31	M	M	M	M	55	34	30	37
10/10/2014	224	T	T	T	T	104	26	27	47	M	M	M	M	82	32	30	38
07/11/2014	252	T	T	T	T	99	34	30	36	M	M	M	M	107	32	27	40
17/11/2014	262	T	T	T	T	115	34	31	35	M	M	M	M	114	32	29	39
04/12/2014	279	T	T	T	T	118	34	30	36	M	M	M	M	114	32	28	40
20/01/2015	326	T	T	T	T	123	34	32	34	M	M	M	M	123	34	29	37

Suivi d'évolution des fissures

L : longueur réseau de fissures
 H : Fissures horizontales ($0 < \theta < 30$)
 I : Fissures inclinées ($30 < \theta < 60$)
 V : Fissures verticales ($60 < \theta < 90$)
 T : Face talochée

R1_J_81_1		Eprouvette 3															
Face		1				2				3				4			
Date	Age (jours)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)
27/08/2014	180	T	T	T	T	26	34	23	43	7	45	40	15	7	51	30	19
04/09/2014	188	T	T	T	T	33	27	18	55	18	47	31	23	114	28	28	44
12/09/2014	196	T	T	T	T	34	25	26	49	17	43	38	19	116	30	26	45
19/09/2014	203	T	T	T	T	61	29	27	43	24	49	31	20	143	31	28	41
02/10/2014	216	T	T	T	T	64	26	29	45	31	44	38	18	149	33	27	40
10/10/2014	224	T	T	T	T	78	33	34	34	112	41	33	26	247	36	29	35
07/11/2014	252	T	T	T	T	132	25	30	45	119	37	34	28	234	36	29	35
17/11/2014	262	T	T	T	T	143	27	30	43	133	37	32	30	258	35	31	34
04/12/2014	279	T	T	T	T	151	29	29	42	139	39	32	29	251	36	29	35
20/01/2015	326	T	T	T	T	158	29	29	42	149	39	32	30	260	36	31	33

Annexe 6 Faciès de fissuration - Etats Finaux

A.6-1 R1_J_71

Cas	Eprouvette	Face	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)
R1_J_71_2	1	1	T	T	T	T
		2	406	33	28	39
		3	242	41	26	33
		4	348	36	24	40
	2	1	T	T	T	T
		2	399	33	26	41
		3	367	39	28	33
		4	397	34	23	42
	3	1	T	T	T	T
		2	402	34	21	45
		3	388	36	30	33
		4	435	32	24	44
R1_J_71_7	1	1	T	T	T	T
		2	589	40	22	38
		3	M	M	M	M
		4	619	40	25	34
	2	1	T	T	T	T
		2	690	38	23	39
		3	M	M	M	M
		4	672	38	25	38
	3	1	T	T	T	T
		2	631	37	26	37
		3	M	M	M	M
		4	681	38	26	36
R1_J_71_12	1	1	T	T	T	T
		2	369	29	25	46
		3	M	M	M	M
		4	448	32	24	44
	2	1	T	T	T	T
		2	445	30	23	47
		3	M	M	M	M
		4	482	31	22	47
	3	1	T	T	T	T
		2	337	26	24	50
		3	M	M	M	M
		4	470	34	22	44

Faciès de fissuration - Etats Finaux

R1_J_71_28	1	1	T	T	T	T
		2	461	37	23	40
		3	M	M	M	M
		4	498	37	24	39
	2	1	T	T	T	T
		2	487	37	24	39
		3	M	M	M	M
		4	511	38	25	37
	3	1	T	T	T	T
		2	500	35	23	42
		3	M	M	M	M
		4	593	39	23	38

A.6-2 R1_J_81

Cas	Eprouvette	Face	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)
R1_J_81_3	1	1	T	T	T	T
		2	586	33	26	41
		3	515	36	28	37
		4	542	38	24	38
	2	1	T	T	T	T
		2	437	30	26	44
		3	248	40	24	36
		4	527	35	25	40
	3	1	T	T	T	T
		2	471	37	29	34
		3	M	M	M	M
		4	574	42	28	30
R1_J_81_7	1	1	T	T	T	T
		2	540	37	24	39
		3	M	M	M	M
		4	542	34	25	41
	2	1	512	41	24	35
		2	368	39	26	35
		3	T	T	T	T
		4	498	39	22	38
	3	1	T	T	T	T
		2	462	39	24	37
		3	M	M	M	M
		4	518	42	25	33
R1_J_81_14	1	1	T	T	T	T
		2	352	36	26	37
		3	249	39	25	35
		4	343	37	24	38
	2	1	T	T	T	T
		2	440	38	27	36
		3	250	37	23	41
		4	372	37	26	37
	3	1	T	T	T	T
		2	323	36	27	36
		3	144	32	27	41
		4	244	39	22	39



Face 1



Face 2



Face 4



Face 4

Figure A. 66 : Relevés de fissures en fin d'expansion du béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 1 jour (éprouvette 1)



Face 1



Face 2



Face 3



Face 4

Figure A. 67 : Relevés de fissures en fin d'expansion du béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 3 jours (éprouvette 1)



Face 1



Face 2



Face 4



Face 4

Figure A. 68 : Relevés de fissures en fin d'expansion du béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 7 jours (éprouvette 1)



Face 1



Face 2



Face 4



Face 4

Figure A. 69 : Relevés de fissures en fin d'expansion du béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 14 jours (éprouvette 1)

A.6-3 R1_T_81

Cas	Eprouvette	Face	L (cm)	H (%)	I (%)	V (%)
R1_T_81_1	1	1	T	T	T	T
		2	257	34	28	38
		3	317	39	24	37
		4	227	39	25	35
	2	1	T	T	T	T
		2	242	39	27	34
		3	308	41	27	33
		4	249	38	27	34
	3	1	T	T	T	T
		2	232	36	29	36
		3	304	46	25	29
		4	260	41	27	32
R1_T_81_3	1	1	T	T	T	T
		2	444	35	24	41
		3	564	39	27	34
		4	434	32	25	43
	2	1	T	T	T	T
		2	525	37	27	36
		3	481	37	25	38
		4	357	37	25	38
	3	1	T	T	T	T
		2	492	34	26	40
		3	587	34	26	40
		4	409	35	25	39
R1_T_81_7	1	1	T	T	T	T
		2	478	36	26	38
		3	M	M	M	M
		4	483	35	25	40
	2	1	T	T	T	T
		2	544	32	27	42
		3	M	M	M	M
		4	447	34	24	42
	3	1	T	T	T	T
		2	381	31	25	44
		3	M	M	M	M
		4	492	36	26	38

Faciès de fissuration - Etats Finaux

R1_T_81_14	1	1	T	T	T	T
		2	481	41	24	35
		3	510	37	26	37
		4	312	38	24	38
	2	1	T	T	T	T
		2	444	38	27	35
		3	421	38	28	34
		4	439	39	28	32
	3	1	T	T	T	T
		2	362	42	27	31
		3	337	48	26	25
		4	330	44	29	27



Face 1



Face 2



Face 3



Face 4

Figure A. 70 : Relevés de fissures en fin d'expansion du béton R1 traité tardivement à 81°C pendant 1 jour (éprouvette 1)



R1-T-80
3-1
F1

Face 1



R1-T-80
3-1
F2

Face 2



R1-T-80
3-1
F3

Face 3



R1-T-80
3-1
F4

Face 4

Figure A. 71 : Relevés de fissures en fin d'expansion du béton R1 traité tardivement à 81°C pendant 3 jours (épreuve 1)



Face 1



Face 2

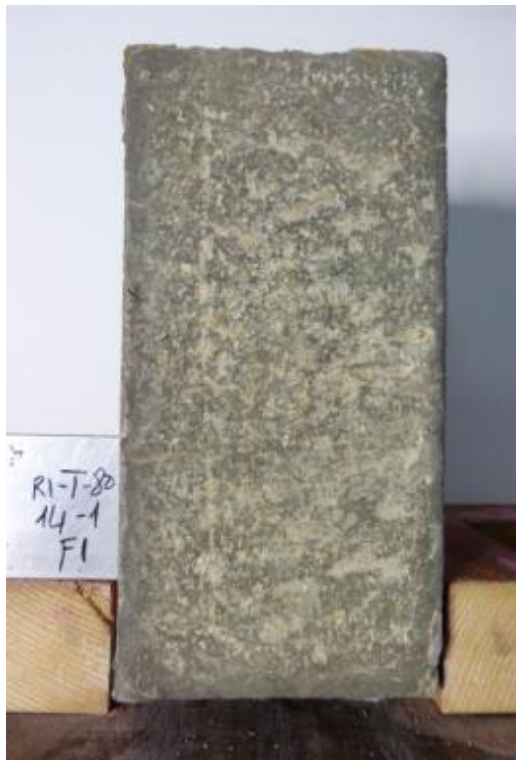


Face 3



Face 4

Figure A. 72 : Relevés de fissures en fin d'expansion du béton R1 traité tardivement à 81°C pendant 7 jours (éprouvette 1)



Face 1



Face 2



Face 4



Face 4

Figure A. 73 : Relevés de fissures en fin d'expansion du béton R1 traité tardivement à 81°C pendant 14 jours (éprouvette 1)

Annexe 7 Diffraction aux rayons X

Cette annexe présente les résultats des analyses aux rayons X effectuées dans cette recherche afin de comprendre l'effet pessimum mis en évidence sur la base des produits formés.

A.7-1-2 R1_J_81_3

R1_J_81_3_1_DRX

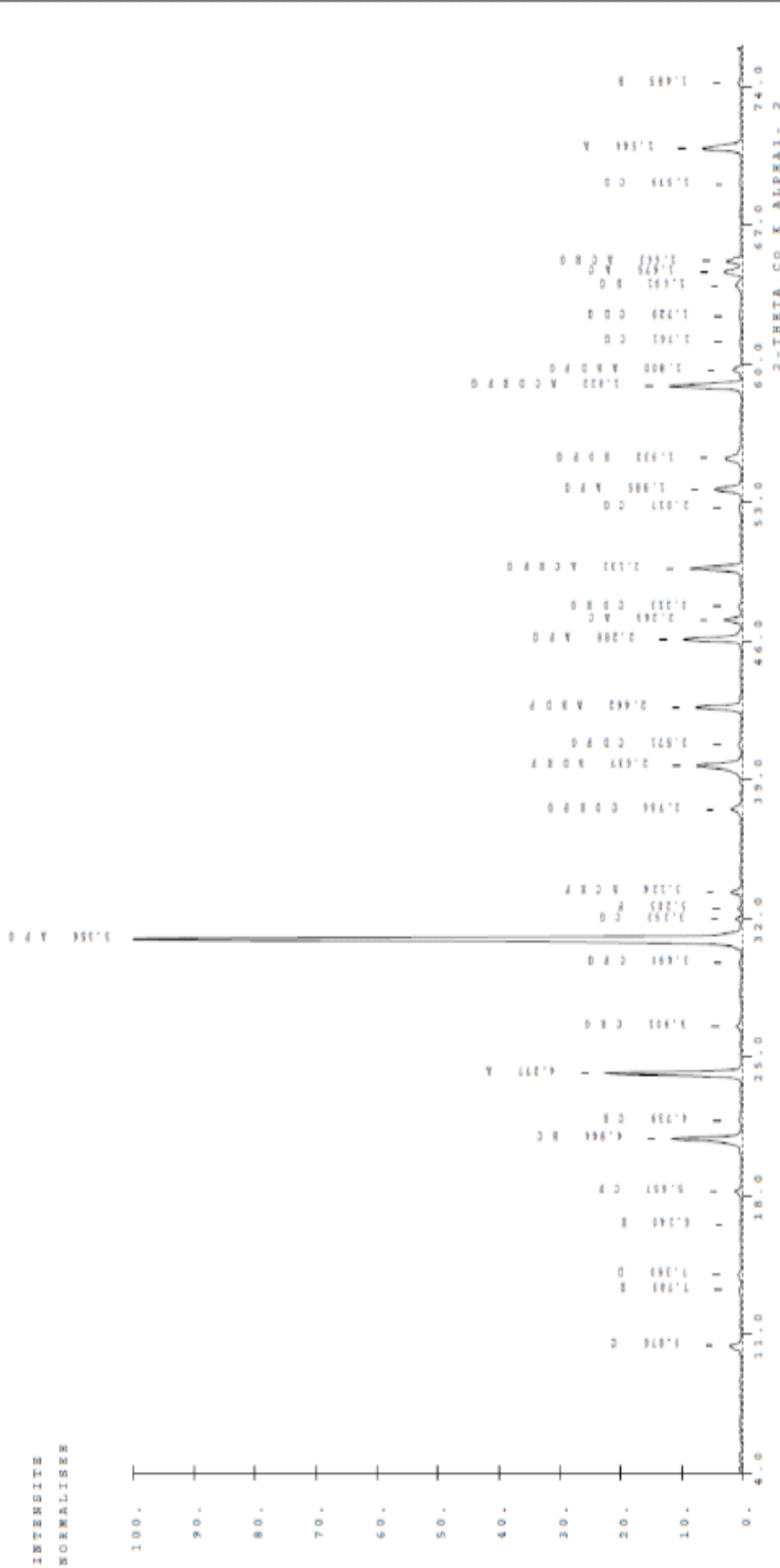
0167CM15-RER0P1252

REF PCM : 0762CH15

DATE DE RECEPTION: 1 D 30 0226
 DATE DE RECEPTION: 0.25 E 30 0222
 DATE DE RECEPTION: 1 F 09 0456
 COMPTEUR PROPORTIONNEL
 PAS: 0.02 degrés
 TEMPS: 2 secondes

BRONNILLERITE, STB
 PARALUMINOUSICAL
 ALBITE, ORDERED

ERREUR EN 2THETA : 0.25
 BONDUS DES INTERCETES: 5- 3894 COUPS



A.7-1-3 R1_J_81_7

A.7-1-4 R1_J_81_14

R1_J 81_14_1_DRX

REF PCN : 078215

Fente dispersivon: 1 P 41 1451 STRONGIN, SVR

Compteur proportionnel

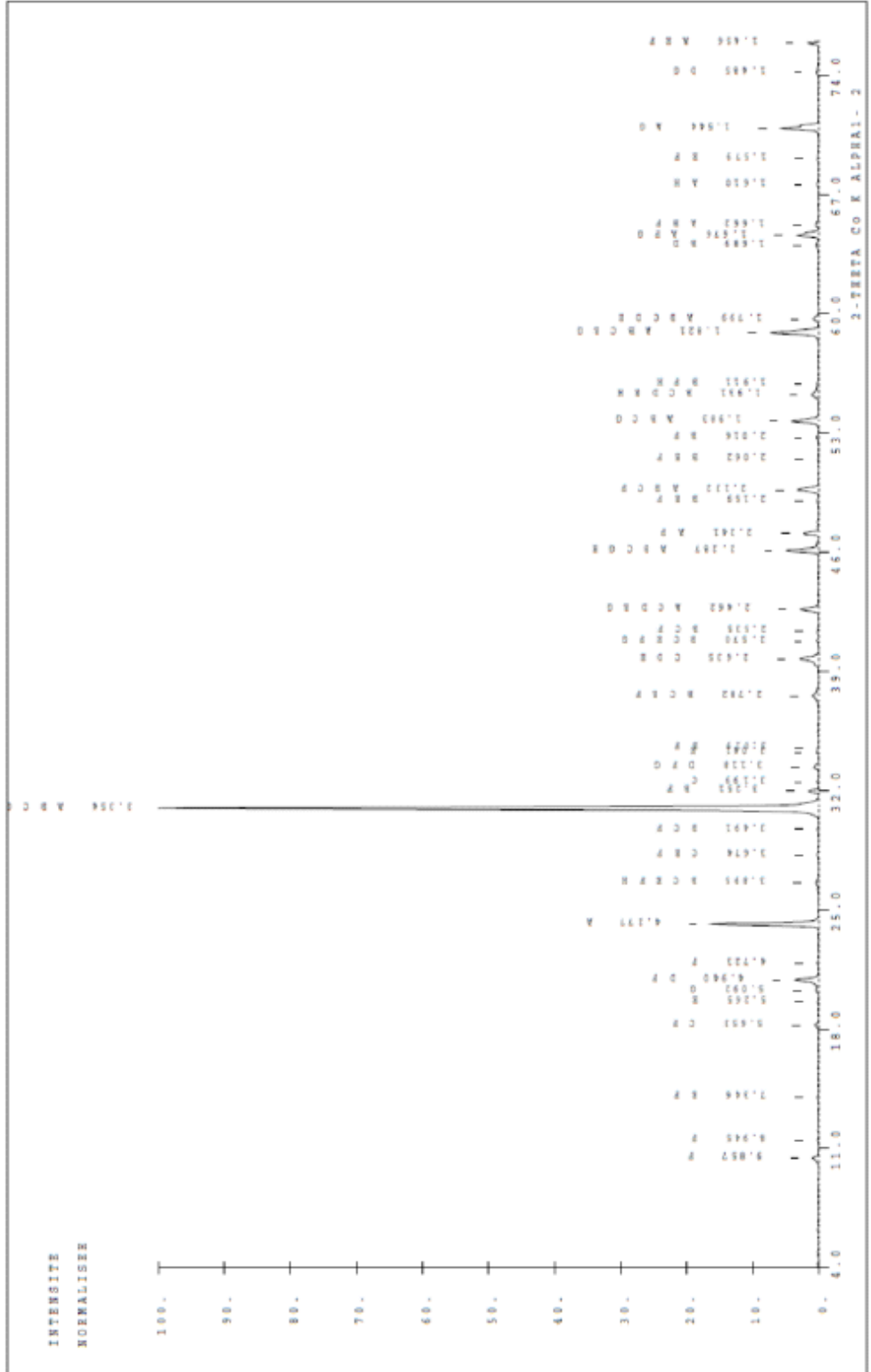
Par 0.02 degree

temps: 2 secondes

REPERE SUR TUBES: 0.25

REPERE DES INTERFERES: 3. 6752 CODES

 DIFFRACTION RX




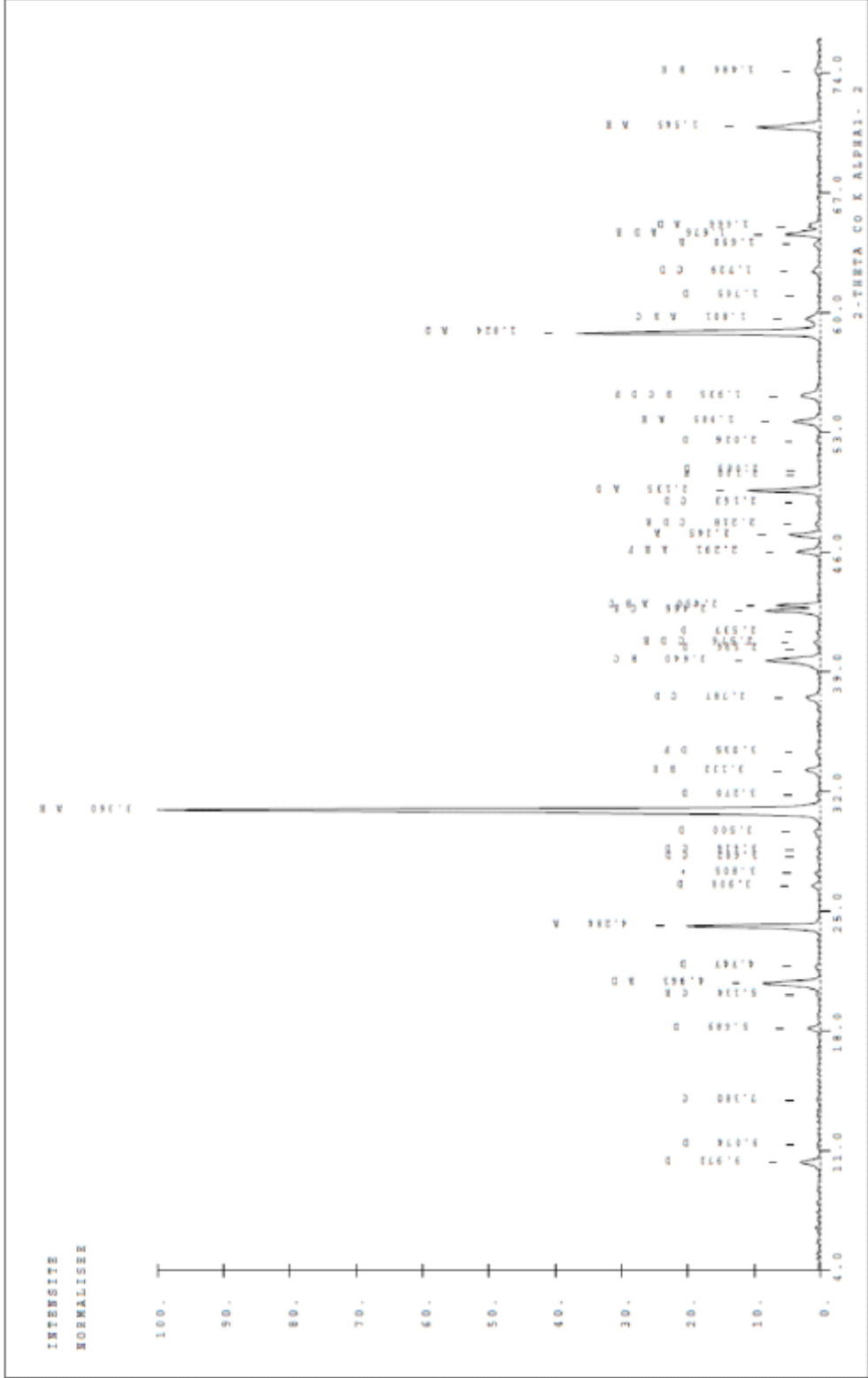
A.7-2 Traitement thermique tardif

A.7-2-1 R1_T_81_1

A.7-2-2 R1_T_81_3

R1_T_81_3_1_DRX


 DIFFRACTION RM
 Fente dispersion: 1
 Compteur proportionel.
 Pas 0.02 degrés
 Temps: 2 secondes
 ERREUR DE ZERETA : 0.25
 ETENDUE DES INTENSITES: 4 - 3220 COUNTS



A.7-2-3 R1_T_81_14

R1_T 81_14_1_DRX



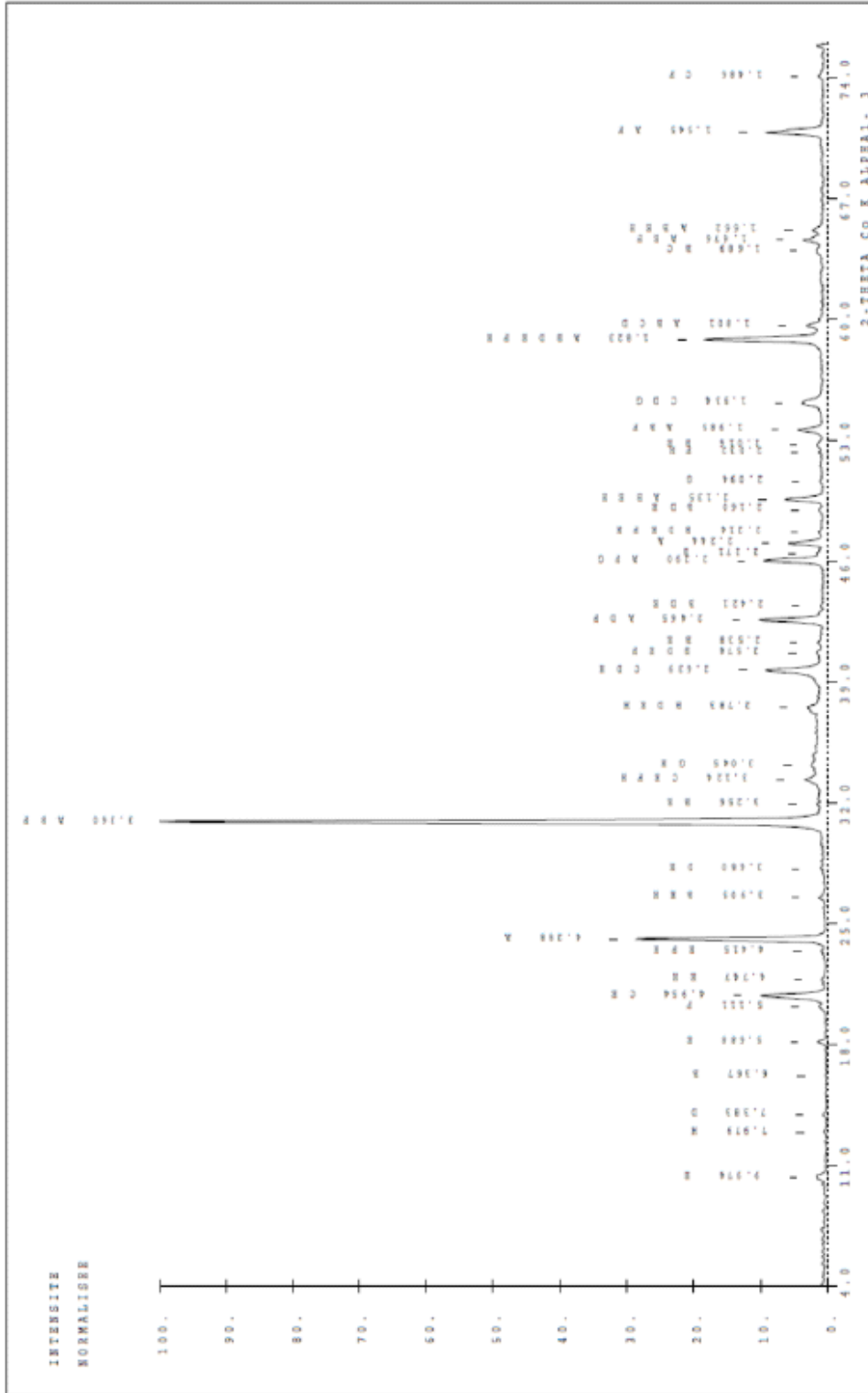
DIFFRACTION X

REP PCM : 0818015

reste reception: 25
Fente dispersion: 1
Compteur proportion.
Pas 0.02 degres
temps: 2 secondes

F 14 0117 KATOITE, SYN

ERREUR EN DEGRE : 0.25
ETENDUE DES INTENSITES: 3- 2315 COUPE



Les analyses par diffraction aux rayons X ont mis en évidence la présence d'ettringite et l'absence d'AFm dans les échantillons testés après stabilisation des expansions. Des traces de Katoite (C_3AH_6) ont été détectées pour le béton R1 traité tardivement à 81°C pendant 1, 3 et 14 jours, et pour le béton R1 traité au jeune âge à 81°C pendant 7 et 14 jours, ce qui n'a pas été le cas suite au traitement au jeune âge à la même température pendant 1 et 3 jours. Ces observations confirment l'explication proposée pour les effets de pessimum.

Ci-après le rapport d'analyse de diffraction aux rayons X des cas testés.



IFSTTAR

INSTITUT FRANÇAIS
DES SCIENCES
ET TECHNOLOGIES
DES TRANSPORTS,
DE L'AMÉNAGEMENT
ET DES RÉSEAUX

Rapport d'étude

Département MATERIAUX ET STRUCTURES / CPDM / Chimie - Minéralogie

PLATRET Gérard
Docteur 3^{ème} Cycle Chimie
Chargé de Recherche
Responsable "Chimie - Minéralogie"
Téléphone : 33 (0)1 40 43 51 47
Télécopte : 33 (0)1 56 56 16 47
gerard.platret@ifsttar.fr

Date : Vendredi, 27 février 2015

Auteurs : Gérard PLATRET
Julien VINCENT

Nomenclature d'activité : RPROF12552
Référence sur Numéro de contrat* : 016 PCM 15
Confidentialité : Diffusion sous sa forme complète.

* le cas échéant

Siège : Cité Descartes – Boulevard Newton – Champs-sur-Marne – 77447 Mame-la-Vallée Cedex 2
T. +33(0)1 40 43 50 00 – F. +33(0)1 40 43 54 98 – www.ifsttar.fr
Établissement Public à Caractère Scientifique et Technologique



Système de management de la qualité
certifié sous le n° 22230 – 0
pour les sites de Paris et de Nantes

Institut français des sciences et technologies des transports de l'aménagement et des réseaux (Ifsttar)
Cité Descartes
Boulevard Newton
Champs-sur-Marne
77447 Marne-la-Vallée Cedex 2
Tél. 014043 50 00
Fax : 01 40 43 54 98

Laboratoire des Matériaux et Structures du Génie civil (LMSGC)
Cité Descartes - Parc Club de la Haute-Maison - 2, allée Képler
77420 Champs-sur-Marne
Tél. 014043 54 41
Fax : 01 40 43 54 50

SOMMAIRE

Rapport d'étude.....	1
Département MATERIAUX ET STRUCTURES / CPDM / Chimie - Minéralogie.....	1
SOMMAIRE.....	3
1 INTRODUCTION.....	4
2 APPAREILLAGE DE DIFFRACTOMETRIE DE RAYONS X.....	4
3 APPAREILLAGE D'ANALYSE THERMIQUE.....	Erreur ! Signet non défini.
4 APPAREILLAGE D'ANALYSE ELEMENTAIRE	Erreur ! Signet non défini.
5 ECHANTILLONS	5
6 MODE OPERATOIRE	6
6.1 Diffraction des rayons X :	6
6.2 Analyse thermique :	Erreur ! Signet non défini.
6.3 Analyse élémentaire :	Erreur ! Signet non défini.
7 RESULTATS ANALYTIQUE.....	7
7.1 R1_J_80_1_1_pris_DRX (075ECH15) :	8
7.2 Ciment CEM IV / B (428 ECH 14) :	11
7.3 qq.....	14

1 INTRODUCTION

Dans le cadre du programme de recherche RPR0F12552 "Etude expérimentale de l'influence des échauffements sur les risques de RSI – Contrat C48PC25940", une demande a été faite pour détecter la présence de phases bien spécifiques dans des échantillons de béton ayant subis des traitements thermiques..

Le travail du Groupe "Chimie - Minéralogie" consistait à déterminer les espèces minérales en utilisant la diffractométrie de rayons X sous les poudres.

2 APPAREILLAGE DE DIFFRACTOMETRIE DE RAYONS X

Les analyses diffractométriques sont effectuées sur le diffractomètre PHILIPS PW3830 avec le rayonnement K_{α} du cobalt (40 KV et 30 mA) et au moyen d'un compteur proportionnel. Il est piloté par ordinateur et les données sont enregistrées sur support informatique.

Les diagrammes obtenus sont traités par informatique sur une station de travail SUN à l'aide d'un ensemble de logiciels réalisés sous GKS au LCPC à partir des programmes de GOEHNER et GARBAUSKAS et en utilisant la base de données JCPDS :

- lissage sur 11 points,
- calcul et suppression du fond continu,
- indexation des raies et normalisation des intensités,
- recherche des phases possibles,
- interprétation du diagramme par comparaison avec les phases possibles,
- sortie sur imprimante laser du diagramme corrigé, indexé et interprété.



Image 1 : Vue d'ensemble les installations de diffraction des rayons X.

3 ECHANTILLONS

Sept échantillons de bétons sous forme de poudres sont arrivés et référencés :

➤ R1_J_80_1_1_pris_DRX	(Réf. PCM : 075ECH15),
➤ R1_J_80_3_1_pris_DRX	(Réf. PCM : 076ECH15),
➤ R1_J_80_7_1_pris_DRX	(Réf. PCM : 077ECH15),
➤ R1_J_80_14_1_pris_DRX	(Réf. PCM : 078ECH15),
➤ R1_T_80_1_1_pris_DRX	(Réf. PCM : 078ECH15),
➤ R1_T_80_3_1_pris_DRX	(Réf. PCM : 080ECH15),
➤ R1_T_80_14_1_pris_DRX	(Réf. PCM : 081ECH15).

4 MODE OPERATOIRE

Les solutions ont été analysées directement sans préparation.
Les échantillons de matériau sont arrivés déjà broyés au Groupe 'Etudes Minéralogiques'.
De ce fait, ils n'ont subi aucune préparation spécifique avant analyse thermique ou diffractométrique.

4.1 Diffraction des rayons X :

Chaque échantillon broyé est déposé dans une coupelle en aluminium et sa surface est rendue lisse. La coupelle est ensuite introduite dans le goniomètre de l'appareil.

Le diagramme est enregistré entre 4° et $76^\circ / 2\theta$ avec un pas de $0.02^\circ / 2\theta$ et un temps de comptage de 2 secondes.

5 RESULTATS ANALYTIQUE

La demande porte sur la détection des phases suivantes :

- AFt : tri-sulfo-aluminate de calcium,
- AFm : mono-sulfo-aluminate de calcium,
- C-A-H : Hydrogrenats.

La base de donnée internationale JCPDS publiée par ICDD présente des cartes correspondantes à cette demande spécifique.

Le tableau suivant indique les phases recherchées, le N° de carte JCPDS et les deux premières raies principales permettant de reconnaître ces phases.

	Phases recherchées	Nom	N° Carte	I ₁	I ₂	I ₃
AFt	tri-sulfo-aluminate de calcium $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$	Ettringite	41.1451	9,72	5,61	
AFm	mono-sulfo-aluminate de calcium	$3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaSO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	45.158	8,90	4,45	
		$3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaSO}_4 \cdot 14\text{H}_2\text{O}$	46.0062	9,55	4,78	
	Sulfate de calcium hydraté	Gypse	33.311	7,63	4,28	
	Sulfate de calcium hydraté	Bassanite	23.128	6,05	3,02	
	Sulfate de calcium	Anhydrite	37.1496	3,49		
	C_2ASH_5	Géhlénite hydratée	29.0285	12,5	4,18	
	AH_3	Gibbsite	33.0018	4,85	4,35	
C-A-H	Hydrogrenats					
	Hydrogarnet - Katoite	C_3AH_6	24.0217	2,30	5,13	
	Katoite siliceuse		32.151	2,76		
	Grossular		39.368	2,65		
		C_4AH_{19}	14.631	10,80	2,78	
		C_4AH_{13}	2.0077	8,23	7,33	
		C_2AH_8	11.0205	10,70	5,36	
	Monocarbo aluminate de Ca hydraté	$\text{C}_4\text{ACO}_2\text{H}_{11}$	41.0219	7,57	3,78	
	Paraaluminocalcite	$\text{CA} \cdot 2\text{CO}_2\text{H}_3$	30-0222	7,89	3,90	

Pour que la présence d'une phase soit retenue dans les diagrammes expérimentaux, les trois premières raies les plus importantes en intensité doivent être présentes dans ce diagramme expérimental.

Dans les résultats, ce sont les intensités relatives de la première raie qui seront utilisées pour remplir les différents tableaux de résultats.

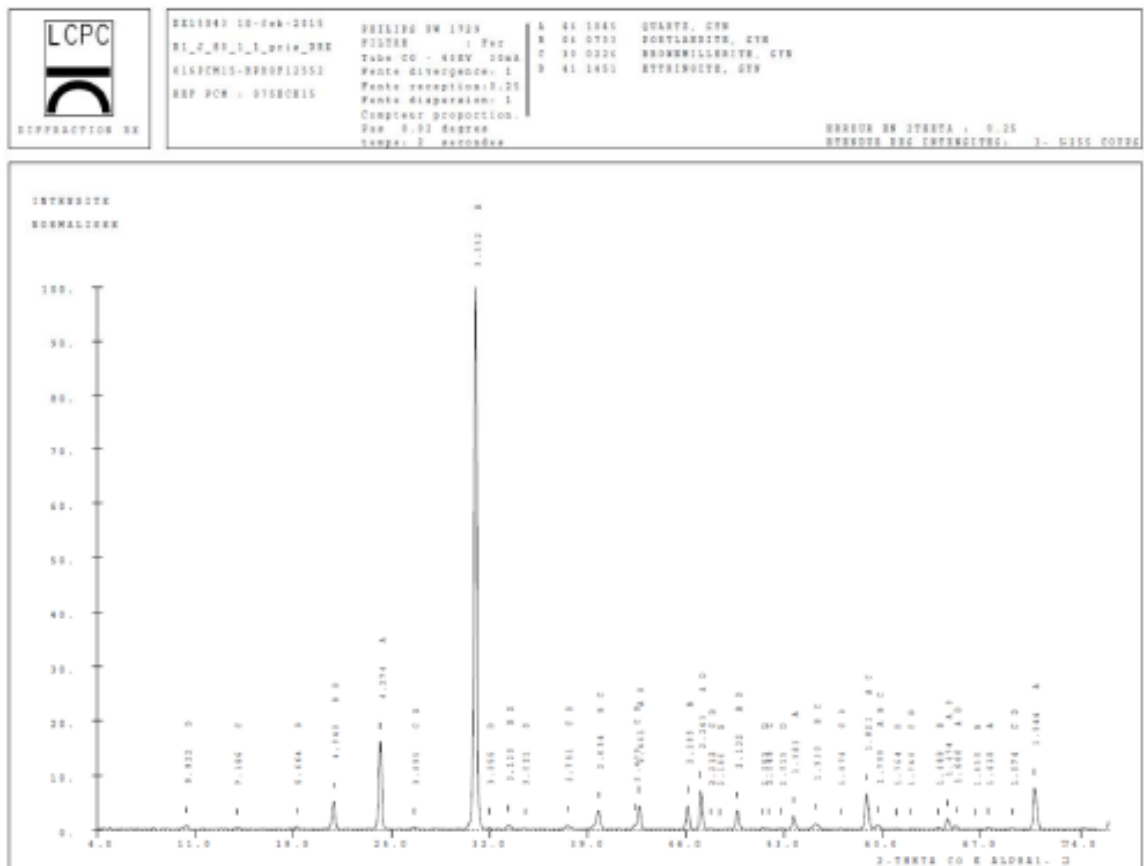
5.1 R1_J_80_1_1_pris_DRX (075ECH15):

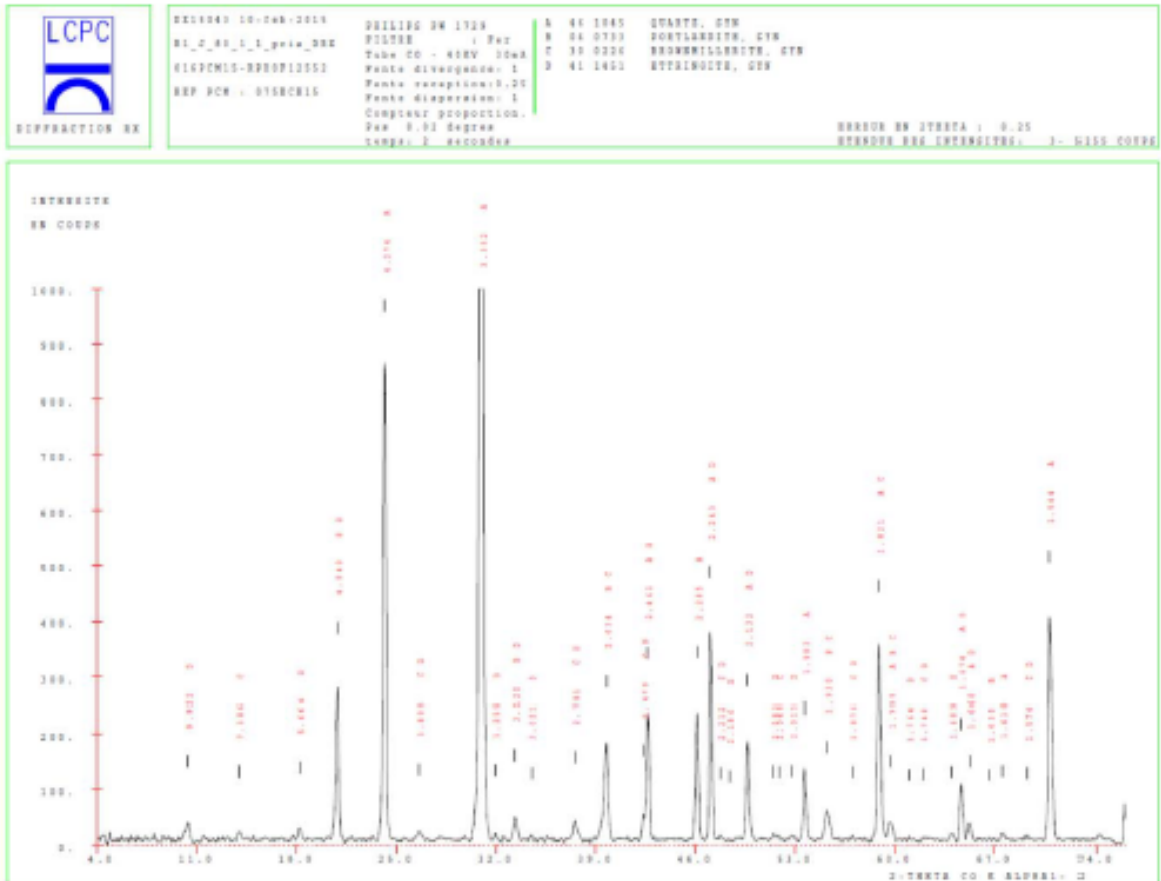
a. Analyse diffractométrique :

L'échantillon total donne le diagramme DX15043 avec une raie importante en intensité (maximum : 5255 coups). Ce diagramme est caractéristique d'un matériau bien cristallisé.

Le diagramme en intensité relative (DX15043 en noir) permet de voir essentiellement la présence du quartz (raie à 3,35 Å). Les autres phases donnent des raies trop petites pour sortir nettement de ce diagramme.

Le même diagramme en nombre de coups (1000 coups et en couleur) permet de mieux distinguer les phases secondaires.





Courbe 1 : Diagramme DRX (DX15043).

La recherche automatique indique comme possible les phases minérales suivantes (annexe DX15043.OUT).

La phase principale est le quartz (raie à 3,35 Å).

Parmi toutes les phases retenues dans le tableau ci-dessus, il n'y a que l'ettringite qui est détectée (raie à 9,92 Å et raie à 5,66 Å).

Les autres phases détectées sont la portlandite (raie à 4,90 Å) et la brownmillerite (raie à 7,38 Å).

La présence de traces de calcite est possible (raie à 3,02 Å).

Diffraction aux rayons X

DX15043 10-feb-2015 --016PCM15-RPROF12552 --R1_J_80_1_1_pris_DRX

46,1045	SI O2	SILICON OXIDE / QUARTZ, SYN
4, 733	CA (O H)2	CALCIUM HYDROXIDE / PORTLANDITE, SYN
30, 226	CA2 (AL FE)2 O5	CALCIUM ALUMINUM IRON OXIDE / BROOKMILLERITE, SYN
41,1451	CA6 AL2 (S O4)3 (O H)12 . 26 H	CALCIUM ALUMINUM SULFATE HYDROXIDE HYDRATE / ETTRINGITE, SYN

ERREUR (DEG) : 0.250

D	I/I1	46-1045	4- 733	30- 226	41-1451
9.922	1				9.721 100
7.386	1			7.250 45	
5.664	1				5.610 76
4.940	5		4.900 74		4.970 12
4.274	16	4.255 16			
3.895	1			3.859 4	3.873 31
3.352	100	3.344 100			
3.255	1				3.240 21
3.120	1		3.112 23		3.101 1
3.021	1				3.011 4
2.781	1			2.784 25	2.772 25
2.634	4		2.628 100	2.644 100	
2.479	1			2.472 2	2.485 2
2.461	5	2.457 9	2.447 3		
2.285	5	2.281 8			
2.243	7	2.236 4			2.230 8
2.212	1			2.210 8	2.206 22
2.186	0				2.183 5
2.132	4	2.128 6			2.121 5
2.063	1				2.058 3
2.048	1			2.051 35	
2.015	1				2.022 1
1.983	3	1.980 4			
1.930	1		1.927 42	1.928 35	
1.876	1			1.881 3	1.870 1
1.821	7	1.818 13		1.815 45	
1.799	1	1.802 1	1.796 36	1.795 3	
1.764	0				1.766 4
1.740	0			1.733 7	1.745 2
1.689	1		1.687 21		
1.674	2	1.672 4			1.677 3
1.660	1	1.659 2			1.662 5
1.630	0		1.634 1		
1.610	1	1.608 1			
1.574	0			1.578 14	1.574 3
1.544	8	1.541 9			

RAIES MANQUANTES

1.375	7	1.484 13	2.673 35	2.560 29
1.382	6	1.449 13	2.576 17	3.475 23
1.372	5	1.060 12	3.694 16	4.689 17
1.266	3	1.142 11	1.838 14	2.614 16
0.812	3	1.314 8	1.321 12	2.151 13
1.453	2	1.014 7	2.155 9	1.944 11
1.298	2	0.850 6	1.863 9	1.620 8
1.200	2	1.037 5	1.501 8	3.598 7
1.184	2	0.814 5	1.520 7	2.696 7
1.180	2	0.955 4	3.629 6	4.859 6
1.082	2	1.557 3	1.390 6	2.806 6
0.916	2	1.176 3	1.420 5	2.399 6
0.915	2	1.128 2	1.359 5	1.842 5
0.825	2	0.884 2	5.193 4	8.850 4
1.418	1	0.862 2	3.406 4	3.673 4

RAIES SUPERPOSEES

3.266	5
1.660	5
2.128	2

Tableau 2 : Comparaison du diagramme DX15043 avec les phases retenues.

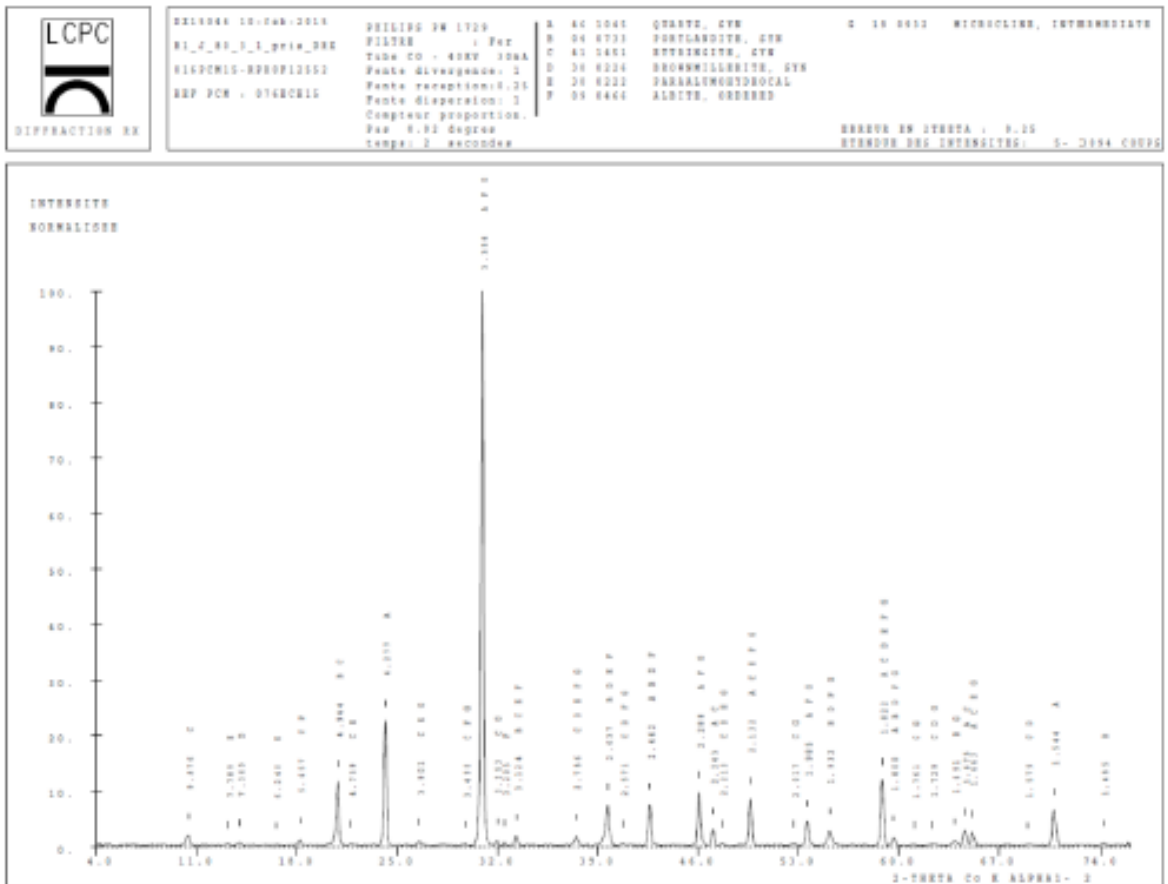
5.2 R1_J_80_3_1_pris_DRX (076ECH15) :

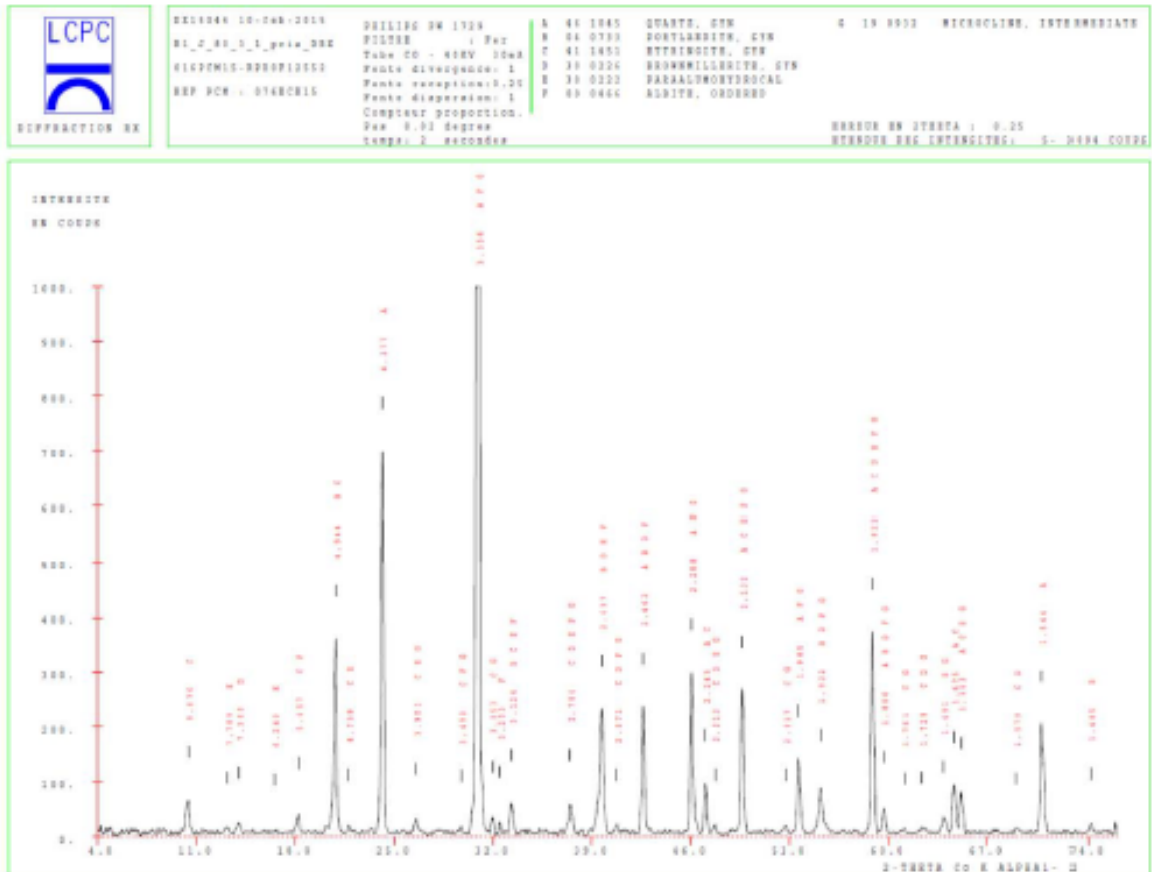
a. Analyse diffractométrique :

L'échantillon total donne le diagramme DX15044 avec une raie importante en intensité (maximum : 3094 coups). Ce diagramme est caractéristique d'un matériau bien cristallisé.

Le diagramme en intensité relative (DX15044 en noir) permet de voir essentiellement la présence du quartz (raie à 3,35 Å). Les autres phases donnent des raies trop petites pour sortir nettement de ce diagramme.

Le même diagramme en nombre de coups (1000 coups et en couleur) permet de mieux distinguer les phases secondaires.





Courbe 2 : Diagramme DRX (DX15044).

La recherche automatique indique comme possible les phases minérales suivantes (annexe DX15044.OUT).

La phase principale est le quartz (raie à 3,35 Å).

Parmi toutes les phases retenues dans le tableau ci-dessus, il n'y a que l'ettringite qui est détectée (raie à 9,87 Å et raie à 5,65 Å).

Les autres phases détectées sont la portlandite (raie à 4,94 Å) et la brownmillerite (raie à 7,36 Å).

La présence de traces d'un carboaluminate de calcium hydraté est possible (raie à 7,78 Å).

Diffraction aux rayons X

DX15044 10-feb-2015 --016PCM15-RPR0F12552 --R1_J_80_3_1_pris_DRX

46,1045	SI O2	SILICON OXIDE / QUARTZ, SYN
4, 733	CA (O H)2	CALCIUM HYDROXIDE / PORTLANDITE, SYN
41,1451	CA6 AL2 (S O4)3 (O H)12 . 26 H	CALCIUM ALUMINUM SULFATE HYDROXIDE HYDRATE / STETTINGITE, SYN
30, 226	CA2 (AL FE)2 O5	CALCIUM ALUMINUM IRON OXIDE / BROWNILLERITE, SYN
30, 222	CA AL2 (C O3)2 (O H)4 . 6 H2 O	CAL ALUMINUM CARBONATE HYDROXIDE HYDRATE / PARAALUMOHYDROCAL
9, 466	NA AL SI3 O8	SODIUM ALUMINUM SILICATE / ALBITE, ORDERED
19, 932	K AL SI3 O8	POTASSIUM ALUMINUM SILICATE / MICROCLINE, INTERMEDIATE

ERREUR (DEG) : 0.250

D	I/I1	46-1045	4- 733	41-1451	30- 226	30- 222	9- 466	19- 932
9.876	2			9.721 100				
7.789	1					7.899 100		
7.360	1				7.350 45			
6.240	1					6.200 30		
5.657	2			5.610 76			5.590 3	
4.944	12		4.900 74	4.970 12				
4.739	1			4.689 17		4.690 8		
4.277	23	4.255 16						
3.901	1			3.873 31		3.900 25		3.930 6
3.490	1			3.475 23			3.509 10	3.480 16
3.356	100	3.344 100					3.375 8	3.330 14
3.253	1			3.240 31				3.240 100
3.203	1						3.196 100	
3.124	2		3.112 23	3.101 1		3.130 4	3.151 10	
2.786	2			2.772 25	2.784 25	2.780 9	2.787 2	2.773 6
2.637	8		2.628 100		2.644 100	2.640 30	2.639 6	
2.571	1			2.560 29	2.576 17		2.563 8	2.556 6
2.462	8	2.457 9	2.447 3		2.472 2		2.460 6	
2.288	10	2.281 8					2.278 2	2.277 2
2.243	3	2.236 4		2.230 8				
2.213	1			2.206 22	2.210 8	2.220 4		2.207 2
2.132	9	2.128 6		2.121 5		2.140 3	2.126 8	2.137 3
2.017	1			2.022 1				2.015 2
1.985	5	1.980 4					1.980 4	1.978 2
1.932	3		1.927 42		1.928 35		1.927 2	1.923 2
1.822	12	1.818 13		1.830 3	1.815 45	1.815 3	1.824 18	1.826 3
1.800	2	1.802 1	1.796 36		1.795 3		1.804 6	1.802 25
1.761	1			1.766 4				1.756 2
1.729	1			1.723 2	1.733 7			1.736 3
1.691	3		1.687 21					1.698 3
1.675	3	1.672 4		1.677 3				
1.663	3	1.659 2		1.662 6		1.663 3		1.665 2
1.579	1			1.583 3	1.578 14			
1.544	7	1.541 9						
1.485	1		1.484 13					
SAIRS MANQUANTS								
	1.375 7	1.449 13	2.614 16	2.673 35	3.320 30	3.780 25	3.290 50	
	1.382 6	1.060 12	2.151 13	2.051 35	2.680 25	6.390 20	4.220 45	
	1.372 5	1.143 11	1.944 11	3.654 16	4.040 20	3.684 20	2.161 30	
	1.256 3	1.314 8	1.620 8	1.538 14	3.030 20	4.030 16	3.800 20	
	0.812 3	1.014 7	3.598 7	1.321 12	3.450 8	3.663 16	3.740 14	
	1.453 2	0.850 6	2.696 7	2.155 9	2.600 8	2.933 16	2.974 14	
	1.288 2	1.037 5	4.889 6	1.863 9	2.310 7	2.964 10	2.902 14	
	1.200 2	0.814 5	2.399 6	1.501 8	5.200 6	3.857 8	2.591 14	
	1.184 2	0.955 4	2.183 5	1.520 7	3.580 6	2.866 8	3.010 10	
	1.180 2	1.557 3	1.842 5	3.629 6	2.890 6	1.889 8	6.480 8	
	1.082 2	1.176 3	0.850 4	1.390 6	1.895 6	1.785 8	3.960 8	
	0.916 2	1.128 2	3.673 4	1.420 5	4.380 5	2.496 6	2.896 8	
	0.915 2	0.884 2	3.011 4	1.359 5	2.080 5	2.119 6	2.761 8	
	0.825 2	0.862 2	1.810 4	5.193 4	2.500 4	2.443 4	3.630 6	
	1.608 1	1.634 1	4.017 3	3.859 4	2.370 4	2.388 4	2.608 6	
SAIRS SUPERPOSES								
			2.806 6			1.829 4	3.470 12	
			3.266 5			3.404 2	1.795 6	
			1.660 5				3.510 2	
			1.574 3				2.566 2	
			2.128 2				1.817 2	

Tableau 2 : Comparaison du diagramme DX15044 avec les phases retenues.

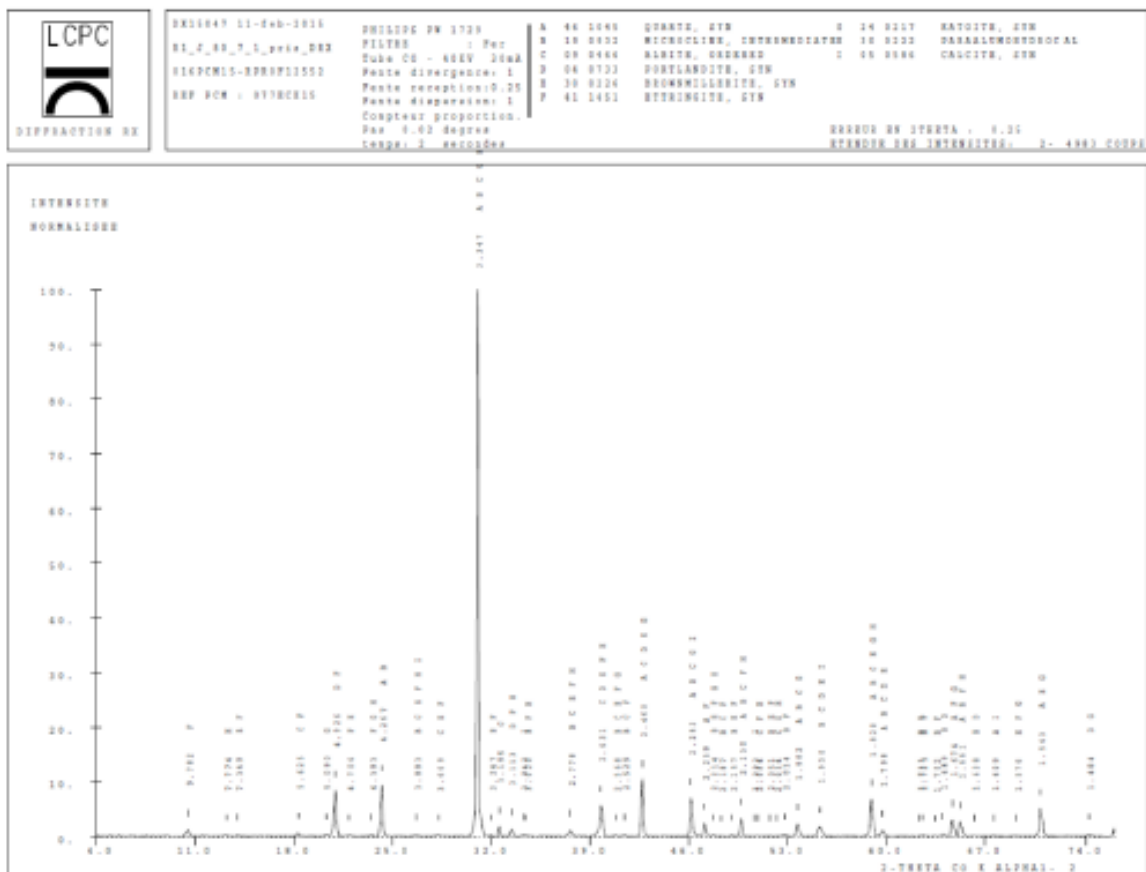
5.3 R1_J_80_7_1_pris_DRX (077ECH15) :

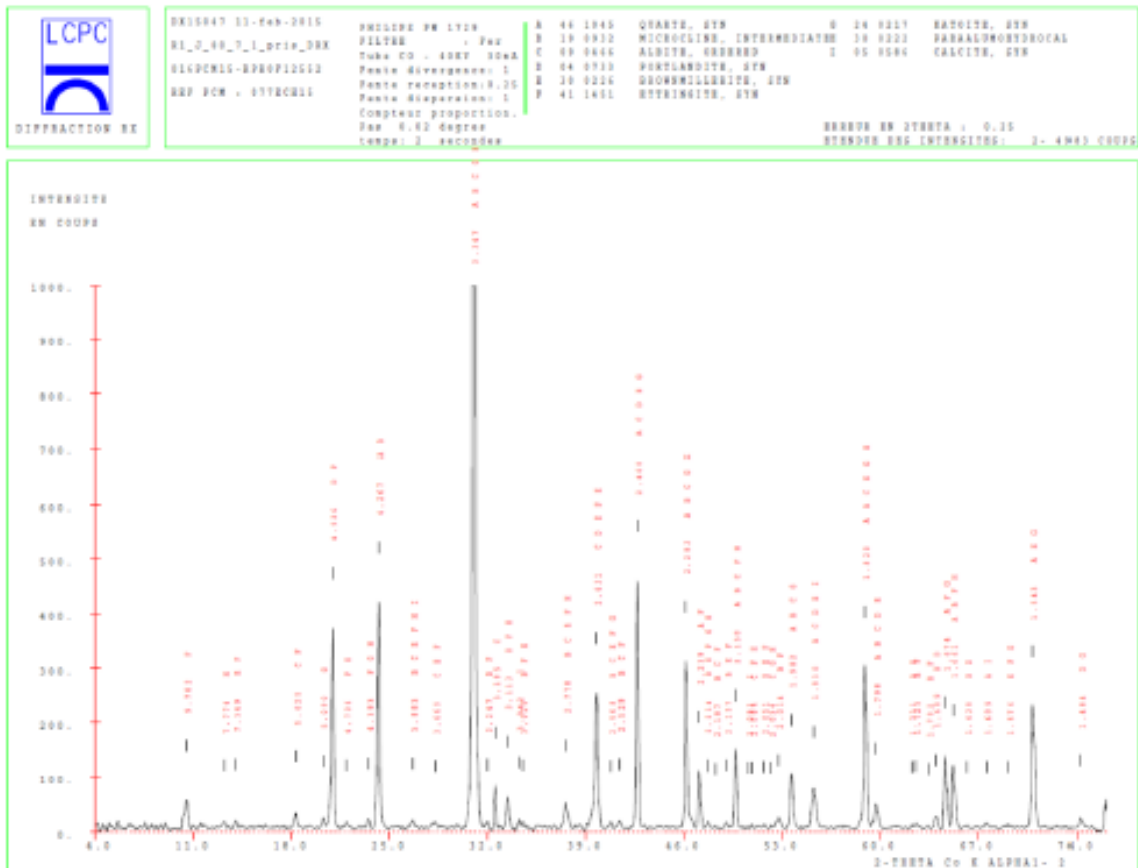
a. Analyse diffractométrique :

L'échantillon total donne le diagramme DX15047 avec une raie importante en intensité (maximum : 4983 coups). Ce diagramme est caractéristique d'un matériau bien cristallisé.

Le diagramme en intensité relative (DX15047 en noir) permet de voir essentiellement la présence du quartz (raie à 3,34 Å). Les autres phases donnent des raies trop petites pour sortir nettement de ce diagramme.

Le même diagramme en nombre de coups (1000 coups et en couleur) permet de mieux distinguer les phases secondaires.





Courbe 3 : Diagramme DRX (DX15047).

La recherche automatique indique comme possible les phases minérales suivantes (annexe DX15047.OUT).

La phase principale est le quartz (raie à 3,34 Å).

Parmi toutes les phases retenues dans le tableau ci-dessus, l'ettringite est détectée sans problème (raie à 9,78 Å et raie à 5,62 Å).

Il y a apparition d'une petite raie à 5,09 Å qui peut être attribuée à des traces de katoite. La présence de traces d'un carboaluminat de calcium hydraté est possible (raie à 7,77 Å).

Les autres phases détectées sont la portlandite (raie à 4,92 Å) et la brownmillerite (raie à 7,34 Å).

DX15047 11-feb-2015 --016PCM15-RPROF12552 --R1_J_80_7_1_pris_DRX

D	I/I1	46-1045	19- 932	9- 466	4- 733	30- 226	41-1451	24- 217	30- 222	5- 506
9.782	1						9.721 100			
7.774	0								7.999 100	
7.249	1					7.250 45	7.200 1			
5.625	1			5.590 2			5.610 74			
6.090	1							5.130 90		
4.924	0				4.900 74		4.970 12			
4.706	0						4.689 17		4.670 8	
4.393	1						4.425 3	4.442 40	4.380 5	
4.247	0	4.255 16	4.228 45							
3.983	1		3.958 2	3.927 0		3.959 4	3.973 31		3.900 25	3.860 12
3.659	0			3.694 20		3.654 16	3.673 4			
3.347	100	3.344 100	3.330 14	3.375 8				3.358 55	3.320 90	
3.247	1						3.240 11			
3.195	2			3.194 100						
3.113	1				3.112 23		3.101 1		3.120 4	
3.042	1									3.035 100
3.020	0		3.018 10				3.011 4		3.030 20	
2.776	1		2.761 8	2.787 2		2.784 25	2.772 25		2.780 9	
2.631	6			2.639 6	2.628 100		2.644 100	2.614 14	2.640 90	
2.568	0		2.564 4	2.543 0		2.574 17	2.540 19	2.544 15		
2.529	1			2.522 2			2.522 2			
2.460	10	2.457 9		2.460 6	2.447 3	2.473 2		2.465 30		
2.289	7	2.281 8	2.277 2	2.276 2				2.295 100		2.285 18
2.239	2	2.234 4								
2.214	0		2.207 2			2.210 8	2.206 12	2.222 4	2.220 4	
2.187	0		2.184 2	2.189 4			2.189 5			
2.157	0		2.141 30			2.155 9	2.151 13			
2.130	1	2.128 6	2.137 2	2.125 8			2.121 5		2.140 1	
2.033	0									2.035 18
2.084	0			2.076 2			2.080 2		2.080 5	
2.051	0		2.050 4			2.051 15	2.050 3			
2.034	0			2.035 2				2.039 95	2.040 3	
2.014	1		2.015 2				2.022 1			
1.982	2	1.980 4	1.978 2	1.980 4				1.989 8		
1.930	2		1.923 2	1.927 2	1.927 42	1.920 35				1.927 5
1.820	7	1.818 13	1.824 2	1.824 18		1.815 45		1.815 10	1.815 3	
1.790	1	1.802 1	1.802 25	1.804 6	1.796 36	1.795 3				
1.731	0		1.734 2			1.733 7				
1.723	0		1.718 2				1.723 2			
1.702	0		1.698 2				1.705 2			
1.689	1		1.685 2		1.687 21					
1.674	2	1.672 4					1.677 3	1.680 50		
1.641	3	1.659 2	1.645 2				1.642 5		1.643 3	
1.620	0		1.642 2		1.634 1					
1.609	0	1.608 1								1.604 8
1.074	0					1.076 14	1.074 3	1.072 13		
1.043	5	1.041 9				1.038 14		1.040 1		
1.484	1				1.484 13			1.482 3		
SAIRS MANQUANTS										
1.375	7	3.298 50	3.780 25	1.449 13	2.673 35	3.475 23	2.010 80	6.200 30	1.913 17	
1.382	8	3.808 20	6.370 20	1.060 12	1.321 12	1.944 11	3.142 45	2.480 25	1.875 17	
1.372	5	3.488 16	4.930 16	1.243 11	1.863 9	1.620 8	1.744 40	4.040 20	2.879 14	
1.256	3	3.749 14	2.933 16	1.314 8	1.501 8	3.590 7	1.711 20	3.450 8	1.525 5	
0.812	3	2.974 14	3.509 10	1.014 7	1.520 7	2.694 7	1.406 12	2.600 8	1.440 5	
1.453	2	2.902 14	3.151 10	0.850 6	3.629 6	2.804 4	1.594 11	2.310 7	1.626 4	
1.288	2	2.591 14	2.964 10	1.037 5	1.390 6	2.399 4	1.149 10	5.200 4	1.518 4	
1.200	2	2.470 12	2.464 8	0.814 5	1.420 5	1.642 5	1.340 8	3.500 4	1.045 4	
1.184	2	4.480 8	1.809 8	0.955 4	1.259 5	0.850 4	1.199 8	2.890 4	0.964 4	
1.180	2	3.940 8	1.785 8	1.557 3	5.193 4	1.810 4	1.167 8	1.895 4	2.845 3	
1.082	2	2.894 8	3.494 4	1.176 1	3.404 4	1.744 4	1.120 8	2.500 4	1.610 3	
0.916	2	3.920 4	2.443 4	1.120 2	2.434 4	4.017 3	0.055 8	2.370 4	1.422 3	
0.915	2	3.630 4	2.388 4	0.894 2	1.964 4	1.850 3	2.680 4	1.953 4	1.190 3	
0.925	2	2.608 4	2.320 4	0.882 2	1.452 4	1.830 3	1.972 5	1.740 4	1.154 3	
1.414	1	2.558 4	1.929 4	1.328 1	1.337 4	1.583 3	1.944 5	2.000 2	1.947 3	
SAIRS SUPERPOSEES										
		2.773 4	3.443 16			4.859 4				
		1.795 4	2.119 4			3.204 2				
		2.566 2				1.650 5				
		2.041 2				2.128 2				
		1.917 2								

Tableau 3 : Comparaison du diagramme DX15047 avec les phases retenues.

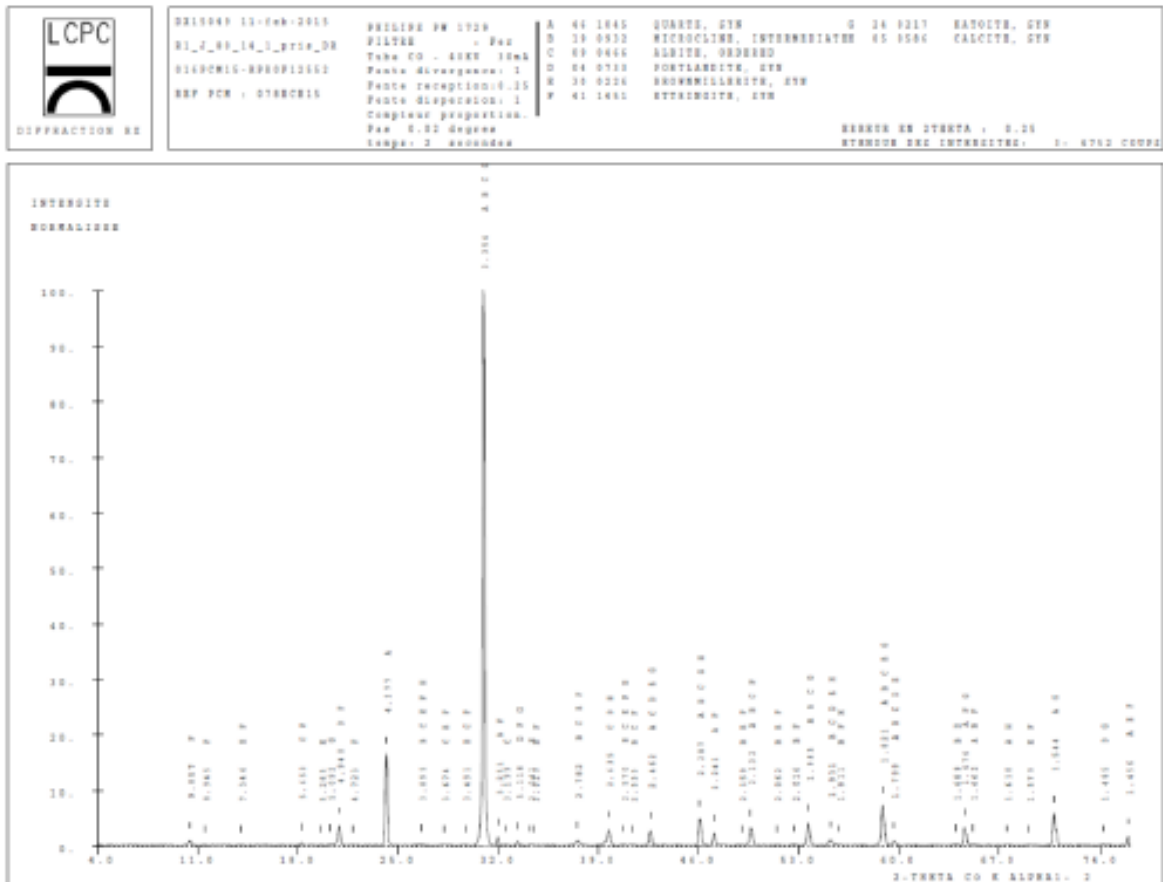
5.4 R1_J_80_14_1_pris_DRX (078ECH15) :

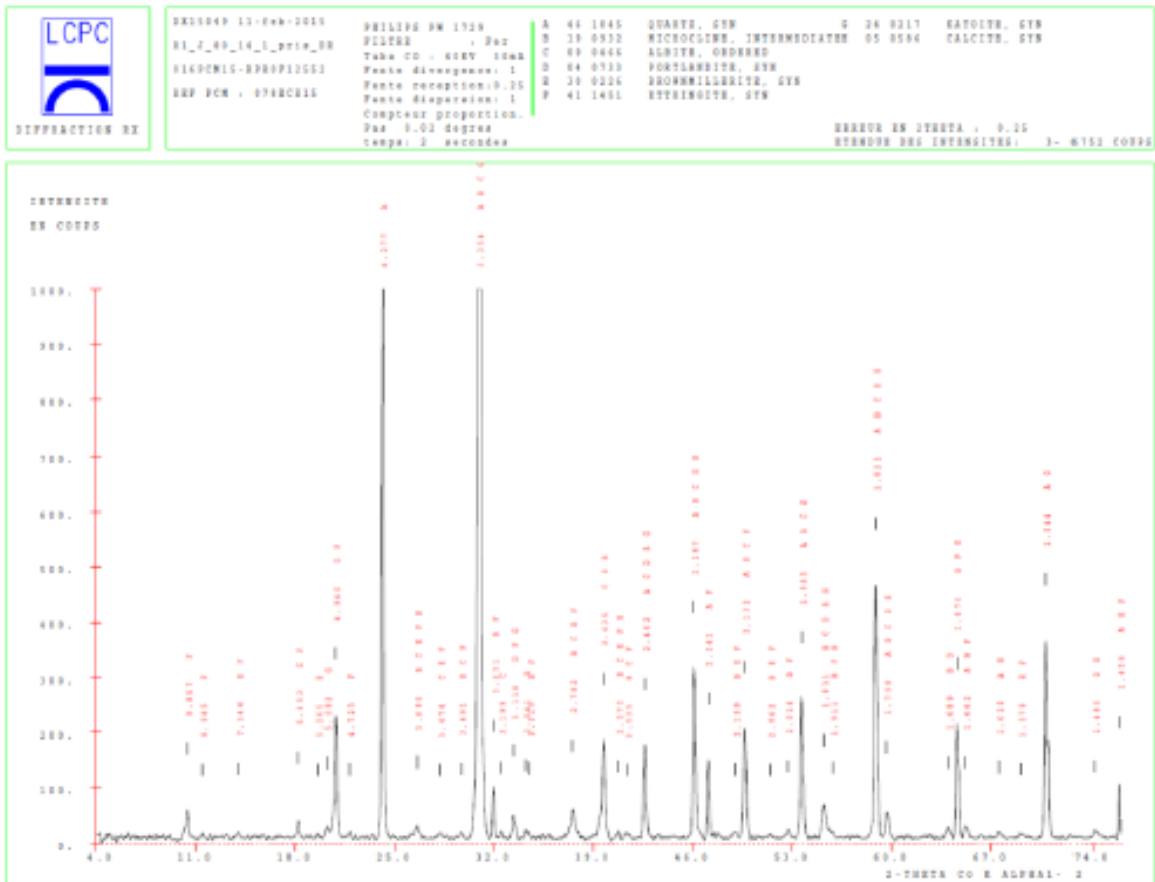
a. Analyse diffractométrique :

L'échantillon total donne le diagramme DX15049 avec une raie importante en intensité (maximum : 6752 coups). Ce diagramme est caractéristique d'un matériau bien cristallisé.

Le diagramme en intensité relative (DX15049 en noir) permet de voir essentiellement la présence du quartz (raie à 3,34 Å). Les autres phases donnent des raies trop petites pour sortir nettement de ce diagramme.

Le même diagramme en nombre de coups (1000 coups et en couleur) permet de mieux distinguer les phases secondaires.





Courbe 4 : Diagramme DRX (DX15049).

La recherche automatique indique comme possible les phases minérales suivantes (annexe DX15049.OUT).

La phase principale est le quartz (raie à 3,35 Å).

Parmi toutes les phases retenues dans le tableau ci-dessus, l'ettringite est détectée sans problème (raie à 9,85 Å et raie à 5,65 Å).

Il y a apparition d'une petite raie à 5,09 Å qui peut être attribuée à des traces de katoite.

Absence de traces d'un carboaluminat de calcium hydraté (raie à 7,77 Å absente).

Les autres phases détectées sont la portlandite (raie à 4,94 Å), la calcite (raie à 3,04 Å) et la brownmillerite (raie à 7,34 Å).

Diffraction aux rayons X

DX15049 11-feb-2015 --016PCM15-RPR0F12552 --R1_J_80_14_1_pris_DR

D	I/I1	45-1045	19- 932	9- 466	4- 733	30- 226	41-1451	24- 217	5- 584
8.867	1						0.721 100		
8.242	0						0.850 4		
7.344	0					7.250 45	7.250 1		
6.453	1			6.450 2			6.430 76		
5.265	0					5.193 4			
5.092	1							5.130 90	
4.940	4				4.600 74		4.970 12		
4.723	0						4.689 17		
4.277	10	4.250 10							
3.892	1		3.920 0	3.857 8		3.850 4	3.873 31		3.860 12
3.674	0			3.684 20		3.654 10	3.673 4		
3.491	0		3.480 16	3.500 10			3.475 23		
3.354	100	3.344 100	3.330 18	3.375 8				3.358 55	
3.251	2		3.240 100				3.240 21		
3.199	0			3.196 100					
3.128	1				3.112 23		3.101 1	3.142 45	
3.041	0								3.036 100
3.019	0		3.010 10				3.011 4		
2.782	1		2.781 8	2.787 2		2.784 25	2.772 25		
2.535	3			2.639 6	2.628 100	2.644 100			
2.570	0		2.566 6	2.563 8		2.576 17	2.560 39	2.566 15	
2.535	0		2.530 6	2.538 2			2.522 2		
2.462	3	2.457 8		2.460 6	2.447 3	2.472 2		2.445 30	
2.397	5	2.381 8	2.277 2	2.278 2				2.395 100	2.385 18
2.241	2	2.230 4					2.230 8		
2.159	0		2.161 30			2.158 9	2.151 13		
2.132	3	2.128 6	2.137 2	2.135 6			2.131 5		
2.062	0		2.071 2			2.051 35	2.050 2		
2.010	0		2.025 2				2.022 1		
1.983	4	1.980 4	1.978 2	1.980 4				1.980 8	
1.931	1		1.923 2	1.927 2	1.927 42	1.928 35			1.927 5
1.911	0		1.912 4				1.903 1		1.913 17
1.901	7	1.918 13		1.826 18		1.915 45		1.916 10	
1.799	1	1.802 1	1.802 25	1.804 6	1.796 36	1.795 3			
1.682	1		1.682 2		1.687 21				
1.576	3	1.572 4					1.577 2	1.580 50	
1.462	1	1.452 2	1.465 2				1.462 5		
1.410	0	1.408 1							1.404 8
1.379	0					1.378 14	1.383 3		
1.344	6	1.341 3						1.348 1	
1.402	0				1.404 13			1.402 3	
1.454	2	1.453 2				1.452 4	1.459 1		
HALES MANQUANTES									
1.575	7	3.230 50	3.780 25	3.449 13	2.473 35	2.204 22	2.039 85	2.095 18	
1.382	6	4.220 45	6.390 20	1.060 12	1.618 14	2.634 16	2.810 80	1.975 17	
1.572	5	3.600 20	4.030 16	1.243 11	1.321 12	1.944 11	4.442 40	2.425 14	
1.266	3	3.740 14	2.833 16	1.314 8	1.863 9	1.620 8	1.744 40	1.625 5	
0.912	3	2.974 14	2.151 10	1.014 7	2.210 8	3.698 7	1.711 20	1.440 5	
1.288	2	2.902 14	2.904 10	0.850 6	1.501 8	2.696 7	1.572 15	1.626 4	
1.200	2	2.591 14	2.866 8	1.037 5	1.733 7	4.859 6	1.486 12	1.518 4	
1.184	2	6.480 8	1.880 6	0.814 5	1.620 7	2.804 6	1.595 11	1.545 4	
1.180	2	3.960 8	1.785 8	0.955 4	2.620 6	2.359 6	1.148 10	0.904 4	
1.082	2	2.896 8	2.496 6	1.557 3	1.390 5	2.183 5	1.340 8	2.885 3	
0.916	2	3.630 6	2.119 6	1.176 3	1.420 5	1.842 5	1.189 8	1.610 3	
0.915	2	2.608 6	2.442 4	1.328 2	1.359 5	1.910 4	1.167 8	1.422 3	
0.825	2	2.111 6	2.388 4	0.894 2	3.406 4	1.766 4	1.120 8	1.180 3	
1.410	1	5.890 4	2.320 4	0.862 2	2.434 4	4.017 3	0.855 8	1.194 3	
1.200	1	3.590 4	2.180 4	1.634 1	1.264 4	1.950 2	2.680 6	1.647 3	
HALES SUPERPOSEES									
		3.470 12	3.463 16				3.266 5		
		2.773 6	1.920 4				1.640 5		
		1.795 6	3.484 2				1.574 3		
		3.510 2					3.138 2		
		2.566 2							

Tableau 4 : Comparaison du diagramme DX15049 avec les phases retenues.

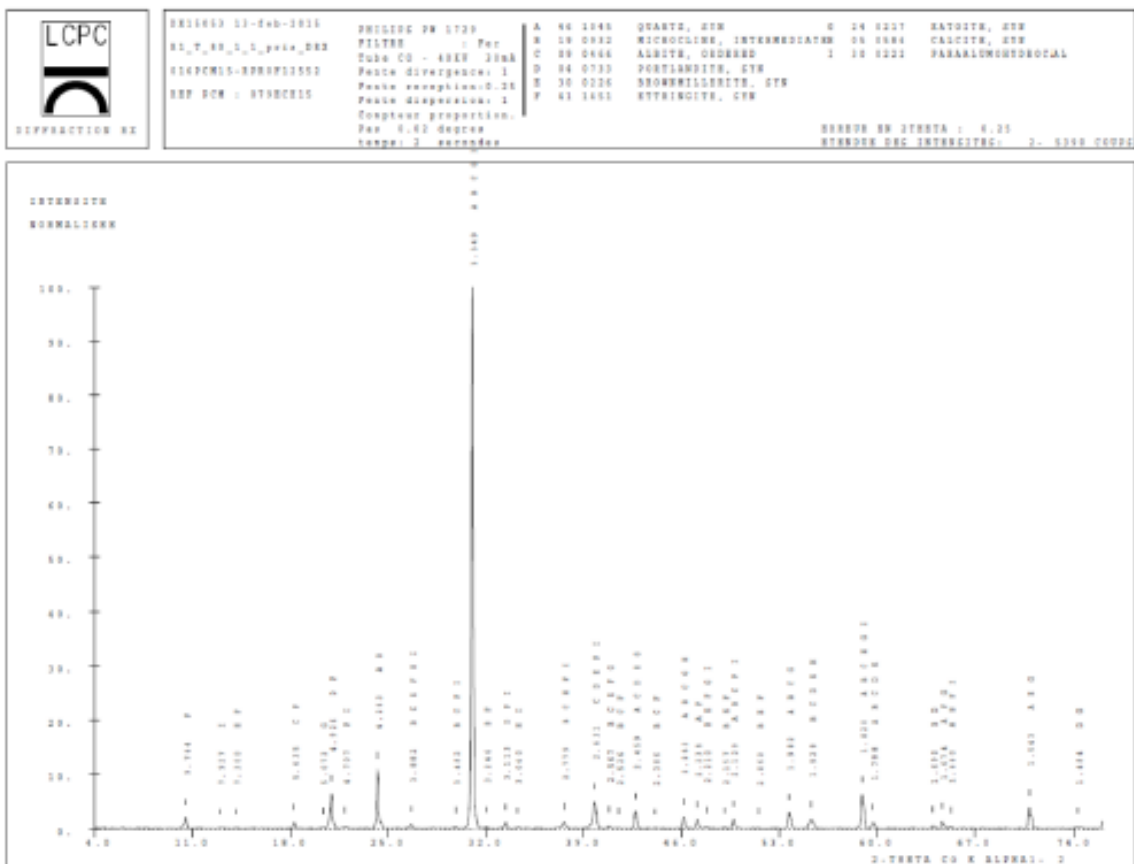
5.5 R1_T_80_1_1_pris_DRX (079ECH15) :

a. Analyse diffractométrique :

L'échantillon total donne le diagramme DX15053 avec une raie importante en intensité (maximum : 5390 coups). Ce diagramme est caractéristique d'un matériau bien cristallisé.

Le diagramme en intensité relative (DX15053 en noir) permet de voir essentiellement la présence du quartz (raie à 3,34 Å). Les autres phases donnent des raies trop petites pour sortir nettement de ce diagramme.

Le même diagramme en nombre de coups (1000 coups et en couleur) permet de mieux distinguer les phases secondaires.





Courbe 5 : Diagramme DRX (DX15053).

La recherche automatique indique comme possible les phases minérales suivantes (annexe DX15053.OUT).

La phase principale est le quartz (raie à 3,34 Å).

Parmi toutes les phases retenues dans le tableau ci-dessus, l'ettringite est détectée sans problème (raie à 9,76 Å et raie à 5,63 Å).

Il y a apparition d'une petite raie à 5,07 Å qui peut être attribuée à des traces de katoite.
 La présence de traces d'un carboaluminate de calcium hydraté est possible (raie à 7,92 Å).

Les autres phases détectées sont la portlandite (raie à 4,92 Å), la calcite (raie à 3,04 Å) et la brownmillerite (raie à 7,30 Å).

DX15053 13-feb-2015 --016PCM15-RPROF12552 --R1_T_80_1_1_pris_DRX

D	I/I1	46-1045	10- 812	9- 666	4- 733	30- 226	41-1451	24- 217	5- 586	30- 222
9.764	2						9.721 100			
7.927	0									7.899 100
7.260	0					7.250 45	7.250 1			
5.635	1			5.590 2			5.620 76			
5.072	0							5.130 90		
4.924	6				4.890 74		4.970 12			
4.707	1						4.689 17			4.690 8
4.263	11	4.255 16	4.220 65							
3.682	1		3.650 2	3.657 8		3.659 4	3.673 31		3.660 12	3.600 25
3.482	1		3.460 16	3.509 10			3.475 23			3.450 8
3.349	100	3.348 100	3.330 14	3.375 8				3.358 65		3.320 30
3.246	1		3.240 100				3.240 21			
3.113	1				3.112 23		3.101 1			3.130 4
3.040	0							3.035 100		3.030 20
2.779	1		2.761 8	2.787 2		2.784 26	2.772 26			2.780 9
2.631	5			2.639 6	2.628 100	2.644 100	2.674 16			2.640 30
2.567	1		2.556 8	2.563 8		2.576 17	2.560 29	2.566 15		
2.426	0		2.422 2	2.434 2			2.422 2			
2.409	1	2.407 8		2.400 6	2.447 3	2.472 2		2.445 10		
2.386	0		2.401 4	2.388 4			2.399 6			
2.285	2	2.281 8	2.277 2	2.278 2				2.285 100	2.285 18	
2.238	2	2.236 4					2.230 8			
2.210	1		2.207 2			2.210 8	2.204 22	2.202 4		2.220 4
2.157	0		2.161 30			2.155 9	2.151 13			
2.129	0	2.128 6	2.137 2	2.125 8			2.121 5			2.140 2
2.060	0		2.058 4			2.051 35	2.058 3			
1.982	3	1.980 4	1.978 2	1.980 4				1.980 8		
1.929	2		1.923 2	1.927 2	1.927 42	1.920 35			1.927 5	
1.820	6	1.818 13	1.826 2	1.824 18		1.815 45		1.815 18		1.815 3
1.798	1	1.802 1	1.802 25	1.804 6	1.796 16	1.795 3				
1.690	1		1.685 2		1.687 21					
1.674	1	1.672 4					1.677 3	1.680 50		
1.660	1	1.659 2	1.665 2				1.662 5			1.663 2
1.543	4	1.541 8						1.548 1		
1.484	1				1.484 13	1.538 14		1.482 3		
HAISE MANQUANTES										
1.375	7	3.200 50	3.196 100	1.449 23	2.673 35	1.944 11	2.029 95	2.095 18	6.200 30	
1.382	6	3.800 20	3.780 25	1.060 12	3.654 16	1.620 8	2.810 80	1.913 17	2.680 25	
1.372	5	3.740 14	4.390 30	1.183 11	1.978 24	3.699 7	3.142 45	1.875 17	4.040 20	
1.256	3	2.974 14	2.484 20	1.314 8	1.321 12	2.494 7	4.442 40	2.495 14	2.400 8	
0.812	3	2.902 14	4.030 16	1.014 7	1.863 9	2.806 6	1.744 40	1.604 8	2.310 7	
1.483	2	2.591 14	3.461 16	0.890 6	1.581 8	2.183 5	1.711 20	1.525 5	5.200 6	
1.288	2	3.010 10	2.931 16	1.037 5	1.733 7	1.942 5	1.672 13	1.440 5	3.580 6	
1.200	2	6.480 8	3.151 10	0.814 5	1.520 7	0.850 4	1.406 12	1.626 4	2.390 6	
1.184	2	3.960 8	2.964 10	0.995 4	3.023 6	3.672 4	1.596 11	1.918 4	1.895 6	
1.180	3	2.894 8	2.866 8	1.587 3	1.390 6	3.031 2	1.148 15	1.945 4	4.380 5	
1.082	3	1.930 4	1.888 8	1.176 3	1.420 5	1.810 4	1.340 5	2.944 4	2.280 5	
0.916	2	2.420 6	1.701 8	1.128 2	1.350 5	1.764 4	1.190 8	2.045 3	2.100 4	
0.915	2	2.408 6	2.499 6	0.894 2	5.192 4	4.017 3	1.167 8	1.920 3	2.370 4	
0.825	3	2.111 6	2.320 4	0.842 2	3.456 4	1.850 3	1.120 8	1.422 3	1.953 4	
1.408	1	5.990 4	2.189 4	1.634 1	2.424 4	1.820 3	0.805 8	1.160 1	1.740 4	
HAISE SUPERPOSSES										
			3.478 12	2.319 6		4.859 6				
			2.773 6	2.443 4		3.266 5				
			3.558 6	2.404 2		1.660 5				
			1.798 6	2.911 2		2.128 2				
			3.512 2							

Tableau 5 : Comparaison du diagramme DX15053 avec les phases retenues.

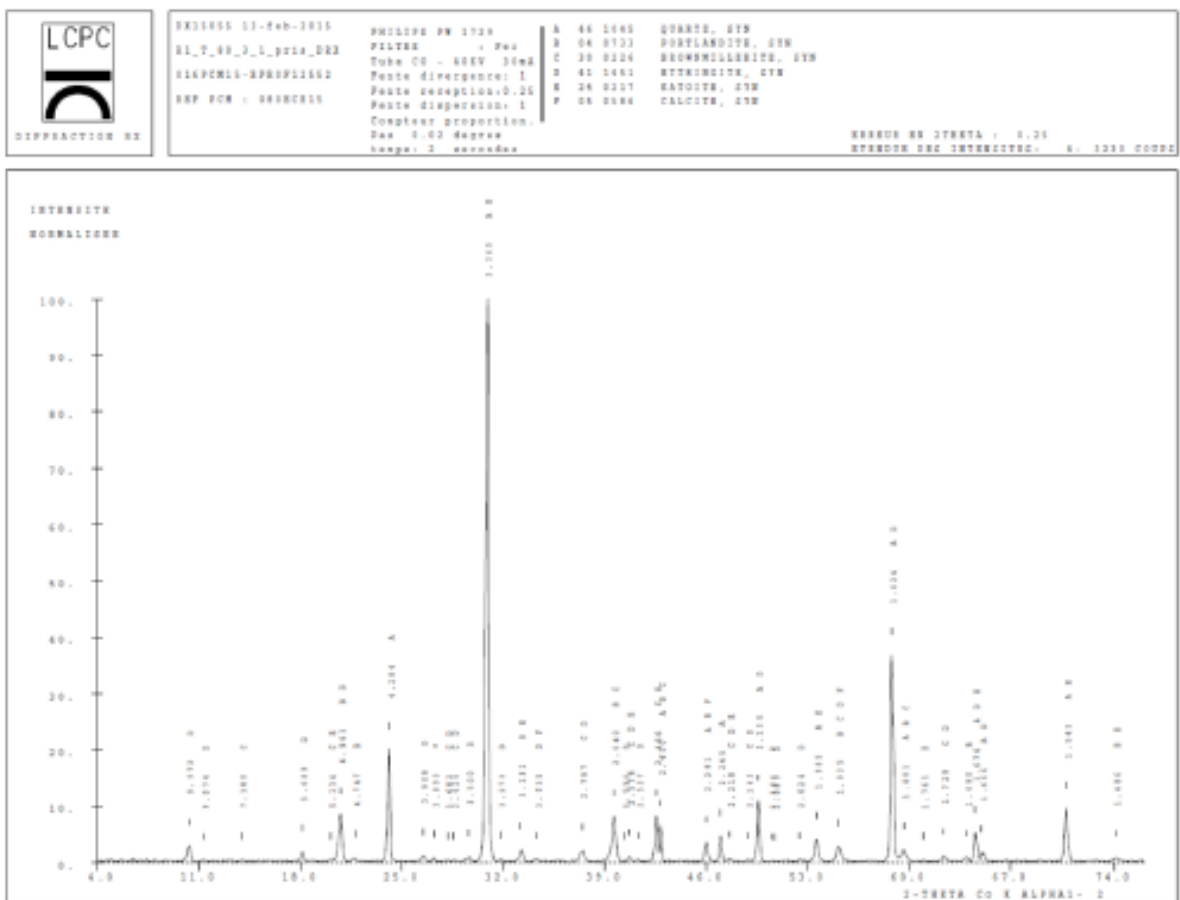
5.6 R1_T_80_3_1_pris_DRX (080ECH15) :

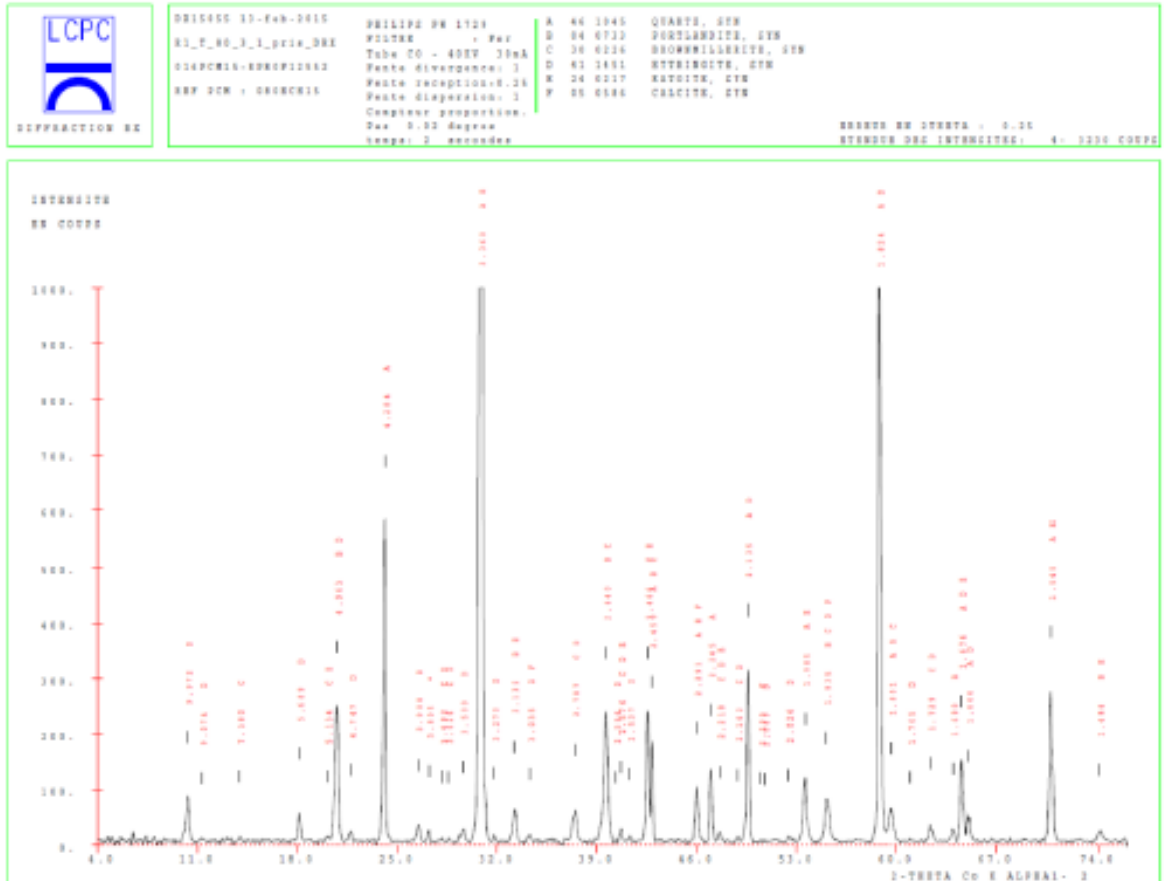
b. Analyse diffractométrique :

L'échantillon total donne le diagramme DX15055 avec une raie importante en intensité (maximum : 3230 coups). Ce diagramme est caractéristique d'un matériau bien cristallisé.

Le diagramme en intensité relative (DX15055 en noir) permet de voir essentiellement la présence du quartz (raie à 3,36 Å). Les autres phases donnent des raies trop petites pour sortir nettement de ce diagramme.

Le même diagramme en nombre de coups (1000 coups et en couleur) permet de mieux distinguer les phases secondaires.





Courbe 6 : Diagramme DRX (DX15049).

La recherche automatique indique comme possible les phases minérales suivantes (annexe DX15055.OUT).

La phase principale est le quartz (raie à 3,36 Å).

Parmi toutes les phases retenues dans le tableau ci-dessus, l'ettringite est détectée sans problème (raie à 9,97 Å et raie à 5,68 Å).

Il y a apparition d'une petite raie à 5,13 Å qui peut être attribuée à des traces de katoite.
Absence de traces d'un carboaluminate de calcium hydraté (raie à 7,77 Å absente).

Les autres phases détectées sont la portlandite (raie à 4,96 Å), la calcite (raie à 3,03 Å) et la brownmillerite (raie à 7,38 Å).

Diffraction aux rayons X

DX15055 13-feb-2015 --016PCM15-RPROF12552 --R1_T_80_3_1_pris_DRX

46,1045	SI O2	SILICON OXIDE / QUARTZ, SYN
4, 733	CA (O H)2	CALCIUM HYDROXIDE / PORTLANDITE, SYN
30, 226	CA2 (AL FE)2 O5	CALCIUM ALUMINUM IRON OXIDE / BROWNELLERITE, SYN
41,1451	CA6 AL2 (S O4)3 (O H)12 . 26 H	CALCIUM ALUMINUM SULFATE HYDROXIDE HYDRATE / ETTRINGITE, SYN
24, 217	CA3 AL2 (O H)12	CALCIUM ALUMINUM HYDROXIDE / KATOITE, SYN
5, 586	CA C O3	CALCIUM CARBONATE / CALCITE, SYN

SMOBI(DWG) : 0.250

D	I/I1	46-1045	4- 733	30- 226	41-1451	24- 217	5- 586
9.972	4				9.721 100		
9.074	1				8.850 4		
7.380	1			7.250 45			
5.689	3				5.610 76		
5.134	1			5.193 4		5.130 80	
4.963	9		4.900 74		4.970 12		
4.747	2				4.690 17		
4.284	21	4.265 16					
3.908	2				3.873 31		
3.805	2	##					
3.682	1			3.654 16	3.673 4		
3.626	1			3.629 6	3.598 7		
3.500	2				3.475 23		
3.360	100	3.344 100				3.358 85	
3.270	1				3.266 5		
3.132	3		3.112 23			3.142 40	
3.035	1				3.011 4		3.035 100
2.787	3			2.784 26	2.772 26		
2.640	9		2.628 100	2.644 100			
2.596	1				2.614 16		
2.576	2			2.576 17	2.560 29	2.566 15	
2.537	1				2.522 2		
2.466	9			2.472 2		2.465 10	
2.450	7	2.467 9	2.447 3	2.434 4			
2.291	4	2.281 8				2.295 100	2.285 18
2.245	5	2.234 4					
2.218	2			2.210 8	2.205 22	2.222 4	
2.163	1			2.155 9	2.151 13		
2.138	12	2.128 6			2.128 2		
2.100	1						2.095 18
2.089	1				2.080 2		
2.028	1				2.022 1		
1.985	5	1.980 4				1.989 8	
1.935	4		1.927 42	1.928 35	1.944 11		1.927 5
1.824	17	1.818 13			1.830 3		
1.801	3	1.802 1	1.796 26	1.795 3			
1.765	1				1.766 4		
1.729	2			1.733 7	1.723 2		
1.690	2		1.687 21				
1.676	6	1.672 4			1.677 3	1.680 50	
1.666	3	1.659 2			1.662 5		
1.545	10	1.541 9				1.548 1	
1.486	2		1.484 13			1.482 3	

RAIES MANQUANTES

1.375	7	3.449 13	1.815 46	3.240 31	2.039 86	1.913 17
1.382	6	3.060 12	2.673 35	1.420 8	2.810 80	1.875 17
1.372	5	3.143 11	2.051 35	2.696 7	4.442 40	2.495 14
1.256	1	3.314 8	1.578 14	4.859 6	1.744 40	3.960 12
0.812	3	3.014 7	1.538 14	2.399 6	1.711 20	1.604 8
1.453	2	0.850 6	1.321 12	2.383 5	1.573 13	1.525 5
1.288	2	1.037 5	1.863 9	2.121 5	1.486 12	1.440 5
1.200	2	0.814 5	1.501 8	1.842 5	1.596 11	1.626 4
1.184	2	0.955 4	1.520 7	1.810 4	1.815 10	1.518 4
1.180	2	1.557 3	1.390 6	4.017 3	1.148 10	1.045 4
1.082	2	1.176 3	1.420 5	2.058 3	1.340 8	0.964 4
0.916	2	1.128 2	1.359 5	1.850 3	1.199 8	2.945 3
0.915	2	0.894 2	3.859 4	1.583 3	1.147 8	1.510 3
0.825	2	0.862 2	3.406 4	1.574 3	1.120 8	1.422 3
1.808	1	3.634 1	1.564 4	2.485 2	0.825 8	1.180 3

RAIES SUPERPOSEES

2.330	8
2.806	6
1.460	5

Tableau 6 : Comparaison du diagramme DX15055 avec les phases retenues.

016 PCM 15

25 / 32

RPROF12552

Kchakech Badreddine

355/374

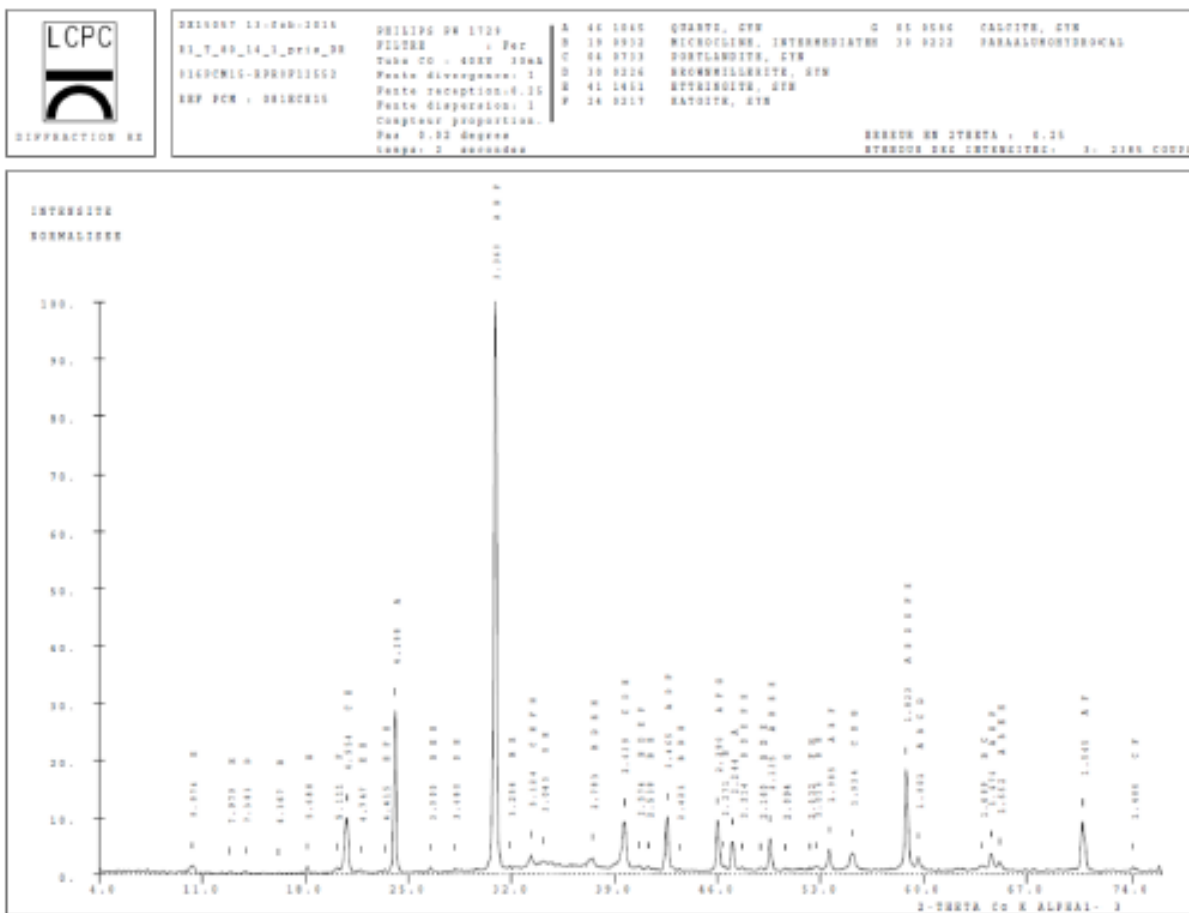
5.7 R1_T_80_14_1_pris_DRX (081ECH15) :

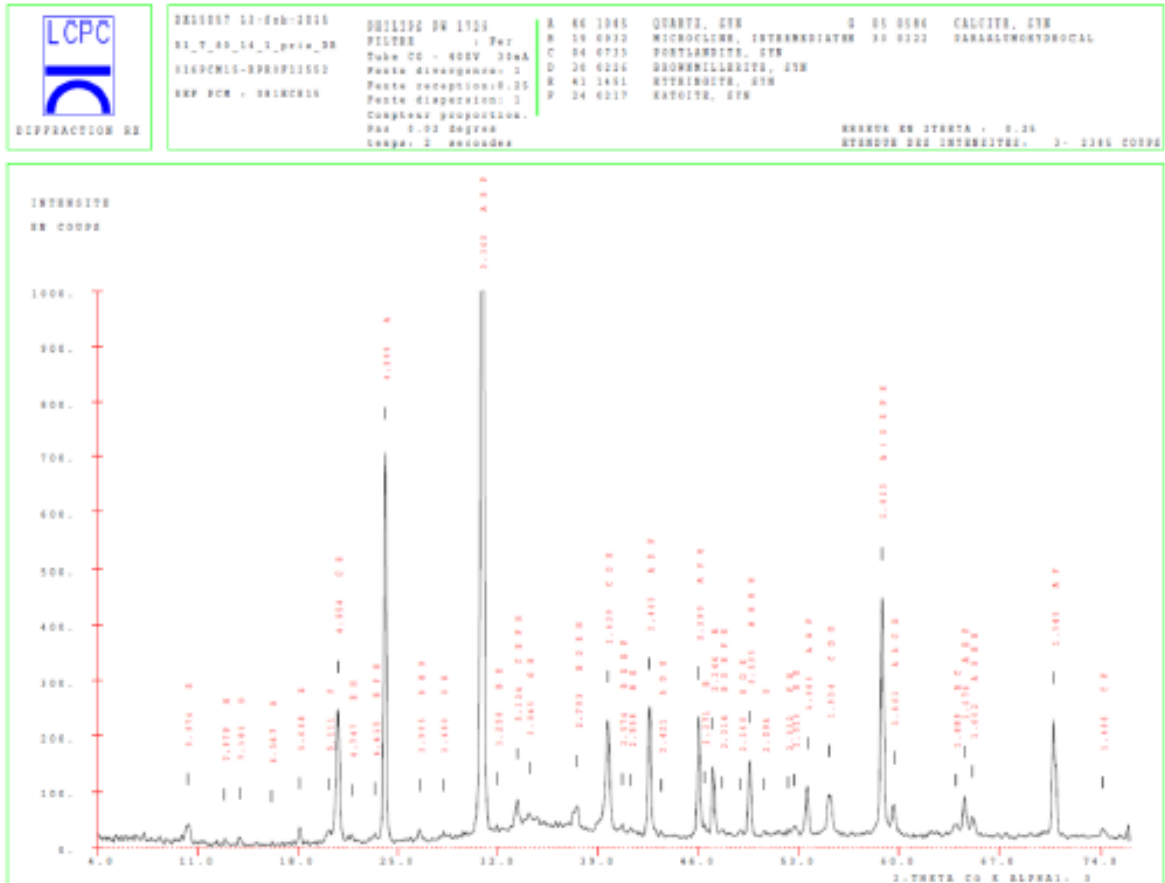
b. Analyse diffractométrique :

L'échantillon total donne le diagramme DX15057 avec une raie importante en intensité (maximum : 2385 coups). Ce diagramme est caractéristique d'un matériau bien cristallisé.

Le diagramme en intensité relative (DX15057 en noir) permet de voir essentiellement la présence du quartz (raie à 3,36 Å). Les autres phases donnent des raies trop petites pour sortir nettement de ce diagramme.

Le même diagramme en nombre de coups (1000 coups et en couleur) permet de mieux distinguer les phases secondaires.





Courbe 7 : Diagramme DRX (DX15057).

La recherche automatique indique comme possible les phases minérales suivantes (annexe DX15057.OUT).

La phase principale est le quartz (raie à 3,36 Å).

Parmi toutes les phases retenues dans le tableau ci-dessus, l'ettringite est détectée sans problème (raie à 9,97 Å et raie à 5,68 Å).

Il y a apparition d'une petite raie à 5,11 Å qui peut être attribuée à des traces de katoite.
 La présence de traces d'un carboaluminat de calcium hydraté est possible (raie à 7,97 Å).

Les autres phases détectées sont la portlandite (raie à 4,95 Å), la calcite (raie à 3,04 Å) et la brownmillerite (raie à 7,38 Å).

DX15057 13-feb-2015 --016PCM15-RPR0F12552 --R1_T_80_14_1_pris_DRX

D	I/I1	46-1045	19- 932	4- 753	30- 226	41-1451	24- 217	5- 506	30- 222
9.974	2					9.721 100			
7.979	1								7.899 100
7.383	1				7.258 45				
6.367	1		6.480 8						
5.698	1					5.618 76			
5.111	1						5.130 88		
4.954	10			4.900 74		4.970 12			
4.747	1					4.689 17			4.690 8
4.415	1					4.425 1	4.442 40		4.390 8
4.288	29	4.255 16							
3.905	1		3.938 6			3.873 31			3.900 25
3.680	1				3.658 16	3.673 4			
3.360	100	3.344 108	3.338 14				3.358 55		
3.296	2		3.248 100			3.240 21			
3.124	4			3.112 23		3.101 1	3.140 45		3.130 4
3.045	3							3.035 100	3.030 20
2.782	3		2.773 6		2.784 25	2.772 25			2.780 9
2.639	9			2.628 100	2.644 100				2.640 30
2.574	2		2.591 14		2.576 17	2.560 29	2.566 15		
2.528	2		2.558 6			2.522 2			
2.465	10	2.457 9			2.472 2		2.445 38		
2.421	1		2.423 2		2.434 4	2.430 1			
2.290	10	2.281 8					2.295 100	2.285 18	
2.277	2		2.277 2						
2.244	6	2.234 4							
2.214	2		2.207 2		2.219 8	2.204 22	2.222 4		2.220 4
2.160	1		2.161 90		2.155 9	2.151 13			
2.135	6	2.128 6	2.137 2			2.128 2			2.140 2
2.094	1							2.095 18	
2.032	2						2.039 85		2.040 3
2.016	2		2.018 2			2.022 1			
1.985	4	1.980 4	1.978 2				1.988 8		
1.934	4			1.927 42	1.928 35			1.927 5	
1.822	18	1.818 13	1.826 2		1.815 45	1.830 3	1.815 18		1.815 3
1.801	3	1.802 1	1.802 25	1.796 36	1.795 3				
1.689	2		1.685 2	1.687 21					
1.674	4	1.672 4				1.677 2	1.680 50		
1.662	2	1.659 2	1.665 2			1.662 5			1.663 3
1.545	9	1.543 9					1.548 1		
1.486	2			1.484 13			1.482 3		
SAIES MANQUANTES									
1.375	7	3.290 50	1.448 13	2.672 35	2.475 23	2.810 80	1.913 17	6.200 30	
1.382	6	4.220 45	1.040 12	2.051 35	2.614 16	1.744 40	1.975 17	3.320 30	
1.372	5	3.800 20	1.143 11	1.578 14	1.944 11	1.711 20	2.495 14	2.680 25	
1.256	3	3.480 16	1.334 8	1.534 14	2.230 8	1.572 13	3.960 12	4.040 20	
0.812	3	3.748 14	1.014 7	1.321 12	1.620 8	1.486 12	1.694 8	3.450 8	
1.452	2	2.074 14	0.852 6	1.852 9	2.528 7	1.526 11	1.525 2	2.610 8	
1.288	2	2.002 14	1.037 5	1.501 8	2.696 7	1.148 10	1.440 2	2.210 7	
1.200	2	3.478 12	0.834 6	1.732 7	4.850 6	1.340 8	1.620 4	6.200 6	
1.184	2	3.010 10	0.955 4	1.620 7	2.804 6	1.199 8	1.518 4	3.580 6	
1.180	2	3.960 8	2.447 3	3.629 6	2.359 5	1.167 8	1.045 4	2.890 6	
1.042	2	2.894 8	1.557 3	1.390 6	2.183 5	1.120 8	0.964 4	1.895 6	
0.936	2	2.761 8	1.176 3	1.420 5	2.121 5	0.855 8	2.945 3	2.090 5	
0.935	2	3.638 6	1.128 2	1.359 5	1.842 5	2.680 6	1.510 3	2.500 4	
0.825	2	2.608 6	0.884 2	5.193 4	0.850 4	1.372 5	1.422 3	2.370 4	
1.008	1	2.556 6	0.862 2	3.959 4	3.011 4	1.356 5	1.180 3	1.953 4	
SAIES SUPERPOSEES									
			1.795 4			3.266 5			
			2.564 2			1.860 5			
			2.522 2			2.416 1			
			1.817 2						

Tableau 7 : Comparaison du diagramme DX15057 avec les phases retenues.

Diffraction aux rayons X

REFERENCE				
ECHANTILLONS	R1_J_80_1_1_pris_ DRX	R1_J_80_3_1_pris_ DRX	R1_J_80_7_1_pris_ DRX	
Référence PCM	075CHI5	076ECHI5	077ECHI5	
Référence Essai DRX	DX15043	DX15044	DX15047	
RESULTATS				
Phases détectées	Raies en Å	I = I/I ₀	I = I/I ₀	I = I/I ₀
Jennite	10.50-2.92			
Tobemmorite	3.09-11.80			
Micacés	9.96-4.95			
Ettringite	9.72-5.61	1	2	1
Monosulfoaluminate (1)	8.90-4.45			
Chloroaluminate de Ca (2)	7.90-3.90			
Aluminate Ca hydraté (3)	7.6→8.4			
Paraalumohydrocalciute (5)	7.89-3.90		1	1
Gypse	7.63-4.28			
Carboaluminate de Ca (4)	7.58-3.78			
Portlandite	4.90-2.63	5	12	8
Brucite	4.77			
Anhydrite	3.48			
Quartz	3.34-4.25	100	100	100
Calcite	3.03-2.28			
C ₃ S	2.79-2.97			
C ₂ S	2.78-2.88			
C ₃ A	2.69-4.71			
Ferrites (C ₄ AF)	2.67-7.25	1	1	1

CONVENTIONS :

tr Traces

I? Identification incertaine

P? Présence incertaine

+ faible quantité
 ++ moyenne quantité
 +++ forte quantité
 ++++ très forte quantité

(1) Ca₃Al₂O₆ CaSO₄ .13 H₂O

(2) Ca₃Al₂O₆ Cl₂ .10 H₂O

(3) Ca₃Al₂O₆ .CO₂ .24 H₂O

(4) Ca₃Al₂O₆ .CO₂ .11 H₂O

(5) CaAl₂(CO₃)₂(OH)₆ .6 H₂O

Diffraction aux rayons X

REFERENCE				
ECHANTILLONS		R1_J_80_14_1_pris DRX	R1_T_80_1_1_pris_ DRX	R1_T_80_3_1_pris_ DRX
Référence PCM		078CH15	079ECH15	080ECH15
Référence Essai DRX		DX15049	DX15053	DX15055
RESULTATS				
Phases détectées	Raies en Å	I = I/I ₀	I = I/I ₀	I = I/I ₀
Jennite	10.50-2.92			
Tobermorite	3.09-11.80			
Micacés	9.96-4.95			
Etringite	9.72-5.61	1	2	4
Monosulfoaluminate (1)	8.90-4.45			
Chloroaluminate de Ca (2)	7.90-3.90			
Aluminate Ca hydraté (3)	7.6→8.4			
Paraalumohydrocalcite (5)	7.89-3.90	0	1	0
Gypse	7.63-4.28			
Carboaluminate de Ca (4)	7.58-3.78			
Portlandite	4.90-2.63	4	6	9
Brucite	4.77			
Anhydrite	3.48			
Quartz	3.34-4.25	100	100	100
Calcite	3.03-2.28	1	1	1
C ₂ S	2.79-2.97			
C ₂ S	2.78-2.88			
C ₃ A	2.69-4.71			
Ferrites (C ₄ AF)	2.67-7.25	1	1	1

CONVENTIONS :

tr Traces

I ? Identification incertaine

P ? Présence incertaine

+ faible quantité
 ++ moyenne quantité
 +++ forte quantité
 ++++ très forte quantité

(1) Ca₃Al₂O₆ CaSO₄ .13 H₂O
 (2) Ca₄Al₂O₇ Cl₂ .10 H₂O
 (3) Ca₈Al₄O₁₄ CO₂ .24 H₂O
 (4) Ca₄Al₂O₇ CO₂ .11 H₂O
 (5) CaAl₂(CO₃)₂(OH)₄ .6 H₂O

Diffraction aux rayons X

REFERENCE				
ECHANTILLONS		R1_T_80_14_1_pris DRX		
Référence PCM		081CH15		
Référence Essai DRX		DX15057		
RESULTATS				
Phases détectées	Raies en Å	I = I/I ₀	I = I/I ₀	I = I/I ₀
Jennite	10.50-2.92			
Tobermorite	3.09-11.80			
Micacés	9.96-4.95			
Etringite	9.72-5.61	2		
Monosulfoaluminate (1)	8.90-4.45			
Chloroaluminate de Ca (2)	7.90-3.90			
Aluminate Ca hydraté (3)	7.6-8.4			
Paraalumohydrocalcite (5)	7.89-3.90	1		
Gypse	7.63-4.28			
Carboaluminate de Ca (4)	7.58-3.78			
Portlandite	4.90-2.63	10		
Brucite	4.77			
Anhydrite	3.48			
Quartz	3.34-4.25	100		
Calcite	3.03-2.28	3		
C ₃ S	2.79-2.97			
C ₂ S	2.78-2.88			
C ₃ A	2.69-4.71			
Ferrites (C ₄ AF)	2.67-7.25	1		

CONVENTIONS :

tr Traces

I? Identification incertaine

P? Présence incertaine

+ faible quantité

++ moyenne quantité

+++ forte quantité

++++ très forte quantité

(1) Ca₇Al₂O₉ CaSO₄ .13 H₂O

(2) Ca₆Al₂O₈ Cl₂ .10 H₂O

(3) Ca₆Al₄O₁₄ CO₂ .24 H₂O

(4) Ca₄Al₂O₆ CO₂ .11 H₂O

(5) CaAl₂(CO₃)(OH)₄ .6 H₂O

Diffraction aux rayons X

Les Chargés d'essais

Le Responsable
"Chimie - Minéralogie"

J. VINCENT ~~F. LADOUCEUR~~

G. PLATRET

~~B. ZITOUN~~

Annexe 8 Intégration de la loi de Martin et al. 2012

Cette annexe illustre l'implantation, dans un outil d'évaluation des structures atteintes de RSI, d'une loi de couplage reliant l'histoire thermique au potentiel de gonflement. Les lois mises en évidence en partie 4.8 du présent mémoire sont susceptibles de constituer une alternative aux lois de [Baghdadi 2008] et [Martin et al. 2012] décrites ici.

Le module RGIB du code CESAR-LCPC permet la prédiction de l'évolution des expansions des structures en béton atteintes de réactions de gonflement interne. Il prend en compte l'histoire thermique au jeune âge responsable du déclenchement de la RSI via un calcul thermique au jeune âge (calcul TEXO), en plus des champs de température (calcul DTNL thermique) et d'humidité (calcul DTNL hydrique) sur toute la vie de l'ouvrage (ces deux grandeurs ayant une influence majeure sur les cinétiques d'expansions). Dans le modèle programmé jusqu'ici et en cohérence avec le cas de l'alcali-réaction, les résultats de température du calcul TEXO interviennent directement sur l'expansion finale. Les calculs DTNL hydriques et thermiques pilotent la cinétique des expansions. Ces trois calculs sont couplés avec le calcul mécanique (calcul RGIB) [Seignol et al. 2009] [Seignol et al. 2012].

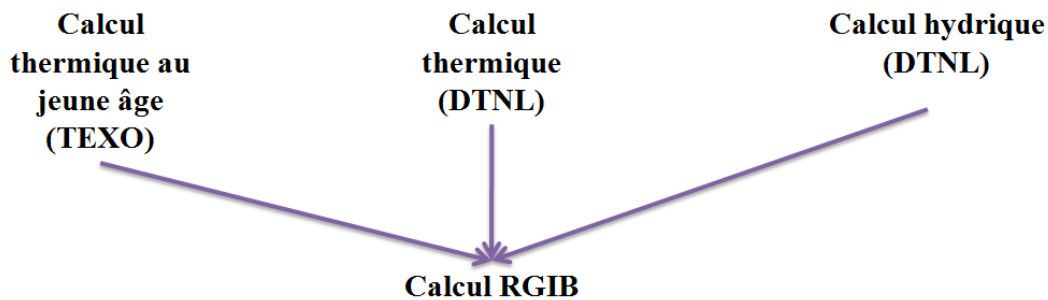


Figure A. 74 : Etapes d'un calcul RGIB

La prédiction des expansions dues à la RSI, dans le module RGIB, est basée sur la loi de Baghdadi [Baghdadi et al 2007] décrite dans la section 1.7.2. Il a néanmoins été remarqué que cette loi ne donne pas de bonnes prédictions dans le cas des courts traitements thermiques à hautes températures. Une nouvelle loi [Martin et al 2012] a été développée qui prend en compte la limite du premier modèle (voir section 1.7.3).

Cette loi s'écrit :

$$\left\{ \begin{array}{l} \varepsilon_{\infty} = \int_0^{t_m} \alpha(t) \cdot \left\{ \begin{array}{ll} 0 & \text{si } T(t) < T_0 \\ \exp\left(-\frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T(t)-T_0}\right) & \text{sinon} \end{array} \right\} dt \\ \text{avec } \left\{ \begin{array}{lll} \alpha(t) = \lambda \cdot \beta \cdot t_{\text{exp}}(t)^{\beta-1} ; & \lambda > 0 ; & \beta \in]0;1[\\ t_{\text{exp}}(t) = \int_0^t \left\{ \begin{array}{ll} 0 & \text{si } T(u) < T_0 \\ 1 & \text{sinon} \end{array} \right\} du \end{array} \right. \end{array} \right. \quad 28$$

Elle relie en chaque point l'amplitude du gonflement chimique potentiel imposé (ε_{∞}) aux résultats du calcul thermique TEXO au jeune âge $T(t)$.

Cette annexe présente les résultats des calculs réalisés après intégration de la nouvelle loi de Martin et al 2012 dans le module RGIB (code en langage Fortran) du code CESAR-LCPC.

L'intégration de cette nouvelle loi a été validée par des calculs analytiques, à l'aide du logiciel Scilab, pour plusieurs profils de température au jeune âge.

A.8-1 Hypothèses de calcul

Afin de valider l'intégration de la loi de Martin et al. 2012 par un calcul analytique, un cas simple a été testé afin de pouvoir comparer les résultats numériques et analytiques de la loi de Martin et al. 2012 ; il s'agit d'un cube de 1 m^3 [Figure A. 75].

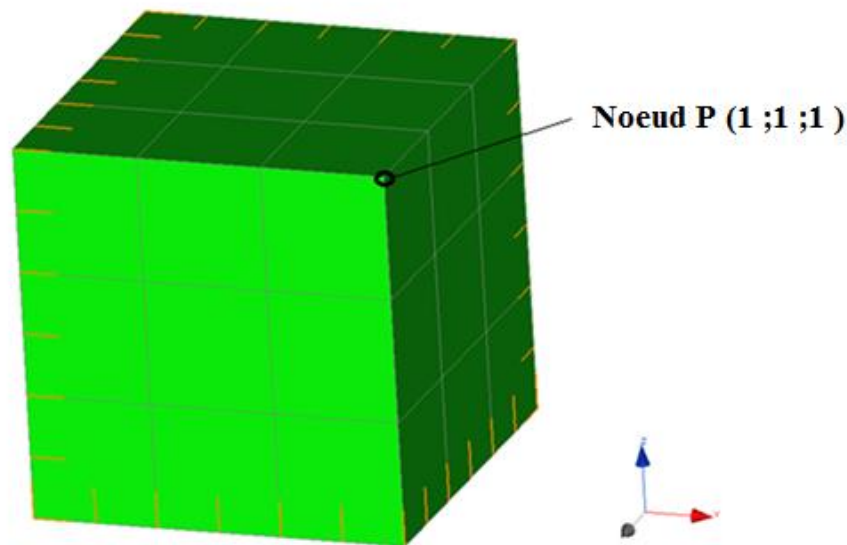


Figure A. 75 : Maillage et conditions aux limites mécaniques (cube 1 m^3)

Pour la validation de l'intégration de cette loi, on a étudié le gonflement libre du nœud (1 ; 1 ; 1). Les conditions aux limites mécaniques nécessaires pour avoir un gonflement libre au nœud (1 ; 1 ; 1) sont :

- Pas de prise en compte du poids propre du cube.
- Pas de chargement extérieur.
- Bloquer les déplacements des nœuds selon z du plan $z=0$.
- Bloquer les déplacements des nœuds selon y du plan $y=0$.
- Bloquer les déplacements des nœuds selon x du plan $x=0$.

Dans ce cas, les déplacements dans toutes les directions sont les mêmes pour le nœud (1 ; 1 ; 1). L'objectif est de comparer les gonflements obtenus à l'aide du calcul aux éléments finis et à l'aide d'une approche analytique.

A.8-2 Calcul thermique au jeune âge (TEXO)

Le module TEXO permet de calculer le champ de température dans un élément de béton au cours de la prise (hydratation).

Afin de comparer les résultats analytique et numérique, on a appliqué un champ de température extérieure sans prise en compte de l'exothermie de la réaction d'hydratation, en prenant une conductivité du béton très grande, pour que la température de tous les nœuds du maillage soit égale à la température extérieure appliquée. L'objectif final est d'avoir un champ de température constant et homogène, cela facilite le calcul de l'intégrale lors de la validation analytique. Plusieurs profils de température ont été testés ; on présente les 2 premiers profils :

- *Profil de température constant: température de 80°C pendant 300 heures*

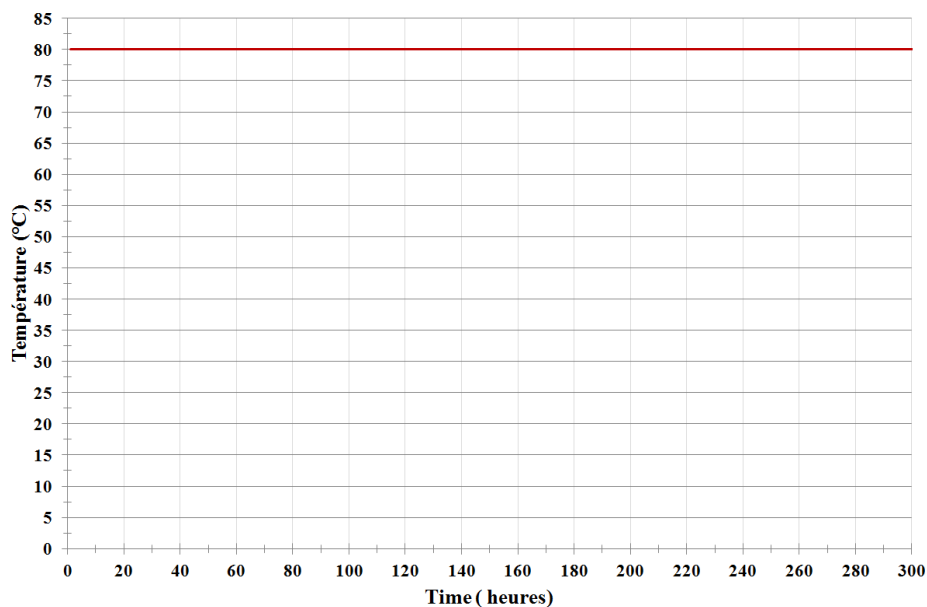


Figure A. 76 : Profil de température extérieure appliquée (profil 1)

- *Profil de température variable*

Le profil de température variable testé pour la validation de l'intégration de la nouvelle loi simule la température au cœur d'une pièce massive [Martin 2010].

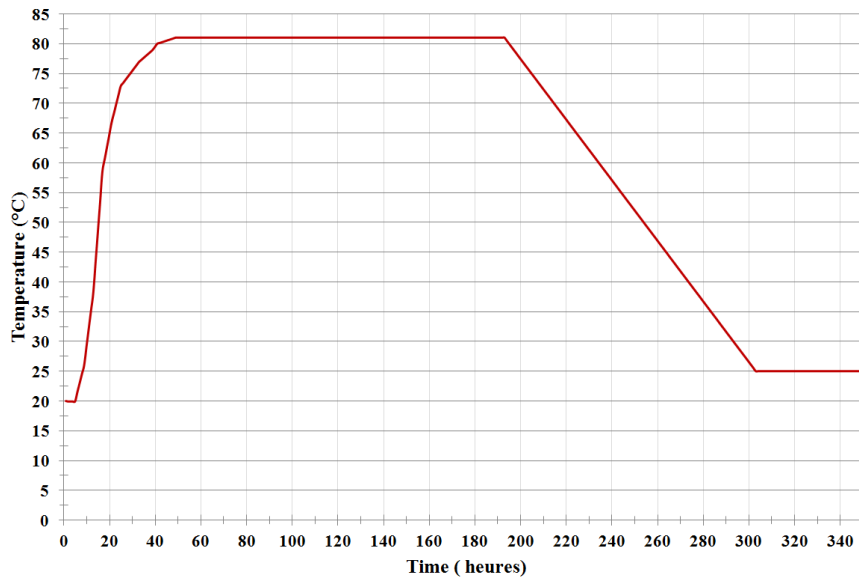


Figure A. 77 : Profil de température extérieure appliquée (profil 2)

Le calcul TEXO pour les deux cas donne les mêmes profils pour tous les nœuds du maillage (une conductivité très grande du béton a été choisie).

A.8-3 Calcul thermique non-linéaire (DTNL)

Le calcul DTNL thermique permet la résolution d'un problème de diffusion thermique non linéaire dans le code CESAR-LCPC. Pour tous les calculs, on suppose que la température extérieure initiale est constante, afin de négliger les flux de température à travers les surfaces extérieures. Le calcul simule le vieillissement des échantillons durant 100 mois à 38°C.

Le résultat du calcul thermique au nœud (1 ; 1 ; 1) est :

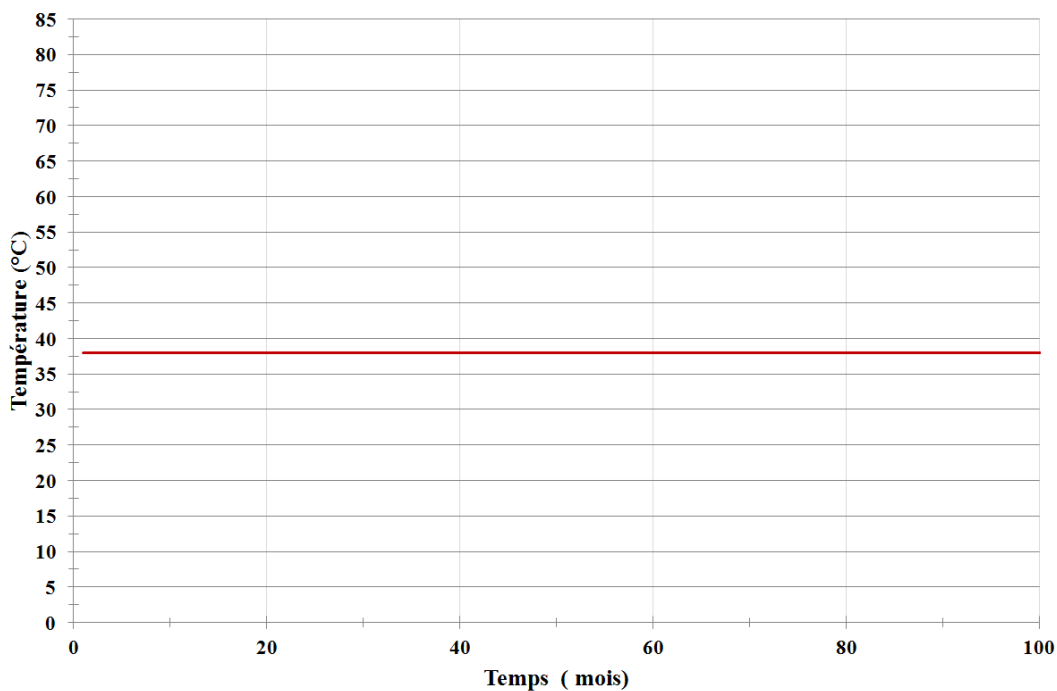


Figure A. 78 : Résultat du calcul DTNL thermique

A.8-4 Calcul hydrique non-linéaire (DTNL)

Le calcul DTNL hydrique permet la résolution d'un problème de diffusion hydrique non linéaire dans le code CESAR-LCPC. Les degrés de saturation initial et extérieur ont été fixés à 1 (milieu saturé). L'objectif est de simuler un gonflement maximal avec un taux de saturation constant égal à 1 afin de comparer les résultats numérique et analytique (pas de prise en compte des couplages entre expansion et degré de saturation).

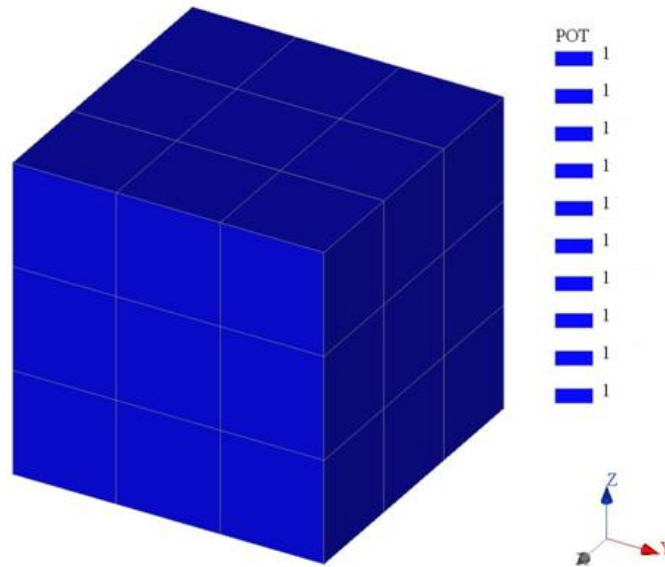


Figure A. 79 : Résultats du calcul hydrique (à 100 mois)

A.8-5 Calcul RGIB

Le calcul RGIB permet de coupler les calculs thermiques (TEXO et DTNL) et hydrique pour effectuer un calcul mécanique.

Le gonflement libre du cube a été calculé sur 100 mois (pas de temps= 1 mois). Les paramètres λ , β , E_a et T_0 du calcul RGIB choisis [Tableau 35] sont issus de l'étude de [Martin et al. 2012]. L'unité du paramètre λ du calcul de gonflement a été corrigée de s^{-1} [Martin et al. 2012] à $s^{-\beta}$.

$$\alpha(t) = \lambda \cdot \beta \cdot t_{exp}(t)^{\beta-1}$$

$\alpha(t)$ est en s^{-1} et β est un paramètre sans unité

$$s^{-1} = x \cdot s^{\beta-1}$$

Donc : β est en $s^{-\beta}$

Tableau 35: Paramètres du calcul RGIB

λ ($s^{-\beta}$)	β (-)	E_a (J/mol)	T_0 (°C)	τ_L (mois)	τ_c (mois)
0.2689	0.0463	407	43,3	0,1	0,5

Le calcul mécanique a été effectué avec un temps de latence τ_L et un temps caractéristique τ_C assez faibles afin de simuler une évolution rapide de la réaction (afin de gagner en temps de calcul). Il a la même unité que celle des pas de temps des calculs thermique et hydrique (ici en mois). τ_L et τ_C interviennent sur la cinétique de l'expansion et non sur l'expansion finale, donc le changement de ces deux paramètres n'a aucune influence sur le gonflement final et par voie de conséquence sur l'évaluation de l'intégration de la loi de Martin et al. 2012.

A.8-6 Résultats numériques

Le [Tableau 36] présente une synthèse des résultats des deux cas tests

Tableau 36 : Synthèse des résultats des deux cas tests

	Profil test 1	Profil test 2
Profil de température	<p>Profil de température</p>	<p>Profil de température</p>
Déplacement selon z du nœud P		
Déplacement selon y du nœud P		
Déplacement selon x du nœud P		

A.8-7 Comparaison entre les résultats numériques et analytiques

Le calcul analytique a été fait avec le logiciel Scilab. Un programme (scilab) a été réalisé pour un cas général, c'est à l'utilisateur d'entrer la température de traitement thermique, la durée d'échauffement, les vitesses d'échauffement et de refroidissement ainsi que les températures initiale et finale.

Le [Tableau 37] présente une comparaison entre les résultats numérique et analytique pour les deux cas tests :

Tableau 37 : Comparaison des résultats numériques et analytiques des deux cas tests

	Profil test 1	Profil test 2
Profil de température	<p>Profil de température</p>	<p>Profil de température</p>
Résultats gonflement libre	<p>Déplacement du noeud (1,1,1)</p>	<p>Déplacement du noeud(1;1;1)</p>
Résultat. numérique	18,721mm	34,94 mm
Résultat. analytique	18,701mm	34,90 mm
Erreur relative	0,1%	0,11%

L'erreur entre les résultats numérique et analytique est de l'ordre de 0,1%, ce qui nous paraît satisfaisant pour dire que l'intégration de la nouvelle loi est bien validée.

D'autres profils de température ont été testés, ils correspondent aux traitements thermiques appliqués par [Baghdadi 2008] et [Martin et al. 2012] pour établir la loi de couplage:

- 3D_70C : Traitement thermique à 70°C pendant 3 jours
- 3D_80C : Traitement thermique à 80°C pendant 3 jours
- 3D_85C : Traitement thermique à 85°C pendant 3 jours
- 1D_80C : Traitement thermique à 80°C pendant 1 jour
- 5D_80C : Traitement thermique à 80°C pendant 5 jours

Pour chaque cas, une température initiale et finale de 20°C et une vitesse d'échauffement et de refroidissement de 5°C/h. ont été appliquées. Le [Tableau 38] présente les résultats analytique et numérique :

Tableau 38 : Résultats d'expansion de la nouvelle loi Martin et al. 2012

		Analytique	Numérique	Ecart (num/anal)
Cas 1	3D_70C	1.02%	1.02%	0.00%
Cas 2	3D_80C	1.59%	1.59%	0.00%
Cas 3	3D_85C	1.83%	1.83%	0.00%
Cas 4	1D_80C	1.08%	1.08%	0.00%
Cas 5	5D_80C	1.87%	1.87%	0.00%

L'erreur est nulle pour tous les cas, alors que pour les deux premiers cas tests l'erreur était de l'ordre de 0.11%. Cela est expliqué par la différence du pas de temps choisi, qui est de 1 heure pour le premier calcul et 60 secondes pour les autres cas tests.

A.8-8 Interpolation de la durée d'exposition

Lors de l'intégration de la loi de Baghdadi 2008, le calcul du premier intervalle de temps pour lequel la température est supérieure à la température seuil T_0 pendant la chauffe et le refroidissement n'a pas été précisément pris en compte.

Le calcul prend bien en compte le premier intervalle de température supérieure à la température seuil T_0 , par contre, le modèle calcule l'expansion due à cet intervalle de température pour une durée d'exposition de $[t_1, t_2]$ et non $[t_0, t_2]$ [Figure A. 80]. Cette erreur, même si elle est minime, a été mise en évidence en comparant des résultats numériques et analytiques pour plusieurs vitesses pour la même durée de pas de temps. Les cas tests sont présentés dans la section A.8-8-1.

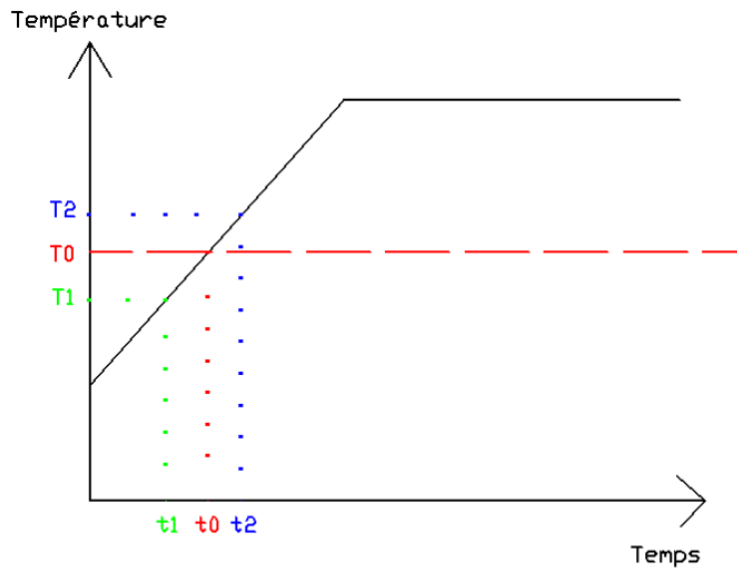


Figure A. 80 : le premier pas de temps de l'affectation des expansions

Cette erreur est nettement plus importante dans le cas du calcul des prédictions des expansions via la loi de [Martin et al. 2012], vu que la durée d'exposition, aux premiers pas de temps, a une influence importante sur la valeur de $\alpha(t)$ comme il est montré dans la [Figure A. 80]. Ceci nous a imposé d'interpoler la valeur de t_0 pour laquelle la température est égale à T_0 .

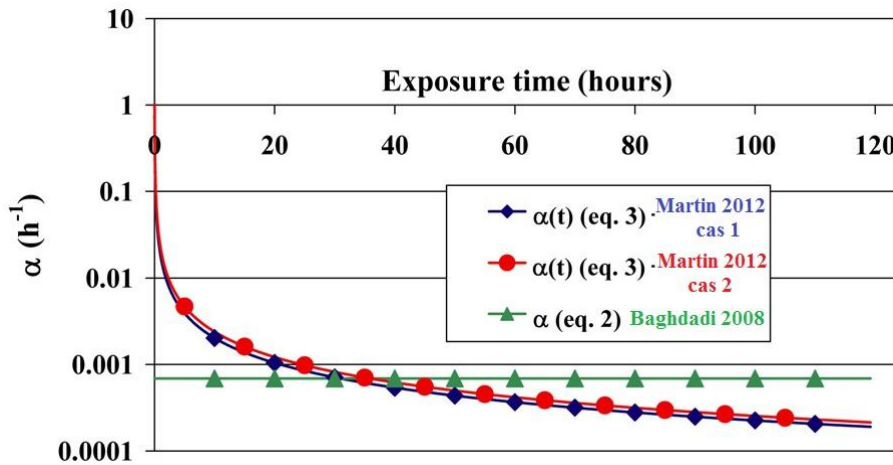


Figure A. 81 : Variation du paramètre $\alpha(t)$ selon les cas [Martin et al 2012]

Les cas tests pour la loi de [Martin et al. 2012] sont présentés dans la section A.8-8-2.

A.8-8-1 Loi de Baghdadi 2008

Un recalcul a été fait avec et sans interpolation de la valeur de t_0 pour deux vitesses de chauffe différentes (5°C/h et 15°C/h) afin de vérifier l'influence de cette erreur de calcul de la durée exact du temps d'exposition pour le premier pas de temps. Les résultats de ces calculs ne montrent pas de différence significative due à cette erreur quelle que soit la vitesse de chauffe et de refroidissement (cf. [Tableau 39] et [Tableau 40]), l'erreur est de l'ordre de 0.008% pour le calcul avec une vitesse de $v=15^\circ\text{C/h}$.

Tableau 39 : Résultats d'expansion de la loi de Baghdadi 2008 $v=5^\circ\text{C/h}$

		sans interpolation	avec interpolation	Ecart
Cas 1	3D_70C	0.83%	0.82%	1.22%
Cas 2	3D_80C	1.40%	1.40%	0.00%
Cas 3	3D_85C	1.67%	1.66%	0.60%
Cas 4	1D_80C	0.53%	0.53%	0.00%
Cas 5	5D_80C	2.28%	2.27%	0.44%
Erreur quadratique	-	-	-	0.008%

Tableau 40 : Résultats d'expansion de la loi de Baghdadi 2008 $v=15^{\circ}\text{C/h}$

		sans interpolation	avec interpolation	Ecart
Cas 1	3D_70C	0.80%	0.80%	0.00%
Cas 2	3D_80C	1.34%	1.34%	0.00%
Cas 3	3D_85C	1.57%	1.57%	0.00%
Cas 4	1D_80C	0.47%	0.47%	0.00%
Cas 5	5D_80C	2.21%	2.21%	0.00%
Erreur quadratique	-	-	-	0.00%

A.8-8-2 Modèle de Martin et al. 2012

L'intégration de la nouvelle loi de [Martin et al. 2012] a été testée avec et sans prise en compte de l'interpolation de l'instant t_0 . Les résultats ont été égaux pour une vitesse de 5°C/h avec et sans prise en compte de l'interpolation [Tableau 41] [Tableau 42].

Tableau 41 : Résultats d'expansion de la loi de Martin et al. 2012 $v=5^{\circ}\text{C/h}$ sans prise en compte de l'interpolation

		Résultat analytique	Résultat numérique sans prise en compte de l'interpolation	Ecart
Cas 1	3D_70C	1,02%	1,01%	0,98%
Cas 2	3D_80C	1,59%	1,58%	0,63%
Cas 3	3D_85C	1,83%	1,82%	0,54%
Cas 4	1D_80C	1,08%	1,07%	0,92%
Cas 5	5D_80C	1,87%	1,85%	1,07%
Erreur quadratique		-	-	0,01%

Tableau 42 : Résultats d'expansion de la loi de Martin et al. 2012 $v=5^{\circ}\text{C/h}$ avec prise en compte de l'interpolation

		Résultat analytique	Résultat numérique avec prise en compte de l'interpolation	Ecart
Cas 1	3D_70C	1,02%	1,02%	0,00%
Cas 2	3D_80C	1,59%	1,59%	0,00%
Cas 3	3D_85C	1,83%	1,83%	0,00%
Cas 4	1D_80C	1,08%	1,08%	0,00%
Cas 5	5D_80C	1,87%	1,87%	0,00%
Erreur quadratique		-	-	0,00%

Par contre, des calculs ont été réalisés avec une vitesse de 15°C/h, et la variation des résultats devient importante (par rapport au calcul avec une vitesse de 5°C/h) (cf. [Tableau 43] et [Tableau 44]) avec une erreur quadratique de 0.15%, ce qui nous a amenés à prendre en compte cette interpolation lors de l'intégration de la nouvelle loi de Martin et al. 2012.

Tableau 43 : Résultats d'expansion de la loi de Martin et al. 2012 v=15°C/h sans prise en compte de l'interpolation

		Résultat analytique	Résultat numérique sans prise en compte de l'interpolation	Erreur
Cas 1	3D_70C	1,39%	1,26%	9,35%
Cas 2	3D_80C	2,09%	1,95%	6,69%
Cas 3	3D_85C	2,44%	2,27%	6,96%
Cas 4	1D_80C	1,52%	1,37%	9,86%
Cas 5	5D_80C	2,39%	2,23%	6,69%
Erreur quadratique		-	-	0,15%

Tableau 44 : Résultats d'expansion de la loi de Martin et al. 2012 v=15°C/h avec prise en compte de l'interpolation

		Résultat analytique	Résultat numérique avec prise en compte de l'interpolation	Erreur
Cas 1	3D_70C	1,39%	1,39%	0,00%
Cas 2	3D_80C	2,09%	2,09%	0,00%
Cas 3	3D_85C	2,44%	2,44%	0,00%
Cas 4	1D_80C	1,52%	1,52%	0,00%
Cas 5	5D_80C	2,39%	2,39%	0,00%
Erreur quadratique		-	-	0,00%

Cette dépendance à la vitesse d'échauffement et de refroidissement des résultats pour la loi de [Martin et al. 2012] provient du nouveau paramètre α qui est une fonction du temps, et précisément pour le premier pas de temps pour lequel la température dépasse la température seuil T_0 . La [Figure A. 82] présente une comparaison des valeurs de α avec ou sans prise en compte de l'interpolation.

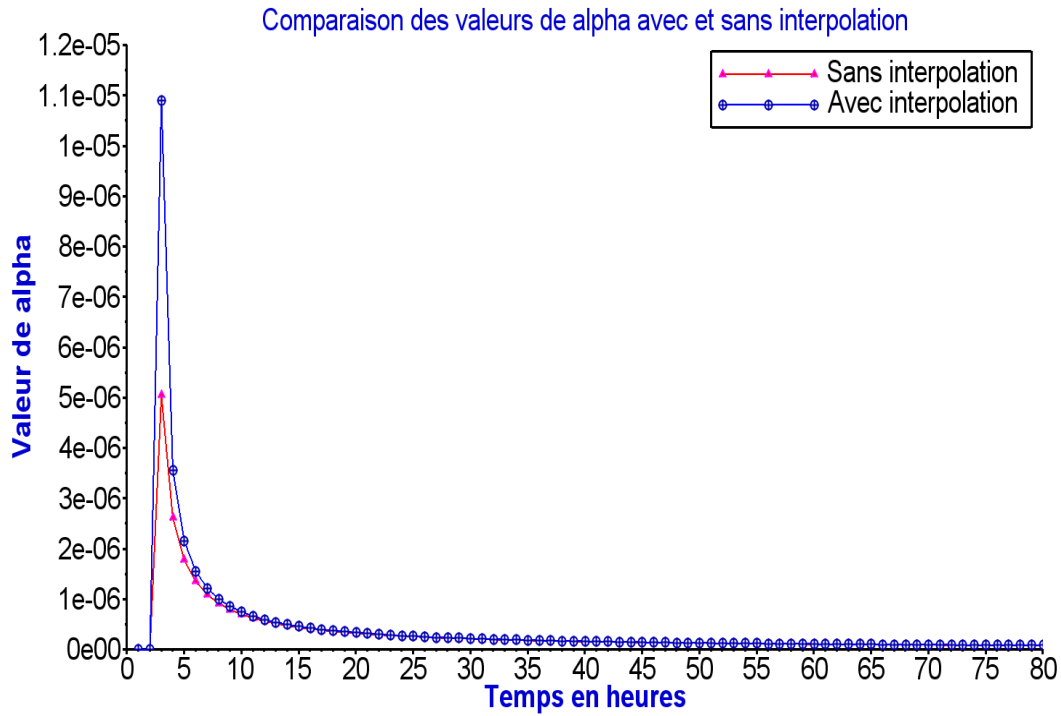


Figure A. 82 : Comparaison de la valeur de $\alpha(s^{-1})$

L'intégration d'une nouvelle loi de couplage issue des relations proposées en 4.8 pourra se faire de façon similaire, et s'appuyer sur les mêmes exemples de validation. De la même façon, une attention spécifique devra être apportée aux calculs d'intégrale de la température dans les phases où cette grandeur est rapidement variable.