

# Efficacité et comportement à long terme des produits colmateurs pour bétons

Nassim Timhadjelt

#### ▶ To cite this version:

Nassim Timhadjelt. Efficacité et comportement à long terme des produits colmateurs pour bétons. Génie civil. INSA de Toulouse, 2021. Français. NNT: 2021ISAT0019 . tel-03618881

### HAL Id: tel-03618881 https://theses.hal.science/tel-03618881

Submitted on 24 Mar 2022

**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.





### En vue de l'obtention du DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par l'Institut National des Sciences Appliquées deToulouse

Présentée et soutenue par

Nassim TIMHADJELT

Le 13 janvier 2021

Efficacité et comportement à long terme des produits colmateurs pour bétons

Ecole doctorale : MEGEP - Mécanique, Energétique, Génie civil, Procédés

Spécialité : Génie civil

Unité de recherche :

LMDC - Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions de Toulouse

> Thèse dirigée par Raoul FRANCOIS et Valérie L'HOSTIS

> > Jury

M. Richard GAGNE, Rapporteur M. Emmanuel ROZIERE, Rapporteur M. Wissem DRIDI, Examinateur M. Raoul FRANCOIS, Directeur de thèse Mme Valérie L'HOSTIS, Co-directrice de thèse M. Karim AÏT-MOKHTAR, Président

### **Remerciements**

Ces travaux de recherche ont été effectués au sein du Laboratoire LECBA du CEA Paris Saclay en collaboration avec le laboratoire LMDC de Toulouse, EDF et ENGIE.

Ces trois années de thèse ont été pour moi une expérience riche en rencontres et en challenges, c'est pourquoi je tiens à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à cette aventure.

Tout d'abord, j'adresse mes plus vifs remerciements à l'ensemble des membres du jury : Emmanuel Roziére (Centrale Nantes) et Richard Gagné (Université de Sherbrooke) qui ont accepté de rapporter ce travail de thése, et Karim Aït-Mokhtar (Université de La Rochelle) qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse. Je vous remercie pour l'ensemble de nos échanges ainsi que pour vos conseils et vos remarques pertinentes.

Mes remerciements vont à Nhu-Cuong Tran et Grégory Caratini (partenaire industriel), pour leur accompagnement et leur suivi.

Je tiens à remercier sincèrement Valerie l'Hostis et Raoul François, pour avoir remarquablement dirigé ses travaux de recherche. Je vous remercie particulièrement pour vos conseils pertinents ainsi que pour les discussions que nous avons partagées. Ce fut un réel plaisir de travailler avec vous pendant ces trois ans, durant lesquels j'ai énormément appris.

Ensuite, je souhaite remercier chaleureusement mes encadrants Wissem Dridi et Stéphane Poyet pour leur forte implication et leur disponibilité. Merci pour votre soutien, vos encouragements et votre confiance de tous les instants.

Je tiens également à remercier le personel du laboratoire LMDC pour m'avoir accueilli dans leurs locaux et aidé pour le montage et le suivi des essais de corrosion.

Merci pour l'accueil exceptionnel et chaleureux de la grande famille du laboratoire LECBA, je vous remercie profondément pour ces merveilleuses années passées à vos côtés.

Merci aux non-permanents du LECBA qui ont rendu mon quotidien au laboratoire meilleur. Mention spéciale à Caroline, David et Aliaksandra avec lesquels j'ai partagé tellement de rires et d'histoires. Je tiens à remercier également ma stagiaire Amel pour son excellent travail et son implication.

Pour finir, je te remercie Sarah pour ton soutien de tous les jours, ta patience et ton réconfort dans les moments de doute.

## Table des matières

Remerciements	3
Table de figures	9
Table des tableaux	15
Glossaire	17
Résumé	19
Abstract	21
Introduction générale	23
Chapitre I : Revue bibliographique	25
<ol> <li>Généralités sur les matériaux cimentaires         <ol> <li>Les matériaux cimentaires.</li> <li>Les matériaux cimentaires.</li> <li>Le Ciment portland</li> <li>L'hydratation</li> </ol> </li> <li>Les principales phases hydratées</li></ol>	27 27 28 29 29 29 29 29 29 29 30 31
<ul> <li>2. Propriétés de transport dans les matériaux cimentaires</li> <li>2.1 Diffusion d'un gaz à travers un matériau poreux – Généralités</li></ul>	32 33 34 34 34 34 34 35 36 37 37 37 38

2.5	Effet de la fissuration sur les phénomènes de transport	
3. Ca	arbonatation atmosphérique	39
3.1	Systèmes réactionnels	40
3.	1.1 Dissolution du dioxyde de carbone	40
3.	1.2 Carbonatation de la portlandite	41
3.	1.3 Carbonatation des silicates de calcium hydratés (C-S-H)	42
3.	1.4 Carbonatation des aluminates	43
3.2	Modèles de carbonatation	43
3.2	2.1 Modèle général	43
3.2	2.2 Modéle de Papadakis	43
3.2	2.3 Model Duracrete	44
4. C	orrosion des armatures	44
4.1 F	Processus de corrosion induite par carbonatation	45
4.2	Paramètres influant sur la corrosion	46
4.2	2.1 Effet de la fissuration sur la corrosion	46
4.2	2.2 Effet de la qualité d'interface acier/béton sur la corrosion (top bar effect)	47
4.2	2.3 Conditions environnementales	48
5. Pı	roduits de protection pour bétons	49
5.1	Les systèmes de protection et/ou de réparation des surfaces en béton	50
5.2	Les familles de produits colmateurs	51
5.2	2.1 Produits d'imprégnation	51
5.2	2.2 Produits d'imprégnation hydrophobe	51
5.	2.3 Revêtements	52
5.3	Efficacité des produits colmateurs	53
5	3.1 Efficacité vis-à-vis de la carbonatation	53
5	3.2 Efficacité vis-à-vis de la corrosion	55
5.4	Durabilité des produits colmateurs	56
6. Sy	ynthèse bibliographique et justification du programme expérimental	60
<b>Cha</b>	pitre II : Matériaux et méthodes	61
1. Pı	résentation du programme	63
2. M	latériaux et produits de protection	65
2.1	Les matériaux cimentaires	65
2.2	Les produits colmateurs	65
2.2	2.1 Sélection des produits	65
2.2	2.2 Protocole d'application des produits	66
2.	2.3 Impact des produits sur la porosité	66
3. C	onfection et conservation des échantillons	68
3.1	Echantillons cylindriques	68
3.2	Echantillons annulaires	68
3.3	Echantillons prismatiques	69
3.4	Poutrelles	70
4. Fi	issuration des échantillons	71
4.1	Ouvertures de fissures	71

4.2	Pré-fissuration par flexion 3 points	72
4.5	Dispositii « cœur expansii »	
5. Es	sai de diffusion et de perméabilité au gaz	75
5.1	Dimensionnement et préparation des échantillons	75
5.2	Essai de diffusion au gaz	76
5.2	2.1 Principe de l'essai	76
5.2	2.2 Modèle numérique d'interprétation des essais de diffusion	77
5.3	Essai de perméabilité au gaz	79
5.3	1.1 Principe de l'essai	79
5.3	2.2 Méthode d'interprétation des essais de perméabilité - Modèle analytique	79
6. Es	sai de carbonatation accélérée	80
6.1	Dimensionnement et préparation des échantillons	80
6.1	.1 Les échantillons non-fissurés	80
6.1	.2 Les échantillons fissurés (prismes centimétriques)	80
6.2	Dispositif et paramètres d'essai	81
7. Co	prrosion	83
7.1	Dispositif et conditions d'essai	
7.2	Scénarios de corrosion	
7.2	2.1 Scénario 1 : Initiation de la corrosion avant application des produits	84
7.2	2.2 Scénario 2 : Influence du chargement mécanique sur l'efficacité des produits	85
7.3	Méthodes de mesure et d'analyse de la corrosion	
7.3	.1 Mesure gravimétrique	85
7.3	5.2 Suivi de courant de corrosion	86
8. Vi	eillissement accéléré	89
8.1	Dispositif	90
8.2	Protocole de vieillissement accéléré	90
8.3	Caractérisation du vieillissement par spectroscopie ATR-FTIR	90
8.4	Diffusion gaz et carbonatation accélérée sur les matériaux vieillis	90
9. Ré	capitulatif du programme expérimental	91
Chap	pitre III : Impact des produits colmateurs sur les phéi	nomènes
de tra	ansport et de la carbonatation	93
1. Int	roduction	95
<b>a b</b>		04
2. Pr	e-selection des produits	96
3. Ma	atériaux non fissurés	97
3.1	Protondeur de pénétration des produits	
3.2	Impact des produits colmateurs sur la porosité	
3.3	Efficacité des produits vis-à-vis de la diffusion gazeuse	
3.3	.1 Influence du nombre de couches	102
3.3	1.2 Influence du type de matériau	102
3.4	Efficacité vis-à-vis de la perméabilité au gaz	103
3.5	Efficacité des produits vis-à-vis de la carbonatation accélérée	
3.6	Correlation entre la carbonatation accélérée et la diffusion gaz	

3.7 Durabilité des produits	109
3.7.1 Caractérisation du vieillissement par spectroscopie ATR-FTIR	110
3.7.2 Diffusion gaz	111
3.7.3 Carbonatation accélérée	112
3.8 Projections de durabilité	114
4. Influence des fissures	116
4.1 Diffusion gaz	117
4.1.1 Fissuration des échantillons annulaires	117
4.1.2 Effet de la fissuration et du chargement mécanique sur l'efficacité des produi	ts 118
4.2 Carbonatation accélérée	
5. Comparaison des produits	122
6. Conclusion	124

### Chapitre IV : Corrosion des armatures

### 125\_Toc69052357

1. Introduction	127
2. Etude de corrosion sur les échantillons prismatiques	128
2.1 Résultats des mesures gravimétriques	
2.1.1 Effet des produits colmateurs (scénario 1)	128
2.1.2 Effet du rechargement mécanique / réouverture de fissure (scénario 2	) 132
2.2 Résultats du suivi instantané de la corrosion	
2.2.1 Effet des produits colmateurs	138
2.2.2 Effet du rechargement mécanique / réouverture de fissure	147
2.2.3 Validation de la méthode	151
3. Etude de corrosion sur poutrelles	153
3.1 Top bar effect	
3.2 Effet des produit colmateurs	
3.3 Effet du rechargement mécanique / réouverture de fissure	
4. Conclusion	160
Conclusion générale et perspectives	161
Bibliographie	164
Annexes	178

## Table de figures

Figure 1 : Portlandite et C-S-H [5]	29
Figure 2 : Aiguilles d'ettringite [7]	30
Figure 3 : Schéma représentatif d'un matériau poreux [8]	30
Figure 4 : Evolution du pic de la porosité capillaire en fonction du rapport E/C des pât	es
de ciment CEM I [13], [14]	31
Figure 5 : Représentation des différents modes de transport par diffusion [20] [18]	33
Figure 6 : Evolution de la diffusivité du dihydrogène en fonction du degré de saturation	on
(pâte de ciment CEM I) [20], [26]	35
Figure 7 : Évolution du coefficient de diffusion effectif du dihydrogène en fonction de	la
porosité totale (%) [20]	35
Figure 8 : Influence de la porosité sur le coefficient de diffusion [21]	36
Figure 9 : Coefficient de diffusion du CO <sub>2</sub> et du O <sub>2</sub> en fonction de la porosité et du rappo	ort
e/c [21]	36
Figure 10 : Evolution de la perméabilité au gaz apparente dans une pâte de ciment CEM	1 I
en fonction du degré de saturation [32]	38
Figure 11 : Evolution de la perméabilité au gaz de deux pâtes de ciment (CEMI et CEM	V)
en fonction de leur e/c [32]	38
Figure 12 : Evolution de la perméabilité au gaz en fonction de l'ouverture de fissure [3	57]
	39
Figure 13 : Evolution du coefficient de perméabilité à l'eau en fonction de l'ouverture	de
fissure [41], [42]	39
Figure 14 : Diagramme de Pourbaix du fer/eau simplifié [43]	40
Figure 15 : Cinétique de carbonatation en fonction de l'humidité relative [44]	41
Figure 16 : Mécanisme de carbonatation de la portlandite [49]	42
Figure 17 : Schématisation de la Macrocell et Microcell corrosion [55]	45
Figure 18 : Taux de corrosion (mesuré à l'aide de la technique coulostatique, technique	de
résistance à la polarisation linéaire galvanostatique) en fonction de l'ouverture de fissu	ire
[62]	46
Figure 19 : Évolution du taux de corrosion dans les échantillons ayant différent	es
ouvertures de fissures résiduelles en fonction des cycles de pluie/séchage [69], [70]	47
Figure 20 : Schématisation des défauts qui peuvent être présents au niveau de l'interfa	.ce
acier/béton [78]	48
Figure 21 : Evolution de la vitesse de corrosion en fonction de l'humidité relative [79]	49
Figure 22 : Les méthodes de protection de surface : (a) imprégnation hydrophobe, (	(b)
imprégnation, (c) revêtement [91]	50
Figure 23 : Images (MEB) d'une surface avant traitement (a) et après traitement (b) av	ec
des silicates de sodium [93]	51
Figure 24 : Mécanismes d'hydrolyse et de polymérisation du silane dans les matériat	ux
cimentaires [94]	52

Figure 25 : Représentation schématique de (a) : couche d'eau adsorbée sur la surface du matériau cimentaire et (b) la résine de silicone fixée à la surface remplaçant la couche d'eau[95]......52 Figure 26 : Epaisseur carbonatée des bétons traités et non traités avec des produits d'imprégnation hydrophobe (Carbonatation accélérée : 20 % CO2, HR = 70%, 20 °c) [94] Figure 27 : Evolution du courant de corrosion (mesuré selon la norme ASTM G 109-07 [110]) de C-Ref et C-G400 [95]......56 Figure 28 : Comparaison des spectres XPS des revêtements à base d'époxy : (a) avant Figure 29 : Spectres FTIR des échantillons de revêtement PLA avant et après vieillissement Figure 30 : Epaisseurs carbonatées après : a) vieillissement naturel ; b) vieillissement Figure 31: Evolution de l'épaisseur carbonaté d'échantillons vieillis à différentes échéances Figure 33 : plan de découpe......67 Figure 37 : Application du vernis LACOMIT sur les extrémités des barres en acier......69 Figure 38 : Préparation des moules pour la confection des échantillons destinés à l'étude Figure 39 : Vérification de la position du témoin et de l'armature par tomographie aux ravons X......70 Figure 40 : Schémas d'une poutrelle 150×150×550 mm ......71 Figure 41 : Préparation des moules pour la confection des poutrelles ......71 Figure 42: Faciès de fissuration d'un aéroréfrigérants représentés en plan [138].....72 Figure 43 : Photos de la pré-fissuration d'éprouvette prismatique en flexion 3 points à l'aide Figure 45 : Schémas du montage « cœur expansif » à gauche et composés du « cœur expansif » à droite [139] ......74 Figure 46 : Photos du protocole de fissuration (a) et des échantillons fissurés (b) et reconstruction 3D par tomographie aux rayons X des anneaux fissurés (c)......75 Figure 47 : (a) : plan de découpe des échantillons ; photo : (b) de quelques disques traités par les différents produits et (c) : application de AI sur disque......75 Figure 51 : Simulations analytiques de l'évolution des concentrations d'O<sub>2</sub> et de N<sub>2</sub> dans les compartiments aval et amont au cours de l'essai de diffusion......78 

Figure 53 : Dispositif de l'essai de perméabilité au gaz
Figure 54 : Plan de coupe des échantillons
Figure 55 : Photo des échantillons lors de l'application des produits sur des échantillons
prismatiques (fissurés)81
Figure 56 : Photo de l'enceinte climatique Vötsch VC 0060
Figure 57 : Schéma de principe du dispositif de carbonatation accélérée présent au
1aboratoire [147]82
Figure 58 : (a) Longueur carbonatée à l'interface acier/mortier sur un échantillon fissuré ;
(b) épaisseur carbonatée sur un échantillon non fissuré
Figure 59 : Photos des prismes dans l'enceinte de pluie/séchage « ARIEL »83
Figure 60 : Photo des poutrelles mises dans le dispositif de pluie/séchage au LMDC 84
Figure 61 : Plan du scénario 184
Figure 62 : Plan du scénario 285
Figure 63 : Hypothèse prise en compte dans le calcul de la cinétique de corrosion86
Figure 64 : Schéma du montage électrique sur les échantillons centimétriques87
Figure 65 : Schéma du montage électrique sur les poutrelles87
Figure 66 : Modèle géométrique et maillage
Figure 67 : Photos du QUV90
Figure 68: Résultats de l'étude préliminaire pour la sélection des produits : (a) diffusion
gazeuse, (b) carbonatation accélère96
Figure 69 : Photo de la profondeur de pénétration de SC97
Figure 70 : Images MO (a) et MEB / EDS (b) d'un échantillon de mortier traité par de AI
Figure 71 : Photo de l'épaisseur du revêtement AC formé sur la surface de l'échantillon 99
Figure 72 : Distribution des volumes poreux en fonction des diamètres d'accès des pores
des échantillons de mortier100
Figure 73 : Distribution des volumes poreux en fonction des diamètres d'accès des pores
des échantillons de béton des TAR101
Figure 74 : Distribution des volumes poreux en fonction des diamètres d'accès des pores
des échantillons de pâte de ciment101
Figure 75 : Influence du traitement sur la diffusion des gaz (rapport de diffusion) dans les
mortiers traités
Figure 76 : Ratios de diffusion apportés par les produits sur les différents types de matériaux
(une face traité)103
Figure 77 : Variation de la perméabilité mesurée Kg en fonction de la pression appliquée :
détermination de la perméabilité intrinsèque Kv104
Figure 78 : Ratio de perméabilité des trois produis colmateurs104
Figure 79 : Corrélation des perméabilités intrinsèques Kv avec les coefficients de diffusion
gaz105
Figure 80 : Corrélation entre diffusion et perméabilité au gaz105
Figure 81 : Influence du traitement sur la cinétique de carbonatation accélérée (25°C, 55%
RH and 3% CO <sub>2</sub> )
Figure 82 : Comparaison entre la diffusion gazeuse et la carbonatation accélérée 108
Figure 83 : Echantillons vieillis à différents temps de vieillissement

Figure 84 : Spectres FTIR des échantillons AI avant le vieillissement et après plusieurs
durées de vieillissement
Figure 85 : Spectres FTIR des échantillons AC avant le vieillissement et après plusieurs
durées de vieillissement
Figure 86 : Évolution du coefficient de diffusion en fonction du nombre d'heures de
vieillissement
Figure 87 : Évolution de l'épaisseur carbonatée en fonction du nombre d'heure de
vieillissement
Figure 88 : Comparaison entre la diffusion gazeuse et la carbonatation accélérée avant et
après vieillissement
Figure 89 : Evolution du coefficient de diffusion en fonction du vieillissement naturel 115
Figure 90 : Estimation comparative du temps de carbonatation d'un enrobage de béton
lorsque les différents produits sont appliqués : a) sur une nouvelle construction ; b),c),d)
respectivement 10, 20 et 40 ans après la construction
Figure 91 : Exemple de l'état de fissuration d'un échantillon annulaire avec et sans
chargement : E1
Figure 92 : Scénario de l'étude
Figure 93 : Effet de la fissuration sur la diffusion de $O_2$
Figure 94 : Ratio de diffusion dans les échantillons fissurés
Figure 95 : Comparaison des ratios de diffusion dans les échantillons fissurés et non fissurés
120
Figure 96 : Evolution du ratio de diffusion en fonction du rechargement mécanique 121
Figure 97 · Longueurs carbonatées à l'interface acier/mortier à échéance de 90 jours de
carbonatation accélérée
Figure 98 · Longueur de carbonatation à l'interface acier/mortier par rapport à la racine
carrée du temps : (a) ouverture de la fissure de 100 µm : (b) ouverture de la fissure de 500
um 122
Figure 99 : Diagramme radar résumant l'efficacité des produits de protection sur les
mortiers
Figure 100 : Exemple de mesure des longueur corrodée et carbonatée sur un prisme
$7 \times 7 \times 28 \text{ cm}$ 128
Figure 101 · Evolution de la longueur corrodée à l'interface acier/mortier en fonction de la
durée d'exposition
Figure 102 · Evolution du rapport (longueur corrodée/longueur carbonatée) en fonction
de la durée d'exposition
Figure 103 · Evolution de la perte de masse en fer en fonction de la durée d'exposition 131
Figure 104 : Évolution de la vitesse de corrosion en fonction de la durée d'exposition aux
cycles de pluje (scénario 1)
Figure 105 · Valeurs des chargements et rechargements en fonction des ouvertures de
fissures correspondantes
Figure 106 · Evolution de la cinétique de corrosion après rechargement mécanique après 6
mois de corrosion de : (a) 2kN pour les ouvertures de 100 um et (b) 3kN pour les ouvertures
de 500 µm
r

Figure 107 : Valeurs du chargement initial et rechargement en fonction des ouvertures de
fissures correspondantes
Figure 108 : Évolution du  de la vitesse de corrosion en fonction du nombre de cycles pluie
après rechargement mécanique135
Figure 109 : Cycles d'ouverture/fermeture de fissures
Figure 110 : Évolution du  de la vitesse de corrosion en fonction du nombre de cycles pluie
(scénario 2)
Figure 111 : Evolution du courant de corrosion global estimé en fonction de la durée
d'exposition138
Figure 112 : Comparaison du courant de corrosion global estimé dans un échantillon traité
par SC avec celui d'un échantillon non traité (Ref-2)139
Figure 113 : Comparaison du courant de corrosion global estimé dans un échantillon traité
par AC avec celui d'un échantillon non traité (Ref-2)140
Figure 114 : Comparaison du courant de corrosion global estimé dans un échantillon traité
par AI avec celui d'un échantillon non traité (Ref-2)141
Figure 115 : Courant de corrosion instantané ( $I_{instantané}$ ) en fonction de la durée d'exposition
Figure 116 : Comparaison de la charge électrique cumulée dans les échantillons traités avec
celle des échantillons non traités (Ref-2)
Figure 117 : Perte de masse en fer en fonction de la durée d'exposition146
Figure 118 : Influence du rechargement mécanique sur le courant de corrosion global dans
un échantillon traité par AC et dans un échantillon non traité (Ref-1)148
Figure 119 : Influence du rechargement mécanique sur la courant de corrosion global dans
un échantillon traité par AI et dans un échantillon non traité (Ref-1)
Figure 120 : Influence du rechargement mécanique sur le courant de corrosion global dans
un échantillon traité par SC et dans un échantillon non traité (Ref-1)150
Figure 121 : Charge électrique cumulée des échantillons traités et non traités (Ref-1) –
Impact du rechargement mécanique
Figure 122 : Photos de l'inspection faite sur un échantillon destiné au suivi instantané de
corrosion
Figure 123 : Comparaison du résultat obtenu par le méthode de suivi de courant avec le
résultat de la mesure gravimétrique
Figure 124 : Photos des longueurs carbonatées au niveau des interfaces acier/mortier des
poutrelles : (a) Partie inférieure de l'interface acier/béton de la « Top bar » ; (b) Partie
supérieure de l'interface acier/béton de la « Bottom bar » 153
Figure 125 : Evolution du courant de corrosion global estimé en fonction de la durée
d'exposition
Figure 126 : Evolution de la charge cumulée en fonction de la durée d'exposition 155
Figure 127 : Evolution de la perte de masse en fer en fonction de la durée d'exposition 155
Figure 128 : Comparaison du courant de corrosion dans les échantillons traités par les
différents produits avec celui d'un échantillon non traité
Figure 129 : Comparaison des valeurs du chargement initial et du rechargement et les
ouvertures de fissures correspondantes

Figure 130 : Influence du rechargement mécanique sur le courant de corrosion	des
poutrelles	158
Figure 131 : Influence du rechargement mécanique sur la charge electrique cumulée	des
poutrelles	159
Figure 132 : Influence du rechargement mécanique sur la perte de masse en fer	des
poutrelles	159

### Table des tableaux

Tableau 1: Proportions des principaux constituants du clinker [2], [3]27
Tableau 2 : Epaisseur carbonatée (carbonatation accélérée : 20% CO2, HR =70%) des
échantillons (béton CEM II/B, E/C= 0,65) traités par différents produits d'imprégnation
à base de silice [97]53
Tableau 3: Les produits d'imprégnation hydrophobe étudiés [94]53
Tableau 4: Effet des produits de protection sur la carbonatation [99]55
Tableau 5 : Effet des produits de protection sur la corrosion d'armatures en acier [105]
[99] :
Tableau 6: : Formulation du mortier CEM I ( $e/c = 0.5$ )65
Tableau 7 : Composition élémentaire (%) des ciments : Couvrot (A) ; Le Teil (B)65
Tableau 8: Les produits colmateurs étudiés
Tableau 9 : Paramètres électrochimiques d'entrée    88
Tableau 10 : Estimation du gain sur le temps de carbonatation apporté par les produits
(équation 10)
Tableau 11 : Etat de fissuration (nombre et ouvertures) des échantillons annulaires 118
Tableau 12 : Calcul des indicateurs

## Glossaire

Terme / sigle / nomenclature	Définition
С-Ѕ-Н	Silicates de calcium hydratés
C <sub>3</sub> S	Silicate tricalcique (alite)
C <sub>2</sub> S	Silicate bicalcique (bélite)
C <sub>4</sub> AF	Aluminoferrite tétracalcique
СН	Portlandite
AFt	Trisulfoaluminate de calcium hydraté
AFm	Monosulfoaluminate de calcium hydraté
<u>5</u>	SO <sub>3</sub>
MEB	Microscope électronique à balayage
HR	Humidité relative
Alkyles	Groupements qui dérivent des alcanes par
	la perte d'un atome d'hydrogène
Groupement alcoxy	Espèce chimique de type monoradicalaire
	constituée d'un groupe alkyle lié à un
	atome d'oxygène
AC	Revêtement acrylique
AI	Imprégnation acrylique
SC	Crème de Silane

## <u>Résumé</u>

La corrosion est l'une des pathologies les plus graves affectant les structures en béton armé, elle est principalement causée par la pénétration d'agents agressifs tels que le  $CO_2$  dans le béton dans le cas de la corrosion induite par la carbonatation. Celle-ci est accélérée et amplifiée en présence de fissures et lorsque l'interface acier/béton est de mauvaise qualité. Pour limiter la pénétration du dioxyde de carbone, il est possible d'appliquer des produits de protection sur la surface du béton afin de colmater totalement ou partiellement les pores et les microfissures. Ces produits sont classés par la norme NF EN 1504-2 en trois familles et dans cette étude, un produit de chaque famille a été sélectionné :

- Produits de revêtement qui produisent une couche protectrice continue sur la surface : revêtement acrylique (AC)

- Produits d'imprégnation qui réduisent la porosité de la peau du béton : produit d'imprégnation acrylique (AI)

- Produits d'imprégnation hydrophobes qui créent une surface hydrofuge : produit à base de siloxanes (SC)

Ce travail a pour objectif d'évaluer l'efficacité et la durabilité des produits de protection de surface sélectionnés en étudiant leurs profondeurs de pénétration et leurs impacts sur la carbonatation, les propriétés de transport (diffusion et perméabilité aux gaz) et la corrosion. Dans cette optique, différents dispositifs expérimentaux (enceinte carbonatation, cellules de diffusion et de perméabilité) et instruments de caractérisation physico-chimique sont utilisés.

Cette étude a montré que ces produits apportent une contribution importante à la protection des surfaces des matériaux cimentaires contre la pénétration et la diffusion d'agents extérieurs agressifs tels que le  $CO_2$ . Ceci permet de retarder la carbonatation de l'enrobage de béton. Pour les échantillons fissurés, AI et AC, réduisent de manière significative la longueur carbonatée à l'interface acier/mortier. Ces deux produits semblent avoir à la fois un pouvoir protecteur sur les matériaux non fissurés et sont capables de colmater des fissures de quelques centaines de µm.

En ce qui concerne le suivi de corrosion, une nouvelle méthode expérimentale couplée à la simulation numérique (COMSOL) a été développée. Elle a permis de démontrer l'effet immédiat de l'application des produits ainsi que l'influence d'un rechargement mécanique.

En résumé, cette étude a permis de comparer l'efficacité et le comportement à long terme de trois produits de protection des surfaces en béton vis-à-vis de l'ensemble des phénomènes conduisant à la corrosion induite par carbonatation. Un produit se démarque, le revêtement acrylique (AC).

Mots clés : Corrosion, carbonatation, béton, revêtements, fissures.

## <u>Abstract</u>

Corrosion is one of the most serious pathologies affecting reinforced concrete structures, it is caused mainly by the penetration of aggressive agents such as  $CO_2$  into the concrete in the case of corrosion induced by carbonation. This is accelerated and amplified in the presence of cracks and when the steel/concrete interface is of poor quality. To limit the penetration of carbon dioxide, it is possible to apply protection products on the concrete surface to completely or partially seal pores and micro-cracks. These products are classified by the standard NF EN 1504-2 in three families and in this study, one product from each family was selected:

- Coating products that produce a continuous protective layer on the surface: acrylic coating (AC)

- Impregnation products that reduce porosity of the concrete skin: acrylic impregnation product (AI)

- Hydrophobic impregnation products that create a water repellent surface: siloxanes-based product (SC)

This work has the objective to evaluate the efficiency and the durability of the selected surface protection products by investigating their depths of penetration and their impacts on carbonation, transport properties (gas diffusion and permeability) and corrosion. With that in mind, different experimental devices (carbonation chamber, diffusion and permeability cells...) and physicochemical characterization instruments are used.

This study showed that these products make an important contribution to the protection of the surfaces of cementitious materials against the penetration and diffusion of aggressive external agents such as  $CO_2$ . This leads to a gain in the carbonation time of the concrete cover. For cracked samples, AI and AC, significantly reduce the carbonated length at the steel / mortar interface. These two products seem to have both a protective power on non-cracked materials and are capable of sealing cracks of a few hundred  $\mu$ m.

For instantaneous corrosion monitoring, a new experimental method coupled with numerical simulation (COMSOL) has been developed. It allowed us to demonstrate the immediate effect of the application of the products and the response to mechanical reloading.

To summarize, this study compared the effectiveness and long-term behaviour of three concrete surface protection products with regard to all phenomena leading to carbonation-induced corrosion. One product stands out, the acrylic (AC) coating.

Keywords: Corrosion, carbonation, concrete, coating, crack.

### Introduction générale

La corrosion des armatures est la principale pathologie des ouvrages en béton armé. Elle est induite par la pénétration d'agents agressifs (chlorures, dioxyde de carbone...) présents dans leur environnement. Le béton joue un rôle de protection des armatures. En effet, l'alcalinité de la solution porale leur assure un état passif et ainsi les protège de la corrosion. Toutefois, cette protection peut être affaiblie par le phénomène de carbonatation qui peut conduire à la dépassivation des armatures.

La présence des fissures influence fortement la corrosion induite par carbonatation des structures en béton armé en accélérant son initiation. Cela est dû, entre autres, au fait qu'elles favorisent la pénétration et la diffusion du dioxyde de carbone.

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre de la stratégie de maintenance/gestion (protection/réparation) du parc d'aéroréfrigérants (TAR) d'EDF et d'ENGIE. Ces tours sont des structures vieillissantes, et leurs surfaces extérieures sont potentiellement micro-fissurées et carbonatées, il existe donc un risque de corrosion des armatures. Ce travail a pour but de compléter les résultats obtenus dans le cadre de la thèse de Ghantous [1].

L'une des solutions envisageables pour protéger ces structures, est l'application de produits de protection à la surface. Ces derniers viendraient colmater les pores superficiels et / ou fissures, empêchant ainsi les agents extérieurs tel que  $CO_2$  présents dans l'air de pénétrer et de diffuser dans la matrice cimentaire.

Les travaux présentés ont pour but de décrire les phénomènes qui conduisent à la corrosion induite par carbonatation dans les TAR. Les différents paramètres qui peuvent influencer ces phénomènes sont également étudiés.

Dans ce qui suit, une brève description de chaque chapitre de ce manuscrit de thèse est donnée :

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique sur les phénomènes conduisant à la corrosion induite par carbonatation et sur les produits de protection des surfaces en béton ainsi que leur effet vis-à-vis de la carbonatation et / ou la corrosion. Cet état de l'art sur les produits colmateurs, a conduit à l'identification des différentes familles de produits présents sur le marché et de présélectionner des produits de chacune de ces familles afin d'évaluer leur efficacité au laboratoire.

Le deuxième chapitre décrit le programme expérimental mis en place et mené au laboratoire LECBA (CEA Paris-Saclay) et au laboratoire LMDC (INSA Toulouse). Tout d'abord, les méthodes utilisées pour la sélection des produits colmateurs sont décrites. Ensuite, les matériaux de l'étude sont présentés. Puis, le protocole de fissuration mis en place dans le but de reproduire les fissures présentes sur les surfaces des TAR est abordé.

Enfin, les différents essais réalisés (diffusion, perméabilité au gaz, carbonatation accélérée...) et les différents dispositifs utilisés pour leur réalisation sont décrits.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude de l'impact des produits colmateurs sur les phénomènes de transport et de carbonatation. La profondeur de pénétration / épaisseur de couche formée des produits colmateurs est investiguée. Puis leur impact sur la porosité est abordé. Ensuite, leur efficacité et comportement à long terme sont évalués. Des projections de durabilité sur plusieurs dizaines d'années sont proposées. Enfin, Dans le but de mieux évaluer l'efficacité des produits sur les ouvrages, l'effet de l'ouverture/refermeture des fissures induite en raison des phénomènes thermo-hydriques, de l'effet du vent et du tassement différentiel sera abordé.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude de l'efficacité des produits sur la corrosion. Les effets des produits du rechargement Tout d'abord. et mécanique (ouverture/refermeture) sur la corrosion des armatures en utilisant deux méthodes de suivi de corrosion : mesure gravimétrique et suivi de courant de corrosion sont abordés. Cette deuxième méthode a été développée durant ce projet de thèse. Il s'agit d'une méthode originale qui allie expérimentation et simulation numérique. Enfin, l'effet de la qualité de l'interface acier/béton est étudiée sur des échantillons décimétriques (15×15× 50 cm) avec deux lits d'armatures.

Chapitre I :

Revue bibliographique

#### 1. Généralités sur les matériaux cimentaires

#### 1.1 Les matériaux cimentaires

#### 1.1.1 Le Ciment portland

Le ciment est une poudre minérale très fine, constituée de silicates et d'aluminates de chaux qui s'hydratent en présence d'eau et qui durcissent progressivement à la suite de réactions chimiques. Sa fabrication se fait en plusieurs étapes :

- Extraction des calcaires (CaCO<sub>3</sub>) et argiles (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> SiO<sub>2</sub>) des carrières.
- Concassage des matériaux puis homogénéisation : 80% de calcaire / 20% d'argile.
- Cuisson dans un four jusqu'à 1450-1550°C.
- Refroidissement (trempe) du mélange, le clinker est alors obtenu.

Plusieurs réactions se produisent à la température de fusion (1450-1550°C) :

$4 \operatorname{CaO} + \operatorname{FeO}_3 + \operatorname{Al}_2\operatorname{O}_3 \ \rightarrow 4 \operatorname{CaO}, \operatorname{Al}_2\operatorname{O}_3, \operatorname{Fe}_2\operatorname{O}_3(\operatorname{C}_4\operatorname{AF})$	Équation 1
3 Ca0 + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> $\rightarrow$ 3 Ca0, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (C <sub>3</sub> A)	Équation 2
$2 \text{ CaO} + \text{SiO}_2 \ \rightarrow \ \text{Ca}_2 \text{SiO}_3 \ (\text{C}_2 \text{S})$	Équation 3
$3 \operatorname{CaO} + \operatorname{SiO}_2 \rightarrow \operatorname{Ca}_3 \operatorname{SiO}_5 (\operatorname{C}_3 \operatorname{S})$	Équation 4

Composants	Proportions
C <sub>3</sub> S (Silicate tricalcique ou Alite)	50 - 70 %
C <sub>2</sub> S (Silicate bicalcique ou Bélite)	15 - 30 %
C <sub>3</sub> A (Aluminate tricalcique ou Célite)	5 - 10 %
C <sub>4</sub> AF (Aluminoferrite tétracalcique)	5 - 15 %

Tableau 1: Proportions des principaux constituants du clinker [2], [3]

Le clinker (mélange obtenu) est broyé et une source de sulfates (gypse ou anhydrite) est ajoutée à hauteur de 3 à 5 %, ce dernier est indispensable car il permet la régulation de la prise du ciment. Cette dernière étape permet l'obtention du ciment Portland. D'autres éléments peuvent être ajoutés au clinker pour obtenir différents types de ciments :

- Fumée de silice : sous-produit de l'industrie du silicium composé de plus de 95 % de SiO<sub>2</sub> amorphe.
- Cendres volantes : fine poudre provenant de la combustion du charbon (SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).
- Laitier de haut-fourneau : sous-produit provenant de l'industrie métallurgique.
- Pouzzolane : roche volcanique de structure alvéolaire constituée de scories basaltiques.

#### 1.1.2 L'hydratation

#### 1.1.2.1 Hydratation du ciment Portland

L'hydratation est l'ensemble des réactions chimiques qui interviennent lorsque la poudre de ciment est mélangée avec de l'eau. Ces réactions chimiques se produisent en différentes étapes décrites pour la première fois en 1887 par Henri Le Chatelier [4]:

- 1. Les quatre constituants principaux du ciment (C<sub>3</sub>S, C<sub>2</sub>S, C<sub>3</sub>A et C<sub>4</sub>AF) se dissolvent.
- 2. L'eau de gâchage s'enrichit en calcium, silicium, aluminium, alcalins et sulfates. Il y a sursaturation de la solution vis-à-vis des phases hydratées.
- 3. La limite de sursaturation étant atteinte, il y a précipitation des hydrates (Portlandite (CH) et Silicates de calcium hydratées (C-S-H)).
- 4. Cette précipitation fait diminuer la concentration des espèces en solution et permet un nouveau passage en solution des composés anhydres.

#### 1.1.2.2 Hydratation des silicates

Au contact de l'eau (H), les  $C_3S$  se dissolvent très rapidement et conduisent à la précipitation de silicates de calcium hydratés (C-S-H) et de portlandite (CH). Les C-S-H formés présentent un rapport CaO/SiO<sub>2</sub> (C/S) variant entre 1,5 et 1,7. Pour un rapport de 1,7, le bilan de ces réactions peut s'écrire comme ceci [5] :

$$C_3S + H \rightarrow C - S - H + 1$$
, 3 CH Équation 5

Les  $C_2S$  ont une cinétique lente mais donnent les mêmes hydrates que les  $C_3S$ , seules les quantités diffèrent.

$$C_2S + H \rightarrow C - S - H + 0, 3 CH$$
 Équation 6

#### 1.1.2.3 Hydratation des aluminates

Le C<sub>3</sub>A est une phase qui réagit extrêmement vite en contact de l'eau. C'est pour cette raison que du sulfate de calcium est rajouté au clinker afin de ralentir et contrôler ces réactions d'hydratation qui conduisent à la formation de sulfoaluminate de calcium hydraté. Il s'agit le plus souvent de l'ettringite ( $C_6A\overline{S_3}H_{32}$ ) et de monosulfoaluminate de calcium hydraté ( $C_4A\overline{SH}_{12}$ ).

#### 1.2 Les principales phases hydratées

#### 1.2.1 La Portlandite Ca(OH)<sub>2</sub>

La Portlandite (hydroxyde de calcium) représente environ 25 % en volume des produits d'hydratation pour une pâte de ciment Potland (ou CEMI) durcie. Elle provient de l'hydratation des C<sub>3</sub>S et C<sub>2</sub>S. Elle se dissout et précipite dans les pores du matériau et contribue avec les alcalins (Na<sub>2</sub>O et K<sub>2</sub>O) à la basicité de la solution interstitielle du béton (pH = 12,5 à 13,5).

$$Ca(OH)_2 \leftrightarrow Ca^{2+} + 2OH^-$$
 Équation 7

L'équilibre chimique de la portlandite dans un milieu cimentaire sans présence d'alcalins s'établit à un pH de l'ordre de 12,45 à 25°C. Ce dernier monte à 13,5 en présence des bases alcalines. La portlandite cristallise sous forme de cristaux hexagonaux plus ou moins développés dans la pâte de ciment.

#### 1.2.2 Les silicates de calciums hydratés (C-S-H)

Les C-S-H sont les principaux composés et hydrates de la pâte de ciment après hydratation (Figure 1). Ils résultent de l'hydratation des  $C_3S$  et des  $C_2S$ . On les appelle également le « gel de C-S-H » à cause de leur caractère gorgé d'eau et le fait qu'ils ont un faible taux de cristallisation. Ils désignent un ensemble de particules contenant du calcium, du silicium et de l'eau. L'essentiel des propriétés mécaniques de la matrice cimentaire est apporté par les C-S-H.



Figure 1 : Portlandite et C-S-H [6]

#### 1.2.3 Autres phases

Il s'agit principalement des phases issues de l'hydratation des C<sub>3</sub>A et C<sub>4</sub>AF :

- L'ettringite (trisulfoaluminate de calcium hydraté ou AFt) (Figure 2)
- Le monosulfoaluminate de calcium hydraté (AFm)

Ces phases cristallisent sous forme d'aiguilles à base hexagonale et plaquettes hexagonales [7].



Figure 2 : Aiguilles d'ettringite [8]

#### 1.3 Structure poreuse des matériaux cimentaires

La porosité est un paramètre déterminant quant aux propriétés de transport des matériaux cimentaires. Cette porosité est d'autant plus influente quand elle est interconnectée [9]. La distribution porale est un paramètre tout aussi important.



Figure 3 : Schéma représentatif d'un matériau poreux [9]

La porosité P du matériau représente le rapport du volume des vides V sur le volume total de l'échantillon  $V_T$ :

$$P = \frac{V}{V_T}$$
Équation 8

Pour une pâte de ciment, on peut distinguer deux familles de pores : les pores capillaires et les pores des hydrates. La porosité des hydrates correspond à la porosité induite par la structure en « hérisson » des C-S-H. Il s'agit d'une porosité très fine (diamètre < 20 nm).

Powers [10] fait l'hypothèse que cette porosité des hydrates ne dépend pas du rapport eau/ciment et de l'état d'avancement de l'hydratation. Feldman et al [11] Daimon et al [12] distinguent deux gammes de pores dans la porosité des C-S-H : des larges pores intercristallites situés entre les particules du gel, et des petits pores intracristallites situés à l'intérieur des particules de C-S-H. Tennis et al [13] distinguent également une porosité inter-cristallite et une porosité intra-cristallite.

Les pores capillaires sont des pores de grand diamètre (supérieur à 10-30 nm) [10], définis comme l'espace entre les grains de ciment non comblé par les hydrates. La porosité capillaire forme un réseau continu de pores interconnectés. Le volume et la taille de ces pores décroit avec l'avancement de l'hydratation. Le rayon critique se situant au niveau du pic des pores capillaires et défini comme étant le rayon à partir duquel il se forme un chemin continu d'écoulement à travers le matériau. Il diminue avec le rapport eau/ciment (Figure 4) [14], [15]. Les pores capillaires influencent donc très fortement les phénomènes de transport dans les matériaux cimentaires.



Figure 4 : Evolution du pic de la porosité capillaire en fonction du rapport E/C des pâtes de ciment CEM I [14], [15]

Pour les mortiers et les bétons, les granulats apportent une autre porosité supplémentaire. Il s'agit d'une macroporosité qu'on peut assimiler aux pores de l'ITZ (Interface Transition Zone). Il s'agit d'une zone de transition formée à l'interface granulat / pâte [16].

#### 1.4 Quelques grandeurs caractéristiques de l'état hydrique des matériaux

#### cimentaires

L'état hydrique des matériaux cimentaires est un paramètre important et influe notamment sur les propriétés de transfert. Il peut être caractérisé par ces deux grandeurs : • La teneur en eau, qui correspond au rapport de la masse d'eau liquide  $(m_e)$  contenue dans le matériau sur sa masse à l'état sec  $(m_s)$ :

$$w = \frac{m_e}{m_s}$$
Équation 9

• Le degré de saturation  $S_{l_i}$  qui définit le taux de remplissage de la porosité du matériau par la phase liquide. Il est donné par le rapport du volume de liquide  $V_e$  sur le volume des vides ouverts  $V_o$ :

$$S_l = \frac{V_e}{V_o}$$
 Équation 10

L'eau occupe un volume important dans les matériaux cimentaires. Cette eau peut être classée selon Baroghel-Bouny [17] en :

- **Eau liée chimiquement**, il s'agit de l'eau consommée durant la phase d'hydratation, on la retrouve donc dans les hydrates combinés à d'autres éléments.
- **Eau adsorbée**, cette eau est adsorbée en couches moléculaires sur la surface solide des pores, sous l'action des forces de Van Der Waals (liaisons hydrogène).
- **Eau capillaire,** est constituée de la phase condensée remplissant le volume poreux au-delà de la couche adsorbée.
- Eau libre, est constituée de la phase condensée qui n'est plus dans le champ d'influence des forces superficielles et qui est en équilibre avec la phase gazeuse. Elle est présente notamment dans les pores de grande taille.

#### 2. Propriétés de transport dans les matériaux cimentaires

Les matériaux cimentaires sont des milieux poreux, contenant une phase liquide et une phase gazeuse qui sont en équilibre l'une par rapport à l'autre. Selon les conditions environnementales (humidité, pression), deux types de transferts de matière peuvent intervenir : la diffusion (transfert de matière sous un gradient de concentration) et l'advection (transfert de matière sous un gradient de pression).

#### 2.1 Diffusion d'un gaz à travers un matériau poreux – Généralités

La diffusion est définie comme étant le processus par lequel la matière est transportée d'une partie d'un système à une autre, en raison de mouvements moléculaires aléatoires (mouvements browniens) [18], [19]. Ce phénomène a été décrit et mis en équation par les lois de Fick [20].

$$\vec{J} = -D \ \vec{d} \iota \vec{v} \ [c]$$

$$\acute{e}quation 11$$

$$\acute{e}_{dt} = \ \vec{d} \iota \vec{v} \ [j]$$

$$\acute{e}quation 12$$

Avec D ( $m^2/s$ ) le coefficient de diffusion de l'espèce, sa concentration c ( $mol/m^3$ ) et le flux de matière J ( $mol/m^2/s$ ) et t le temps.

Les processus de diffusion dans un milieu poreux sont complexes. Pour un modèle de pores cylindriques, il est possible de distinguer au moins trois mécanismes de transport différents (Figure 5) [21], [22]:

- Diffusion de Knudsen
- Diffusion ordinaire
- Diffusion surfacique



Figure 5 : Représentation des différents modes de transport par diffusion [21] [19]

#### 2.1.1 Diffusion de Knudsen

La diffusion de « Knudsen » correspond à la diffusion de molécules gazeuses dans un milieu poreux où les collisions molécule / paroi sont prépondérantes. Elle se produit quand les dimensions des pores sont plus petites que le libre parcours moyen des molécules de gaz. Le coefficient de diffusion de Knudsen s'écrit [23] [24] :

$$D_{Kn} = \frac{2}{3} r_p \sqrt{\frac{8RT}{\pi M}}$$
 Équation 13

Avec :

 $D_{Kn}(m^2/s)$  le coefficient de diffusion de Knudsen ;  $r_p$  (m) le rayon du pore considéré comme cylindre ; R (J/mol/K) constante des gaz parfaits ; T (K) la température ; M(g/mol) la masse molaire du gaz.

#### 2.1.2 Diffusion ordinaire

La diffusion ordinaire est la diffusion de molécules gazeuses dans un milieu où les seules collisions prises en compte sont de type molécule / molécule. Elle est prédominante quand le libre parcours moyen des molécules de gaz est plus petit que le diamètre des pores, Le coefficient de diffusion normale ( $D_n$ ) peut s'écrire [22]–[24] :

$$D_n = \frac{1}{3} \sqrt{\frac{8RT}{\pi M}} \times \frac{RT}{N\pi d^2 P} = \frac{1}{3} \sqrt{\frac{8RT}{\pi M_i}} \lambda$$
 Équation 14

Avec

$$\lambda = \frac{\mathrm{RT}}{\mathrm{N}\pi d^2 P}$$
 Équation 15

N est le nombre d'Avogadro; P (Pa) la pression ; d le diamètre de la molécule de gaz,  $\lambda$  (m) le libre parcours moyen.

#### 2.1.3 Diffusion surfacique

En plus des deux types de diffusion décrits auparavant, la diffusion surfacique peut également se produire au même temps. Si les surfaces des pores sont actives, les molécules de gaz peuvent se diffuser le long des parois des pores par une succession de réactions d'adsorption-désorption d'un site actif à un autre. Ce type de diffusion dépend de nombreux paramètres dont, l'homogénéité de la surface, la température et l'enthalpie d'adsorption [21]. Dans les très grands pores, la diffusion surfacique devient négligeable.

#### 2.2 Paramètres influant sur la diffusion gazeuse

#### 2.2.1 Degré de saturation

Les propriétés hydriques du matériau, notamment son degré de saturation, ont un impact sur la diffusion gazeuse [21], [22], [25], [26]. Les résultats de Vu obtenus par des essais de diffusion  $H_2$  confirme la diminution du coefficient de diffusion avec l'augmentation du degré de saturation. Cette baisse est accentuée quand on se rapproche de la saturation (entre 80 et 100 %). Ceci s'explique par le fait que le gaz peut diffuser sous forme dissoute mais à une vitesse très faible (environ 10000 fois moins vite ) (Figure 6).



Figure 6 : Evolution de la diffusivité du dihydrogène en fonction du degré de saturation (pâte de ciment CEM I) [21], [27]

#### 2.2.2 Porosité

Selon plusieurs études, le coefficient de diffusion augmente globalement avec la porosité totale [21], [25], [26], [28]. Vu [21] a montré dans son étude, que le coefficient de diffusion de  $H_2$  croît linéairement avec la porosité des pâtes CEM I.



Figure 7 : Évolution du coefficient de diffusion effectif du dihydrogène en fonction de la porosité totale (%) [21]

Houst et Hittman [22] (Figure 8), ont montré que la diffusion d' $O_2$  et de  $CO_2$  est fortement dépendante de la porosité des pate de ciment CEM I étudiés.


Figure 8 : Influence de la porosité sur le coefficient de diffusion [22]

Lorsque la porosité augmente la densité de pores de grandes tailles augmente, ce qui conduit à une diffusivité plus élevée. Néanmoins, il est important de noter que l'augmentation de la porosité totale n'implique pas forcement une porosité plus grossière. C'est le cas notamment des matériaux avec des ajouts qui peuvent avoir une porosité élevée mais fine [25] et ont par conséquent une diffusivité faible.

## 2.2.3 Rapport eau / ciment (e/c)

L'effet du rapport e/c sur la diffusion gazeuse a fait l'objet de nombreux travaux [22], [30]. La (Figure 9) montre que le coefficient de diffusion de  $CO_2$  et  $O_2$  d'une pâte de ciment avec un e/c de 0,8 est 10 fois superieur à celui de la pâte avec un e/c de 0,4.



Figure 9 : Coefficient de diffusion du  $CO_2$  et du  $O_2$  en fonction de la porosité et du rapport e/c [22]

## 2.3 Perméabilité au gaz

La perméabilité est définie comme la capacité d'un matériau poreux à permettre aux fluides de le traverser sous un gradient de pression.

Pour les fluides incompressibles, le coefficient de perméabilité k ( $m^2$ ) est défini par la relation de Darcy [31] :

$$q = -\frac{k}{\mu} A \frac{dP}{dx}$$
 Équation 16

Avec : q (m<sup>3</sup>/s) le débit volumique du fluide ;  $\mu$  (Pa.s) viscosité dynamique du fluide ; dx épaisseur du matériau ; A (m<sup>2</sup>) section du matériau et dp/dx gradient de pression.

Lors d'un essai de perméation, la perméabilité aux gaz (k) d'un solide poreux est déterminée en utilisant la relation Hagen-Poiseuille pour l'écoulement laminaire d'un fluide compressible à travers un milieu poreux. Elle peut s'écrire comme suit [31], [32] :

$$k = \frac{2\mu LQ_0}{S} \frac{P_0}{P_I^2 - P_0^2}$$
 Équation 17

Avec :  $Q_0(m^3/s)$  flux volumique du fluide ; S (m<sup>2</sup>) surface de l'échantillon ; L (m) épaisseur de l'échantillon ; P<sub>I</sub>(Pa) pression d'entrée et P<sub>0</sub> (Pa) pression de sortie.

## 2.4 Paramètres influant sur la perméabilité au gaz

## 2.4.1 Degré de saturation

Le degré de saturation du matériau influence considérablement sa perméabilité au gaz. En effet, le coefficient de perméabilité diminue avec un taux de saturation élevé [31], [33], [34]. L'exemple de la (Figure 10) montre que le coefficient de perméabilité diminue de plus de 5 ordres de grandeur (de 10<sup>-15</sup> à 10<sup>-21</sup>) entre 0 et 100 % de saturation.



Figure 10 : Evolution de la perméabilité au gaz apparente dans une pâte de ciment CEM I en fonction du degré de saturation [31]

## 2.4.2 Rapport eau / ciment (e/c)

Le rapport e/c est un paramètre déterminant quant à la perméabilité au gaz des matériaux cimentaires. Plus ce rapport est grand plus la perméabilité du matériau sera grande [9], [31], [35]. Sur la (Figure 11), on constate une différence très importante (un ordre de grandeur) entre les valeurs de la perméabilité des pâtes de ciment ayant un e/c = 0,3 et celles avec un e/c = 0,5.



Figure 11 : Evolution de la perméabilité au gaz de deux pâtes de ciment (CEMI et CEMV) en fonction de leur e/c [31]

## 2.5 Effet de la fissuration sur les phénomènes de transport

La fissuration des matériaux cimentaires provoque l'augmentation de la perméabilité dans les matériaux cimentaires. De nombreux travaux [36]–[42] ont permis de constater que cette augmentation est d'autant plus importante quand l'ouverture de fissure est grande. Un exemple est illustré par la (Figure 12). Picandet et al [37] ont étudié l'effet de la

fissuration sur la perméabilité au gaz de différents bétons. Leurs résultats montrent que la perméabilité au gaz de tous les bétons étudiés augmente avec l'ouverture de fissure.



Figure 12 : Evolution de la perméabilité au gaz en fonction de l'ouverture de fissure [37]

Aldea et al. ; Wang et al. [41], [42] ont étudié l'effet de l'ouverture de fissure sur la perméabilité à l'eau. La (Figure 13) montre que le coefficient de perméabilité augmente avec l'ouverture de fissure. En effet, un écart de 7 ordres de grandeur (de  $10^{-9}$  à  $10^{-2}$  cm/s) est constaté entre un échantillon non fissuré et un échantillon fissuré avec une ouverture de fissure de 550 µm.



Figure 13 : Evolution du coefficient de perméabilité à l'eau en fonction de l'ouverture de fissure [41], [42]

## 3. Carbonatation atmosphérique

La carbonatation est un phénomène complexe qui se produit lorsque le dioxyde de carbone présent dans l'atmosphère diffuse sous forme gazeuse dans le matériau cimentaire à travers

les fissures et les pores superficiels. La carbonatation conduit à la dissolution des phases contenant du calcium (Ca(OH)<sub>2</sub>, C-S-H et ettringite) et donc à la perte de l'effet tampon. En effet, la portlandite assure le maintien d'un pH de 12,45 à 25°C et l'armature en acier se retrouve ainsi dans sa zone de passivation (Figure 14). Après la carbonatation, le pH de la matrice cimentaire descend en-dessous de 9,5 et provoque la dépassivation de l'acier. La corrosion peut ainsi s'initier si les conditions d'humidité et / ou présence de l'oxygène sont présentes. La carbonatation entraîne la corrosion généralisée des armatures.



Figure 14 : Diagramme de Pourbaix du fer/eau simplifié [43]

# 3.1 Systèmes réactionnels

## 3.1.1 Dissolution du dioxyde de carbone

La vitesse de carbonatation est maximale aux alentours de 50-70 % d'humidité relative (HR) (Figure 15) [44], [45]. Elle est très faible lorsque le matériau cimentaire est saturé en eau ou complétement sec. Car à faible HR, les réactions chimiques sont inhibées en raison du manque d'eau alors qu'à haute humidité relative, la diffusion du  $CO_2$  est limitée en raison de la saturation des pores du matériau (la diffusion de dioxyde de carbone en solution est 10000 fois plus faible qu'en phase gazeuse [46]).



Figure 15 : Cinétique de carbonatation en fonction de l'humidité relative [44]

Le  $CO_2$  se dissout dans la solution interstitielle pour donner des ions carbonate suivant les étapes suivantes [47] :

1) Formation de l'acide carbonique :

$$H_2O + CO_2 \leftrightarrow H_2CO_3$$
 Équation 18

L'acide carbonique (H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) se dissout dans l'eau en deux phases ( $HCO_3^-$  et  $CO_3^{-2-}$ ) comme indiqué dans les deux équations ci-après. La spéciation se fait en fonction du pH.

2) Formation de l'ion bicarbonate :

$$H_2CO_3 + OH^- \leftrightarrow HCO_3^- + H_2O$$
 Équation 19

3) Formation de l'ion carbonate (à pH basique) :

$$HCO_3^- + OH^- \leftrightarrow CO_3^{2-} + H_2O$$
 Équation 20

## 3.1.2 Carbonatation de la portlandite

L'acidification de la solution interstitielle provoquée par la dissolution du  $CO_2$  dans la solution interstitielle conduit à la dissolution des hydrates, en particulier la portlandite Ca (OH) <sub>2</sub>.

L'hydroxyde de calcium se dissout partiellement pour rétablir la basicité du milieu :

$$Ca(OH)_2 \leftrightarrow Ca^{2+} + 2OH^-$$
 Équation 21

Les ions calcium ainsi libérés précipitent avec les ions carbonates suivant la réaction [48] :

$$Ca^{2+} + CO_3^{2-} \leftrightarrow CaCO_3$$
 Équation 22

Ces mécanismes réactionnels sont souvent simplifiés et résumés en une équation bilan qui s'écrit :

$$Ca(OH)_2 + CO_2 \leftrightarrow CaCO_3 + H_2O$$
 Équation 23

La (Figure 16) illustre le mécanisme de carbonatation de la portlandite et l'intervention des trois phases : gazeuse, aqueuse et solide au cours du processus [49].



Figure 16 : Mécanisme de carbonatation de la portlandite [49]

## 3.1.3 Carbonatation des silicates de calcium hydratés (C-S-H)

La carbonatation du gel C-S-H entraîne la consommation des ions calcium du gel conduisant à la formation d'une silice amorphe.

La réaction du C-S-H avec le dioxyde de carbone entraîne la formation du carbonate de calcium et d'un gel de silice amorphe, et peut s'écrire comme suit [50] :

$$(CaO)_{\chi}(SiO_2)(H_2O) + xCO_2 \rightarrow xCaCO_3 + SiO_2(H_2O)t + (z-t)H_2O$$
 Équation 24

## 3.1.4 Carbonatation des aluminates

La décomposition par carbonatation de l'ettringite conduit à la formation de carbonate de calcium , du gypse et un gel d'alumine [51] :

## 3.2 Modèles de carbonatation

La cinétique de carbonatation dépend de plusieurs paramètres, les principaux sont : la porosité, le taux de saturation, la quantité de matière carbonatable, la concentration en  $CO_2$  et les conditions environnementales (l'humidité relative, la température...).

La carbonatation est gouvernée par la diffusion du  $CO_2$  à travers la zone carbonatée. La plupart des modèles de carbonatation existants sont basés sur la diffusion de  $CO_2$ . Quelques-uns d'entre eux sont décrit ci-dessous.

## 3.2.1 Modèle général

Le modèle de base le plus simple est basé sur la solution analytique de la première loi de Fick (en régime permanent) :

$$\mathbf{x}_{c}(\mathbf{t}) = \mathbf{k}\sqrt{\mathbf{t}}$$
 Équation 26

Avec:  $x_c(t)$  l'épaisseur carbonatée (mm), t le temps (ans) et k coefficient de carbonatation (mm/an<sup>0,5</sup>).

## 3.2.2 Modéle de Papadakis

Papadakis propose un modèle mathématique basé sur les processus physico-chimiques du phénomène de carbonatation. Ce modèle permet de lier la racine carrée du temps à la concentration de  $CO_2$  [ $CO_2$ ] et son coefficient de diffusion effectif dans le matériau carbonaté  $D_c(CO_2)$  et la concentration de la matière carbonatable dans le matériau [CaO] [52], [53] :

$$k_{Papadakis} = \sqrt{\frac{2 D_{c}(CO_{2})[CO_{2}]}{[CaO]} t}$$
Équation 27

Dans le cas d'un matériau totalement hydraté :

$$[CaO] = n[C_nSH] + [CH]$$
 Équation 28

L'intérêt de l'utilisation de ce modèle réside dans le fait qu'il est simple d'emploi.

## 3.2.3 Model Duracrete

Dans ce modèle, la profondeur de carbonatation  $x_c$  est exprimée selon la relation suivante pour une période de référence  $t_0$  [54] :

$$x_{c}(t) = \sqrt{\frac{2 k_{e} k_{c} D_{0} \Delta C}{a} \sqrt{t}} \left(\frac{t_{0}}{t}\right)^{w}$$
Équation 29

Avec : D le coefficient de diffusion effectif du  $CO_2$  (m<sup>2</sup>/s) dans le béton à la période de référence t<sub>0</sub>, prenant en compte l'évolution de la microstructure du béton avec la carbonatation ; a la quantité de matière carbonatable (kg/m<sup>3</sup>) lors d'une carbonatation complète (kg/m<sup>3</sup>) ;  $\Delta C$  le gradient de concentration du  $CO_2$  entre le matériau au niveau du front de carbonatation et le milieu extérieur (mol/m<sup>3</sup>) ; k<sub>e</sub> paramètre lié aux conditions environnementales (l'humidité relative...) ; k<sub>c</sub> paramètre lié aux conditions de cure du béton.

L'intérêt de ce modèle réside dans le fait qu'il intègre de nombreux paramètres, dont les conditions environnementales. Il est alimenté par des données issues du retour d'expérience des différents acteurs de la construction.

## 4. Corrosion des armatures

Les ouvrages en béton armé sont exposés à des environnements agressifs, et l'estimation de leur durée de vie est importante. La durabilité du béton est sa capacité à résister aux agents agressifs (chlorures,  $CO_2$ , etc.) et aux conditions environnementales extrêmes telles que les fortes variations de température, notamment les expositions aux cycles gel-dégel.

La corrosion des armatures est l'une des plus graves pathologies qui affectent les ouvrages en béton armé. Elle se produit lorsque des agents agressifs tels que les chlorures et le dioxyde de carbone pénètrent et diffusent dans la matrice cimentaire jusqu'à atteindre les armatures.

Dans le cas de la corrosion induite par carbonatation ou due aux chlorures, la dégradation peut être conceptualisée en deux phases, une phase d'initiation et une phase de propagation. Durant la phase d'initiation, les fronts de chlorures ou de carbonatation progressent dans la matrice cimentaire jusqu'à atteindre les armatures engendrant leur dépassivation, la corrosion peut alors être initiée. Durant la deuxième phase (phase de propagation), l'armature se corrode, et le caractère expansif des produits de corrosion va provoquer l'apparition d'une fissuration le long de l'interface acier-béton. Ce qui peut conduire à la délamination de l'enrobage.

# 4.1 Processus de corrosion induite par carbonatation

L'acier des armatures des bétons armés est un matériau thermodynamiquement instable qui a tendance à converger vers un état plus stable (oxyde). Dans un environnement basique comme le béton (pH =13), cet acier forme une couche passivante à sa surface et se trouve à l'abri de la corrosion (Figure 14). La chute du pH provoquée par la carbonatation engendre la dépassivation de l'armature, qui en présence d'eau et d'oxygène commence à se corroder.

La corrosion des armatures est un processus électrochimique. La réaction globale peut être divisée en deux demi-réactions, qui ont lieu simultanément à des endroits adjacents (cathode et anode), souvent très proches (quelques micromètres) on parle de « Microcell corrosion », ou séparés par des distances centimétriques « Macrocell corrosion » (Figure 17).



Figure 17 : Schématisation de la Macrocell et Microcell corrosion [55]

Les deux demi-réactions sont [56]-[58]:

• Réaction anodique (oxydation du fer) :

$$Fe \rightarrow Fe^{2+} + 2e^{-}$$
 Équation 30

- Réaction cathodique :
  - En présence d'oxygène :

$$O_2 + 2H_2O + 4e^- \rightarrow 4OH^-$$
 Équation 31

Cette réaction est la plus fréquente dans le cas des bétons carbonatés non saturés.

• En l'absence d'oxygène :

 $2H_2O + 2e^- \rightarrow 2 OH^- + 2H^+$ 

Équation 32

## 4.2 Paramètres influant sur la corrosion

## 4.2.1 Effet de la fissuration sur la corrosion

L'influence des fissures sur la corrosion des structures en béton armé a fait l'objet de nombreuses études [59]–[69]. Toutes s'accordent à dire que les fissures accélèrent l'initiation de la corrosion. Cela est dû, entre autres, au fait qu'elles favorisent la pénétration d'agents agressifs tels que le dioxyde de carbone et les chlorures.

En ce qui concerne l'effet de la fissure pendant la phase de propagation de la corrosion, deux écoles de pensée existent. D'une part, certains soutiennent que la présence de fissures et leur ouverture ont un effet sur la propagation de la corrosion [59]–[63]. C'est le cas de Otieno et al. [62] qui affirment que la fissuration accélère la corrosion induite par chlorures et la vitesse de corrosion augmente avec l'ouverture des fissures. Dans cette étude, l'effet du chargement/rechargement mécanique a été également étudié, les résultats montrent que le rechargement (réouverture de la fissure) accélère la corrosion des bétons armés en enlevant un éventuel « effet bouchon » en fond de fissure. Cela pourrait également s'expliquer par un endommagement de l'interface acier-béton suite au rechargement.



Figure 18 : Taux de corrosion (mesuré à l'aide de la technique coulostatique, technique de résistance à la polarisation linéaire galvanostatique) en fonction de l'ouverture de fissure [62]

D'autre part, d'autres études montrent qu'il y aurait uniquement un effet de la présence de fissures et non pas de l'ouverture de fissures [67]–[69].

Cependant, il est à noter que la grande majorité de ces travaux portent sur l'étude de la corrosion par chlorures. L'effet de la fissuration sur la corrosion induite par carbonatation

n'a pas fait l'objet de beaucoup d'études. Or, il s'agit de deux mécanismes complétement différents et qui ne peuvent donc pas être comparés.



Figure 19 : Évolution du taux de corrosion dans les échantillons ayant différentes ouvertures de fissures résiduelles en fonction des cycles de pluie/séchage [69], [1]

Ghantous [1] a étudié l'effet de l'ouverture de fissure sur la corrosion induite par carbonatation. Dans son étude des prismes armés et pré fissurés avec 3 ouvertures résiduelles de fissures différentes (100, 300 et 500  $\mu$ m) ont été mis dans une enceinte de carbonatation accélérée (3% CO<sub>2</sub>, HR=55 %, 25°C) pendant 28 jours. Ils ont été ensuite placés dans une enceinte de pluie/séchage (cycle : 30 minutes de pluie suivies de 72 heures de séchage). Les résultats de la (Figure 19) montrent que l'effet de la fissuration sur la cinétique de corrosion s'estompe après 60 cycles . Ces résultats peuvent peut-être s'expliquer par la formation de produits de corrosion qui colmatent le fond de fissure et qui limitent l'accès de l'oxygène et de l'eau aux armatures, ralentissant ainsi le processus de corrosion.

### 4.2.2 Effet de la qualité d'interface acier/béton sur la corrosion (top bar effect)

De nombreux travaux montrent que la qualité de l'interface acier/mortier a une influence majeure sur la corrosion. Les interfaces acier/béton sont souvent de mauvaise qualité. L'une des raisons, est qu'au moment du coulage du béton, des vides, bulles d'air et divers défauts se créent sous les armatures [70], [71]. Ceci est d'autant plus important avec la multitude des lits d'armature horizontales. En effet, le sens de coulage (horizontales) sont de plus mauvaise qualité que celles parallèles à ce dernier (verticales) [72], [73]. La hauteur joue également un rôle très important. Certains auteurs [74], [75], [76] montrent que les défauts sont plus importants sous les barres horizontales supérieures que celles situées en dessous par rapport au sens de coulage. Ce phénomène est appelé, top bar effect. La (Figure 20) est une schématisation de défauts qui peuvent être présent au niveau de l'interface acier/béton.



Figure 20 : Schématisation des défauts qui peuvent être présents au niveau de l'interface acier/béton [77]

## 4.2.3 Conditions environnementales

Le teneur en eau joue un rôle majeur dans le processus de corrosion. Elle influence ce processus de deux manières opposées. Une humidité relative élevée conduit à une baisse de la diffusion d'oxygène, ce qui provoque une baisse du taux de corrosion. Mais d'un autre côté, une teneur très élevée engendre une faible résistivité ce qui favorise la corrosion.

Tuutti [78] a observé un niveau maximal d'humidité relative d'environ 90 à 95% pour que la réaction cathodique se produise, car pour une humidité plus élevée, le coefficient de diffusion de l'oxygène serait inférieur à  $0.3 \times 10^{-8}$  m<sup>2</sup>/s, le courant d'échange cathodique est alors limité par la diffusion de l'oxygène (Figure 21).



Figure 21 : Evolution de la vitesse de corrosion en fonction de l'humidité relative [78]

Certaines études ont montré qu'un certain degré critique d'humidité relative existe, avoisinant les 60 %, au-dessous duquel aucune corrosion notable ne se produit [78], [79].

La température est un paramètre déterminant quant au processus de corrosion. Elle influence le degré de saturation, la résistivité du matériau et le comportement électrochimique [80], [81].

# 5. Produits de protection pour bétons

La durabilité des structures en béton armé est une problématique très importante à laquelle les industriels doivent répondre.

Les stratégies qui peuvent être adoptées pour améliorer cette durabilité sont nombreuses [82] :

- Protection des armatures en acier en appliquant un revêtement sur les aciers.
- Incorporation d'inhibiteurs de corrosion
- Méthodes électrochimiques [83]–[85]
- Protection de la surface du béton (enrobage).

Le revêtement directement appliqué sur les armatures et l'incorporation d'inhibiteurs de corrosion, ont un inconvénient majeur : ils ne peuvent pas être réalisés sur des ouvrages existants. En plus, l'effet de ces systèmes de protection est très controversé dans la littérature [86]–[88]. En ce qui concerne les méthodes électrochimiques, l'inconvénient majeur est le coût qui est relativement élevé comparé aux autres méthodes. Enfin, l'application des produits de protection des surfaces en béton offre un bon compromis entre pouvoir protecteur et coût. Dans cette étude nous allons nous intéresser uniquement aux produits de protection des surfaces en béton.

# 5.1 Les systèmes de protection et/ou de réparation des surfaces en béton

La norme NF 1504-2 [89] fournit les spécifications relatives aux produits et systèmes de protection des structures en béton. Les différents systèmes de protection sont classés en 3 méthodes (Figure 22) :

- Imprégnation hydrophobe (H) (§ 5.2.2)
- Imprégnation (I) (§ 5.2.1)
- Revêtement (C) (§ 5.2.3)



Figure 22 : Les méthodes de protection de surface : (a) imprégnation hydrophobe, (b) imprégnation, (c) revêtement [90]

Ces méthodes de protection sont utilisées pour les principes suivants :

Pour le Principe 1 (PI) : Protection contre les risques de pénétration

- 1.1 Imprégnation hydrophobe (H)
- 1.2 Imprégnation (I)
- 1.3 Revêtement (C)

Pour le Principe 2 (MC) : Contrôle de l'humidité

- 2.1 Imprégnation hydrophobe (H)
- 2.2 Revêtement (C)

Pour le Principe 5 (PR) : Résistance physique / Amélioration de la surface

- 5.1 Revêtement (C)
- 5.2 Imprégnation (I)

Pour le Principe 6 (RC) : Résistance aux produits chimiques

• 6.1 Revêtement (C)

Pour le Principe 8 (RI) : Augmentation de la résistivité par la limitation de la teneur en eau :

- 8.1 Imprégnation hydrophobe (H)
- 8.2 Revêtement (C)

En ce qui concerne la présente étude, seul le principe 1 (PI) est concerné.

Pour chaque méthode d'un principe donné, quelques prescriptions de performances sont définies.

# 5.2 Les familles de produits colmateurs

# 5.2.1 Produits d'imprégnation

Ce sont des produits destinés à réduire la porosité à la surface du matériau cimentaire. Les pores capillaires sont partiellement ou complètement remplis. Ces produits peuvent être de deux natures différentes, organiques ou inorganiques.

Les produits organiques sont de même nature que les revêtements (résine époxy, acrylique...) mais sont plus fluides, ce qui leur permet de pénétrer de quelques millimètres dans la surface du béton pour boucher les pores superficiels.

Les produits d'imprégnation inorganiques sont constitués le plus souvent de solutions aqueuses de silicate de sodium « water glass ». Les silicates de sodium pénètrent dans la matrice cimentaire et réagissent avec les ions  $Ca^{2+}$  en solution pour former des C-S-H secondaires (Figure 23) [91]:

## $Na_2SiO_3 + yH_2O + xCa(OH)_2 \rightarrow xCaO.SiO_2.yH_2O + 2NaOH$ Équation 33

Il en résulte une diminution de la perméabilité, de la dureté élevée et donc de la durabilité du béton.



Figure 23 : Images (MEB) d'une surface avant traitement (a) et après traitement (b) avec des silicates de sodium
[92]

# 5.2.2 Produits d'imprégnation hydrophobe

Ces produits sont destinés à créer une surface hydrofuge. La surface intérieure des pores est revêtue mais les pores ne sont pas remplis.

Les composés organiques utilisés comme agents hydrofuges sont le plus souvent les silanes et les siloxanes qui sont des polymères contenant trois groupes alcoxy, notés OR' et un groupement alkyl, noté R liés à un atome de silicium. Le groupe alcoxy fonctionnel du silicium réagit avec de l'eau et donne un groupe silanol réactif (hydrolyse).

Ces derniers se condensent pour former des polysiloxanes (résine de silicium) qui se fixent fortement sur la surface des produits d'hydratation au moyen de liaisons siloxanes covalentes (Figure 24 et Figure 25) [93], [94].



Figure 24 : Mécanismes d'hydrolyse et de polymérisation du silane dans les matériaux cimentaires [93]



Figure 25 : Représentation schématique de (a) : couche d'eau adsorbée sur la surface du matériau cimentaire et (b) la résine de silicone fixée à la surface remplaçant la couche d'eau[94]

## 5.2.3 Revêtements

Les produits de revêtement sont destinés à produire une couche protectrice continue à la surface qui va agir comme une barrière physique contre la pénétration d'agents agressifs. Les revêtements utilisés traditionnellement dans le secteur de la construction sont les résines époxy, acrylique et polyuréthane [95], [96].

Le revêtement acrylique a une bonne résistance aux alcalins et à l'oxydation, mais sa force de liaison et sa ductilité sont relativement faibles par rapport à la résine époxy. Le

polyuréthane a une meilleure performance dans la protection du béton avec une haute résistance aux attaques acides. Cependant, il n'est pas stable dans un environnement hautement alcalin. De plus, Les iso cyanates qui composent le polyuréthane sont nocifs pour la santé [92].

#### 5.3 Efficacité des produits colmateurs

## 5.3.1 Efficacité vis-à-vis de la carbonatation

De nombreux travaux ont été réalisés sur l'efficacité des produits colmateurs quant à la cinétique de carbonatation [93], [97]-[101].

Franzoni et al [97] ont évalué l'efficacité de différents produits d'imprégnation (I) à base de silice. Les deux produits les plus efficaces vis-à-vis de la carbonatation semblent être le silicate de sodium et le silicate d'éthyle. Les deux autres produits (nano silice et nano silice + silicate de sodium) n'ont montré aucune réduction de l'épaisseur carbonatée (Tableau 2).

II/B, E/C= 0,65) traités par différents produits d'imprégnation à base de silice [97]						
Echantillons	Epaisseur	Epaisseur carbonatée à 60				
	carbonatée à 5 jours	jours				
Non-traité	3,8 mm	11,1 mm				
Dispersion aqueuse de nano	2,0 mm	10,7 mm				
silice						
Silicate de sodium	0,0 mm	4,8 mm				
Mélange de silicate de sodium et	1,7 mm	11,1 mm				
d'une dispersion de nano silice						

Tableau 2 : Epaisseur carbonatée (carbonatation accélérée : 20% CO2, HR =70%) des échantillons (béton CEM

Zhang et al. [93] ont comparé l'efficacité de différents produits de protection hydrophobe (H) vis-à-vis de la carbonatation. Les différents produits étudiés sont décrits dans le (Tableau 3).

1,1 mm

3,9 mm

Tableau 3: Les produits d'imprégnation hydrophobe étudiés [94]					
Туре	Quantité de produit appliquée				
Echantillon non traité *					
Silane (crème)	400 g/m <sup>2</sup>				
Silane (gel)	100 g/m <sup>2</sup>				
Silane (gel)	400g/m <sup>2</sup>				
	3: Les produits d'imprégnation hydrophobe Type Echantillon non traité * Silane (crème) Silane (gel) Silane (gel)				

\* Béton (CEMI, E/C= 0,5, cure 28 jours)

Silicate d'éthyle

La (Figure 26) montre que l'épaisseur carbonatée est moins importante dans les échantillons traités. En effet, le béton traité avec du C-C400 (crème à base de silane) présente une épaisseur carbonatée de 5 mm à 28 jours, soit deux fois moins que l'échantillon non traité [93].



Figure 26 : Epaisseur carbonatée des bétons traités et non traités avec des produits d'imprégnation hydrophobe (Carbonatation accélérée : 20 % CO2, HR = 70%, 20 °c) [93]

Li et al ont comparé l'efficacité de quelques revêtements organiques (C) (EP : époxy, PO : polyuréthane et CR : caoutchouc chloré) vis-à-vis de la carbonatation.

Les échantillons traités et non traités ont été soumis à une carbonatation accélérée (20 %  $CO_2$ , HR = 70%, 20 °C). Leurs résultats (Figure 30) montrent que les produits de revêtement testés permettent la réduction de la profondeur de carbonatation par rapport aux échantillons non-traités après 28 jours de carbonatation accélérée (le premier point à t = 0 sur ces graphes). L'importance du nombre de couches a été mise en évidence également. En effet, les éprouvettes revêtues d'une seule couche ont une épaisseur carbonatée de 8 mm alors que ceux traités par deux couches ont 4 mm de carbonatation à la même échéance (t = 0).

Pan et al [99] ont regroupé les résultats de différents travaux qui traitent l'efficacité des produits de protection appartenant aux 3 grandes familles (imprégnation (I), imprégnation hydrophobe (H) et revêtement (C)) vis-à-vis de la carbonatation (Tableau 4).

Travaux	Nature du produit de protection	Effet sur l'épaisseur carbonatée	
Moon et al [100]	Silicate de calcium	Réduction de 26 à 53 %	
Franzoni et al [97];	Silicate de sodium	Réduction de 60 à 90 %	
Ibrahim et al. [102]			
Ibrahim et al. [102]	Silane/siloxane	Réduction d'environ 20 %	
Ibrahim et al. [102]	Résine silicatée	Réduction d'environ 20 %	
Ibrahim et al. [102]	Silane/siloxane + revêtement	Réduction de 100 %	
	acrylique		
Ibrahim et al. [105];	Acrylique	Réduction de 100 %	
Pigino et al. [103]			
Franzoni et al [97]	Silicate d'éthyle	Réduction de 40 à 80 %	
Franzoni et al [97]	Nano silice	Réduction de 14 à 47 %	

Tableau 4: Effet des produits de protection sur la carbonatation [99]

Pour résumer l'efficacité des 3 familles vis-à-vis de la cinétique de carbonation, elle peut étre classée comme suit : Revetement (C) > imprégnation (I) > imprégnation hydrophobe H).

## 5.3.2 Efficacité vis-à-vis de la corrosion

De nombreuses études montrent que l'application des produits colmateurs permet une réduction de la cinétique de corrosion des armatures en acier des bétons armés [104]–[106].

Cependant, la quantification d'une cinétique de corrosion est complexe et souvent basée sur des hypothèses non réalistes, telle que la corrosion uniforme, une polarisation identique des zones anodiques et cathodiques, des surfaces anodiques indéterminées pour le calcul de la densité de corrosion et l'ensemble en utilisant des échantillons non représentatifs des structures réelles. Ainsi, les densités de courant de corrosion issues de différents travaux de la littérature peuvent ne pas être directement comparables.

Ibrahim et al ont étudié l'effet de différents produits sur la corrosion des armatures en acier, comme indiqué dans le (Tableau 5). Le temps d'initiation de la corrosion est multiplié par 22 en appliquant un revêtement acrylique par rapport au non traité.

-	1	
Nature de produit	Temps d'initiation de la	Densité de courant de
	corrosion des armatures	corrosion ( $\mu$ A/cm <sup>2</sup> )
	(jours)	
Non-traité	10	0,328
Silicate de sodium	12	0,286
Solution de silice	40	0,31
Silane/Siloxane	55	0,193
Silane	340	0,0058
Revêtement acrylique	225	0,0061

Tableau 5 : Effet des produits de protection sur la corrosion d'armatures en acier [105] [99] :

Cependant, l'efficacité d'une famille de produits en particulier, l'imprégnation hydrophobe est controversé. En effet, Tittarelli et al [107] ont montré que malgré une bonne efficacité sur un béton non fissuré, le silane accélérait la corrosion des armatures d'acier d'un béton fissuré. La raison avancée est que la diffusion de l'oxygène est plus rapide après l'asséchement des parois de la fissure et de la désaturation de la porosité superficielle dû au traitement hydrophobe. Ce qui conduirait à une corrosion plus active.

Zhang et al. [108] se sont intéressés à l'effet de produits d'imprégnation hydrophobe sur la corrosion. L'essai et le suivi de corrosion a été réalisé selon la norme ASTM G 109-07 [109]. La (Figure 27) montre que la densité de courant de corrosion ( $I_{corr}$ ) du béton traité avec le C-G400 reste constant avec des valeurs très basses (< 0,1 µA/cm<sup>2</sup>) contrairement à celui de l'échantillon non traité qui augmente fortement et atteint 0,5 µA/cm<sup>2</sup> après 48 semaines.



Figure 27 : Evolution du courant de corrosion (mesuré selon la norme ASTM G 109-07 [109]) de C-Ref et C-G400 [94]

## 5.4 Durabilité des produits colmateurs

La durabilité des produits de protection à fait l'objet de nombreuses études [98], [104], [110]–[122]. Elle a un impact important sur celle des surfaces en béton traitées. Il y a de nombreux paramètres influents, tels que la température, les cycles d'humidification/séchage et le rayonnement ultraviolet.

Vries et Polder [115] se sont intéressés à la durabilité des produits d'imprégnation hydrophobes tel que les silanes, siloxanes. Ils ont montré que le taux d'absorption d'eau pour le béton traité a augmenté considérablement après 30 minutes de stockage à 160 °C.

La température a une grande influence sur la perméabilité d'agents agressifs tels que les ions chlorure. Jones et al. [110] ont montré, que les silanes étaient sensibles à la

température. Ils ont constaté que le silane résiste bien à la diffusion l'ions chlorure à 20 °C. Cependant, ses performances diminuent sensiblement à 45 °C. La raison principale est que la résine polysiloxane formée sur les parois des pores est sensible à la température.

Une autre étude a montré que le silane était également sensible au rayonnement UV. Levi et al. [123] ont observé que l'efficacité du silane diminue fortement après une exposition aux ultraviolets.

Al-Turaif [117] a étudié le vieillissement d'un revêtement à base de résine époxy et a observé d'importantes modifications à l'échelle moléculaire du polymère. La (Figure 28) présente les résultats d'analyse XPS réalisée avant et après une exposition aux UV d'une durée de 250 heures. Ces résultats montent que la concentration des groupes C-C et C-O a diminué, tandis que celle des groupes C=O et COO a augmenté après le vieillissement. Ce qui signifie une dégradation du revêtement.



Figure 28 : Comparaison des spectres XPS des revêtements à base d'époxy : (a) avant l'exposition, (b) après 250 h d'exposition aux UV [117].

Plusieurs études [124]–[129], se sont intéressées à la caractérisation du vieillissement de revêtements par spectroscopie FTIR. Elles ont montré que les principaux changements observés dans les spectres IR se situent dans le domaine spectral des liaisons C-O (600 cm<sup>-1</sup> – 1500 cm<sup>-1</sup>), C=O (1500 cm<sup>-1</sup> – 1800 cm<sup>-1</sup>) et -OH (3000 cm<sup>-1</sup> – 3600 cm<sup>-1</sup>).



Figure 29 : Spectres FTIR des échantillons de revêtement PLA avant et après vieillissement UV [124]

Les changements de la structure chimique révélés, induisent une fragilisation du revêtement et donc la dégradation des propriétés de protection. Kaplan et al [124] ont montré que l'exposition à un rayonnement UV combiné à de l'humidité et à une température élevée conduit à la détérioration des polymères utilisés comme revêtement de protection de surface en béton.

Li et al [98] ont étudié la durabilité de quelques revêtements en les exposant a des conditions de vieillissement, naturelles et accélérées (Figure 30). Les résultats montrent que les échantillons revêtus d'une seule couche de produit ont une épaisseur carbonatée fortement augmentée après 8 mois d'exposition en conditions naturelles et après 240 heures d'exposition aux ultraviolets contrairement à ceux traités avec deux couches de produits qui affichent une durabilité plus importante.



Figure 30 : Epaisseurs carbonatées après : a) vieillissement naturel ; b) vieillissement accéléré (exposition aux ultraviolets) des échantillons traités [98]

Beushausen et al [130] ont étudié l'efficacité de produits acryliques vis-à-vis de la carbonatation accélérée ayant subi un vieillissement aux rayonnement UV. La Figure 31 montre une amélioration des performances des produits après vieillissement.



Figure 31: Evolution de l'épaisseur carbonaté d'échantillons vieillis à différentes échéances [130]

# 6. Synthèse bibliographique et justification du programme

# expérimental

La présence de fissures accélère l'initiation de la corrosion des structures en béton armé [56] – [66]. Cela est dû, entre autres, au fait qu'elles favorisent la pénétration et la diffusion d'agents agressifs tels que le dioxyde de carbone et les chlorures. Cette initiation en fond de fissure pose la question de la durabilité des tours aéroréfrigérantes, d'où l'intérêt de l'application de produits de protections des surfaces en béton capables de colmater les fissures.

L'état de l'art sur les produits de protection pour béton a conduit à l'identification des différentes familles de produits présents sur le marché. La norme NF 1504-2 [89] classe ses produits en 3 familles : imprégnation (I), imprégnation hydrophobe (H) et revêtement (C). Cet état de l'art a permis de présélectionner des produits de chacune de ces familles afin d'évaluer leur efficacité au laboratoire :

- Un produit d'imprégnation-minéralisateur (silicate de lithium)
- Un produit d'imprégnation-organique (acrylique)
- Un produit d'imprégnation hydrophobe (crème à base de silane / siloxane)
- Un revêtement (peinture acrylique)

Dans la littérature, de nombreuses études [94], [97]–[100], [103], [105], [108] ont montré l'effet bénéfique de ces produits sur des matériaux sains (non-carbonatés et non-fissurés) vis-à-vis la carbonatation et/ou la corrosion. Cependant, leur efficacité sur des matériaux vieillissants, carbonatés et / ou fissurés reste à étudier. Par conséquent, ce travail de thèse a pour objectifs de répondre à ces problématiques en évaluant l'efficacité des produits sur des matériaux sains (ouvrages neufs) mais également sur matériaux vieillis et ou fissurés (tours aéroréfrigérants).

Une fois les produits appliqués sur les surfaces des structures en béton armés, leur durabilité doit être étudiée. De nombreux auteurs [111], [117]–[131] se sont intéressés à la durabilité des produits colmateurs. Certains auteurs ont montré une dégradation notable des revêtements en caractérisant le vieillissement par spectroscopie infrarouge. D'autres, montrent une très bonne résistance de ces produits au vieillissement [130]. En ce qui concerne les produits à base de silane/siloxane, ils ont fait l'objet également de quelques études qui montrent une dégradation causée par leur sensibilité à la température [110], [115]. Une dégradation suite à une exposition aux UV a été également observée par Levi et al [123]. L'état de l'art sur la durabilité des produits, a permis d'orienter le programme expérimental en s'inspirant des protocoles de vieillissements et des techniques de caractérisation.

# Chapitre II :

# Matériaux et méthodes

## 1. Présentation du programme

L'étude bibliographique a permis d'identifier les manques de la littérature et par la même occasion d'orienter cette étude et de définir son programme expérimental. Dans cette partie, les différentes campagnes expérimentales menées dans le cadre de ce travail de thèse seront décrites, justifiées et le lien existant entre elles sera évoqué également.

Les travaux présentés ont pour but de décrire les phénomènes qui conduisent à la corrosion induite par carbonatation des tours aéroréfrigérantes. Les différents paramètres qui peuvent influencer ces phénomènes seront également étudiés.

Les objectifs de cette étude sont :

- Evaluer l'efficacité des produits colmateurs vis-à-vis des phénomènes de transport (diffusion et perméabilité au gaz).
- Etudier l'aptitude des produits colmateurs à réparer des fissures représentatives de celles existantes sur les aéroréfrigérants.
- S'intéresser à l'influence des fissures et du chargement mécanique sur les paramètres de transport gazeux (diffusion).
- Etudier l'impact des produits colmateurs sur la porosité et la microstructure.
- Etudier l'influence des paramètres opérationnels (nombre de couches, taille de pores) sur l'efficacité du colmatage uniforme.
- Evaluer l'efficacité des produits vis-à-vis de la corrosion des armatures des bétons armés. Différents scénarios de corrosion seront étudiés, une attention particulière sera portée à l'impact du chargement mécanique sur l'efficacité des produits.
- Evaluer la durabilité des produits de protection par le biais d'essais de vieillissement accéléré contrôlé.

Le schéma présenté dans la (Figure 32) donne une indication sur le programme expérimental de ces travaux avec les liens qui existes entre les différentes parties.



- (a) Effet des produits sur les phénomènes de transport (essais de diffusion et perméabilité au gaz) sur matériau sain
- (b) Efficacité à long terme des produits vis à vis de la diffusion gaz (essais de vieillissement accéléré)
- (c) Effet des produits sur la carbonatation (essais de carbonatation accélérée) sur matériau sain(d) Efficacité à long terme des produits vis à vis de la carbonatation (essais de vieillissement

accéléré)

- (e) Etude de corrosion sur échantillons prismatiques pré-fissurés traités et non traités, effet du rechargement mécanique sur la cinétique de corrosion et effet de la qualité de d'interface acier/béton
  - (f) Effet de la fissuration et du chargement mécanique sur la diffusion gaz (dispositif « expansif «)
    - (g) Essais de carbonatation accélérée sur échantillons pré-fissurés (h) Impact des produits sur la microstructure et structure porale

# 2. Matériaux et produits de protection

# 2.1 Les matériaux cimentaires

Dans ce travail de thèse, une seule formulation de mortier a été utilisée pour la fabrication de tous les échantillons. Il s'agit d'un mortier standardisé (NF EN 196-1) [132].(Tableau 6). Cette formulation est la même que celle dans utilisée le cadre des travaux de Ghantous [69], [1], afin d'avoir une base de comparaison.

Constituants	Masse (kg/m <sup>3</sup> )	
Sable normalisé (196-1)	1543	
CEM I 52.5 N (Couvrot)	514	
Eau	257	

Tableau 6: : Formulation du mortier CEM I ( $e/c = 0$ .	5)
---	----

Il est à noter que quelques échantillons (poutrelles) ont été confectionnés au laboratoire LMDC (INSA Toulouse), pour lesquels la même formulation a été utilisée mais avec un ciment différent, CEM I 52.5 R (Le Teil) et un sable en provenance de Portet-sur-Garonne.

	SiO <sub>2</sub>	$Al_2O_3$	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	MnO	CaO	MgO	$SO_3$	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	$P_2O_5$	S-2	C1 <sup>-</sup>
Α	19,5	5,2	2,3	0,3	0,0	64,2	0,9	3,5	1,07	0,07	0,2	< 0,02	0,01
В	20,34	4,53	2,47	-	-	65,35	1,01	3,38	0,14	0,13	0,08	<0,01	<0,01

Tableau 7 : Composition élémentaire (%) des ciments : Couvrot (A) ; Le Teil (B)

Des échantillons de pâtes (CEM I avec un e/c de 0,4) et des carottes issues de tours aéroréfrigérantes (Béton anciens) ont été également étudiés dans ce travail de thèse.

# 2.2 Les produits colmateurs

## 2.2.1 Sélection des produits

La sélection des produits colmateurs étudiés dans ce travail a été faite après la réalisation d'un état de l'art sur les différentes familles de produits et leurs efficacités vis-à-vis des phénomènes menant à la corrosion induite par carbonatation. Une sélection de quatre produits a été faite en premier lieu avec l'accord des partenaires industriels (Tableau 8).

	Nature du produit	Туре	Nombre de couches
AI	Impregnation acrylique	Imprégnation	3
SC	Crème à base de silane	Impregnation	3
		hydrophobe	
AC	Peinture acrylique	Revêtement	2
LS	Silicate de lithium	Imprégnation	-

Tableau 8: Les produits colmateurs étudiés

Ensuite, des essais de diffusion gaz et de carbonatation accélérée ont été réalisés sur des échantillons de mortier CEM I traités par ces différents produits.

Les résultats de cette étude préalable ont permis de choisir les trois produits les plus performants, en faisant en sorte de garder au moins un produit par famille. Il s'agit de : AC, AI et SC. Ces résultats sont présentés dans la partie §2 du chapitre III.

## 2.2.2 Protocole d'application des produits

Après la cure, les échantillons ont été préconditionnés à  $(25 \pm 2 \text{ °C}, \text{HR} = 50 \pm 10 \text{ \%})$  pendant un mois minimum. Les produits ont été ensuite appliqués selon les protocoles d'application suivants :

- AI et SC
  - 1) Application de la première couche à l'aide d'un pinceau
  - 2) Attendre 15 à 20 minutes
  - 3) Application de la deuxième couche
  - 4) Attendre 30 à 35 minutes
  - 5) Application de la troisième couche
  - 6) Séchage final.
- AC
  - 1) Application de la première couche à l'aide d'un pinceau
  - 2) Attendre 24h
  - 3) Application de la deuxième couche

Les 3 produits ci-dessus sont appliqués sur une surface verticale afin de se rapprocher le plus du cas réel des surfaces extérieures (façades) des aéroréfrigérants.

- LS
  - 1) Une heure d'immersion de l'échantillon dans le silicate de lithium

Une fois traités les échantillons sont conditionnés pendant 7 jours minimum à  $(25 \pm 2 °C, HR = 50 \pm 10 \%)$  avant le lancement des essais.

# 2.2.3 Impact des produits sur la porosité

L'efficacité des produits d'imprégnation et imprégnation hydrophobe dépend fortement de leur capacité à colmater la porosité superficielle des matériaux traités. C'est pour cette raison qu'une campagne d'essais dont le but est de mettre en évidence l'impact de ces produits sur la porosité a été réalisée.

## 2.2.3.1 Dimensionnement et préparation des échantillons

Les échantillons de pâte, mortier et carottes en béton des TAR (tours aéroréfrigérantes) destinés à cette étude, ont été obtenus à partir de la découpe d'échantillons cylindriques comme le montre la (Figure 33).



Figure 33 : plan de découpe

Ces échantillons ont été ensuite, traités par les différents produits suivant le protocole d'application décrit précédemment. Puis, ils ont été lyophilisés sous vide (6. 10<sup>-4</sup> mbar), après immersion dans de l'azote liquide (77 K).

La lyophilisation consiste à retirer l'eau des pores, à l'aide de la surgélation puis une évaporation sous vide de la glace sans la faire fondre. Le lyophilisateur qui a été utilisé dans le cadre de cette étude est le CRYOTEC / PILPAP IND G. Le protocole de lyophilisation adopté est le suivant (Figure 34) :



Figure 34 : Protocole de lyophilisation

## 2.2.3.2 Porosimétrie par intrusion mercure

La porosimétrie au mercure est un outil d'investigation des milieux poreux qui permet de décrire la distribution de la taille des pores. Le principe de cette technique est de faire pénétrer sous vide le mercure à l'intérieur des pores et ceci en appliquant une pression croissante jusqu'à remplir des pores nanométriques, elle est régie par l'équation de Washburn-Laplace [133] :

$$D_p = -\frac{4\sigma_{Hg}\cos(\theta_{Hg})}{P_{Hg}}$$
 Équation 34

Avec : D<sub>P</sub> le diamètre équivalent d'accès des pores ; P pression appliquée ;  $\sigma_{Hg}$  tension superficielle du mercure (0,480 et 0.485 N/m sont les valeurs les plus utilisées [14], [134]  $\theta_{Hg}$  l'angle de mouillage du mercure dans le matériau (entre 130° et 145°).

Cependant, cette méthode ne permet pas d'accéder à des pores de diamètre inférieur à 3 nm, cette limite correspond à la pression maximale qui est de 413 MPa.

L'appareil utilisé dans cette étude est un porosimètre Micrométrics Autopor IV 9500.

# 3. Confection et conservation des échantillons

Des échantillons de différentes tailles et géométries ont été confectionnés. Une cure de 28 jours dans des conteneurs contenant de l'eau + l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)<sub>2</sub>) leur a été appliquée. Il est à noter que les échantillons fabriqués au laboratoire LMDC (poutrelles) ont eu une cure de 28 jours dans une salle humide avec une aspersion continue.

# 3.1 Echantillons cylindriques

Des échantillons cylindriques (H110 mm  $\times$  D74 mm) ont été confectionnés. Ils sont destinés aux études de diffusion, de perméabilité au gaz et à l'étude de carbonatation sur matériaux non-fissurés.

# 3.2 Echantillons annulaires

Des échantillons annulaires armés (tore en acier de 8 mm de diamètre positionné à mihauteur) ont été également confectionnés (Figure 35). Ils sont destinés à l'étude de l'effet de la fissuration et du chargement mécanique sur la diffusion au gaz.



Figure 35 : Dimensions de l'échantillon annulaire

## 3.3 Echantillons prismatiques

Des échantillons prismatiques  $70 \times 70 \times 280$  mm armés avec une armature en acier de Ø 6 mm ont été confectionnés. L'enrobage de béton est de 32 mm. Ces échantillons sont destinés à l'étude de carbonatation sur matériaux fissurés et à l'étude de corrosion par mesure gravimétrique (§7.3.1).



Figure 36 : Schéma d'un échantillon prismatique 70 × 70 × 280 mm

Les armatures étant débouchantes, leurs extrémités ont été protégées en appliquant un vernis Lacomite (Figure 37). Les faces latérales ont été également vernies dans le but d'éviter la carbonatation et la corrosion aux extrémités des armatures.



Figure 37 : Application du vernis LACOMIT sur les extrémités des barres en acier

D'autres d'échantillons prismatiques ont été confectionnées pour l'étude de corrosion par suivi de courant (§7.3.2). Il s'agit d'échantillons aux mêmes dimensions mais qui sont composés de deux barres d'acier, une armature et une barre utilisée comme témoin. Il est important de noter que les barres d'acier ne sont pas débouchantes sur ces échantillons et qu'elles ont été placées dans le moule à l'aide de cales en plastique (Figure 38). La position de l'armature et de la barre témoin à été vérifiée par tomographie aux rayons X une fois le mortier durci (Figure 39).



Figure 38 : Préparation des moules pour la confection des échantillons destinés à l'étude de corrosion par suivi de courant





## 3.4 Poutrelles

Il est important de réaliser quelques expériences sur des échantillons représentatifs des structures en bétons armés. C'est pourquoi, des poutrelles ( $550 \times 150 \times 150$  mm) ont été confectionnées. Il s'agit de poutrelles armées avec 2 lits d'armatures (4 armatures d'acier de  $\emptyset$  6 mm). Deux barres du même acier de 100 mm de longueur, ont été incorporées également, elles ont été utilisées comme témoins lors du suivi de corrosion (§7.3.2). L'ensembles des barres ont été positionnées et placées dans le moule à l'aide de cales en plastique et des plaques en bois préalablement trouées à différents endroits dans le but de ne pas freiner les échanges ioniques dans l'échantillon.

Comme pour les échantillons prismatiques, l'enrobage de béton est égal à 32 mm.

L'objectif étant d'étudier l'effet des défauts à l'interface acier/mortier des armatures les plus hautes suivant le sens de coulage « Top bar » sur la corrosion.



Figure 40 : Schémas d'une poutrelle 150×150×550 mm



Figure 41 : Préparation des moules pour la confection des poutrelles

# 4. Fissuration des échantillons

## 4.1 Ouvertures de fissures

Selon [135], la fissuration des TAR lors de la mise en service est due à plusieurs facteurs. On évoquera notamment le retrait par dessiccation du béton. Cette fissuration est créée en partie par les chargements thermiques induits par le fonctionnement [136]. L'auscultation de ces tours a permis de montrer que la fissuration est principalement méridienne. La localisation de ces fissures est concentrée sur les tiers inférieurs et supérieurs.


Figure 42: Faciès de fissuration d'un aéroréfrigérants représentés en plan [137]

Ces fissures interceptent les armatures en acier et peuvent induire la corrosion.

Les géométries et les ouvertures de ces fissures observées sont en perpétuel changement, une fois que les TAR sont en fonctionnement en raison des phénomènes thermo-hydriques, de l'effet du vent et du tassement différentiel.

Les ouvertures de fissures communiquées par EDF ont une valeur comprise entre 0,1 et 0,5 mm.

## 4.2 Pré-fissuration par flexion 3 points

Les échantillons prismatiques ont été pré-fissurés par flexion 3 points à l'aide de la presse INSTRON (Figure 43). Les ouvertures résiduelles visées sont : 100 et 500  $\mu$ m. Ces ouvertures sont représentatives des fissures des TAR d'EDF et d'ENGIE. Le contrôle de ces ouvertures se fait *via* un capteur de déplacement (LVDT : Linear Variable Differential Transformer) qui est relié à un logiciel qui contrôle également le chargement (valeur de la charge, vitesse de montée en charge).



Figure 43 : Photos de la pré-fissuration d'éprouvette prismatique en flexion 3 points à l'aide de la presse INSTRON

Les poutrelles ont été fissurés au LMDC de Toulouse par flexion 3 points également (Figure 44).





## 4.3 Dispositif « cœur expansif »

Afin d'étudier l'effet du chargement / déchargement mécanique et de la fissuration sur les propriétés de transport dans les bétons (ou mortier dans notre cas), des cellules de diffusion ont été développées à partir du dispositif « cœur expansif » mis en œuvre à l'Université de Sherbrooke et au LMDC de Toulouse.

Ce dispositif permet d'imposer un déplacement radial pour engendrer un champ de contraintes de traction capable de provoquer la fissuration d'une éprouvette annulaire. Il se compose de (Figure 45) [130][131] :

- Un cône en acier
- Six pétales en acier
- Une base de serrage
- Une bague en PVC

La bague en PVC est placée au cœur de l'échantillon annulaire, l'assemblage des six pétales en acier qui forment un cylindre en surface extérieure vient s'appuyer sur la surface interne

de la bague. Le cône en acier est mis ensuite en appui sur la surface intérieure des pétales qui est légèrement conique. La base de serrage est ensuite insérée au centre du dispositif et en serrant l'écrou, le cône descend progressivement et écarte les pétales ce qui provoque l'extension de la bague qui transmet des contraintes à l'échantillon et qui peut conduire donc à sa fissuration [139], [140] [141].



Figure 45 : Schémas du montage « cœur expansif » à gauche et composés du « cœur expansif » à droite [138]

Après quelques difficultés rencontrées avec le protocole de fissuration, une autre méthode de fissuration a été adoptée. Elle consiste à forcer le déplacement du cône à l'aide d'un vérin (presse) (Figure 46 (a)). Les fissures sont générées par nombre allant de 5 à 9 avec des ouvertures variant de quelques  $\mu$ m à 600  $\mu$ m (Figure 46 (b) (c) (d)).



Figure 46 : Photos du protocole de fissuration (a) et des échantillons fissurés (b) et reconstruction 3D par tomographie aux rayons X des anneaux fissurés (c)

## 5. Essai de diffusion et de perméabilité au gaz

## 5.1 Dimensionnement et préparation des échantillons

Des disques fins (H7 mm  $\times$  D74 mm) ont été obtenus après découpe de cylindres (H110 mm  $\times$  D74 mm).



Figure 47 : (a) : plan de découpe des échantillons ; photo : (b) de quelques disques traités par les différents produits et (c) : application de AI sur disque

Les découpes ont été faites en utilisant de la tronçonneuse a disque diamenté, Escil (modèle Brillant 250) (Figure 48). La vitesse d'avance du disque de découpe a été fixée à 7 mm/min. Cette vitesse relativement faible a été choisie afin d'obtenir une bonne surface d'échantillon (peu striée).



Figure 48 : Tronçonneuse ESCIL (modèle Brillant 250)

Les disques ont été ensuite mis en séchage à 3% (gel de silice) jusqu'à atteindre l'équilibre hydrique. Puis, traités sur une ou deux faces du disque suivant les protocoles d'application décris précédemment.

#### 5.2 Essai de diffusion au gaz

#### 5.2.1 Principe de l'essai

Le principe de l'essai de diffusion gazeuse consiste à placer l'échantillon (matériau cimentaire) entre deux compartiments parfaitement étanches, en amont et en aval, contenant respectivement de l'air (80% N<sub>2</sub> et 20% O<sub>2</sub>) et de l'azote pur. Le but est de créer un gradient de concentration entre les deux surfaces de l'échantillon pour créer un flux de diffusion (Figure 49).



Figure 49 : Principe de l'essai de diffusion au gaz

Pour réaliser cet essai, des cellules de diffusion en acier inox sont utilisées. Elles sont équipées de sondes à oxygène, capteurs de pression et thermocouples et reliées à un ordinateur doté d'un logiciel d'enregistrement (Figure 50).



Figure 50 : Dispositif de l'essai de diffusion

#### 5.2.2 Modèle numérique d'interprétation des essais de diffusion

Les gaz qui composent la phase gazeuse (azote et oxygène) sont supposés parfaits. Ils obéissent donc à la loi des gaz parfaits. Ils peuvent se dissoudre dans la phase liquide selon l'équilibre d'Henry, il est donc possible de relier leurs concentrations à leurs pressions partielles.

Les équations de conservation de masses des constituants mobiles du milieu poreux constituent la base de modélisation. L'équation de conservation de la masse d'un gaz j s'écrit comme suit :

$$\frac{\partial m_{gj}}{\partial t} = -\operatorname{div}(w_{gj}\mathbf{gj})$$
 Équation 35

Le contenu massique  $m_{gi}$  est relié à la porosité  $\phi$ , la saturation en eau liquide  $S_l$  et la masse volumique du gaz  $\rho_i$  comme suit :

$$m_{gj} = \phi(1 - S_l)\rho_{gj}^g + \phi S_l \rho_{gj}^l$$
 Équation 36

Le flux massique total d'un gaz j ( $\underline{w}_{gj}$ ) est donné par :



Avec :  $M_{gj}$  (g/mol) et  $D_e^j$  sont respectivement la masse molaire et le coefficient de diffusion effectif dans le mélange gazeux ;  $P_g$  la pression totale du mélange gazeux;  $P_{gj}$  la pression

partielle du gaz j ;  $k_H^j$  la constante de Henry ;  $D_l^j$  le coefficient de diffusion dans la phase liquide ;  $\mu_l$  et  $\mu_g$  (Pa.s) sont les viscosités dynamiques et  $k_l$  et  $k_g$  (m<sup>2</sup>) sont les perméabilités à l'eau et au gaz.

D'après les résultats de simulation numérique d'un essai de diffusion gazeuse réalisé au LECBA [142], il a été constaté que le mécanisme de transport gazeux est dominé par la diffusion gazeuse et étant donné que le degré de saturation reste constant pendant l'essai, le transport en phase liquide peut être négligé.

Lors de l'essai de diffusion gazeuse, la pression totale du mélange gazeux reste constante. Le phénomène de convection peut être ainsi négligé, l'équation de conservation de la masse d'un gaz j peut s'écrire donc comme suit :

$$\frac{\partial P_{gj}}{\partial t} = \frac{D_e^j}{\phi(1-S_l)} \frac{\partial^2 P_{gj}}{\partial x^2}$$
 Équation 38

Ou bien :

$$\frac{\partial X_{j}}{\partial t} = \frac{D_{e}^{j}}{\phi(1-S_{l})} \frac{\partial^{2} X_{j}}{\partial x^{2}}$$
 Équation 39

Avec: 
$$X_j = 100 \times \frac{P_{gj}}{P_g} (\%)$$
 Équation 40

Xj est la concentration du gaz j dans le mélange gazeux. L'outil MIED (modèle d'interprétation des expériences de diffusion) calcule la solution analytique de l'équation de diffusion, en introduisant les résultats (pour chaque gaz). Cet outil (MIED) a été développé au CEA/DPC/SECR/L3MR. Il s'agit d'une bibliothèque dynamique (codée en Fortran 90 et en Visual Basic), couplée au solveur d'Excel permettant le calcul des concentrations instantanées en amont et aval sur la base des équations analytiques de diffusion [143]. La (Figure 51) donne un exemple d'application :



Figure 51 : Simulations analytiques de l'évolution des concentrations d'O<sub>2</sub> et de N<sub>2</sub> dans les compartiments aval et amont au cours de l'essai de diffusion

## 5.3 Essai de perméabilité au gaz

#### 5.3.1 Principe de l'essai

Afin de mesurer la perméabilité au gaz, un essai similaire à l'essai « pulse-test » est réalisé. Cet essai consiste à placer l'échantillon entre deux compartiments parfaitement étanches remplis par le même gaz sous deux pressions différentes (Figure 52). Le fait d'utiliser le même gaz dans les deux cellules permet de s'affranchir du phénomène de diffusion et le gaz est ainsi transporté uniquement par convection en phase gazeuse.



Figure 52 : Principe de l'essai de perméabilité au gaz

Les cellules utilisées sont équipées de manomètres permettant l'enregistrement de l'évolution de la pression et de la température dans les deux compartiments (Figure 53).



Figure 53 : Dispositif de l'essai de perméabilité au gaz

#### 5.3.2 Méthode d'interprétation des essais de perméabilité - Modèle analytique

Lors d'un essai de perméation gazeuse, l'équation du flux massique se simplifie en supprimant le transport en phase liquide et la diffusion. L'équation de conservation de la masse d'un gaz j peut s'écrire en 1D comme ceci :

$$\frac{\partial P_g}{\partial t} = \frac{k_g \times P_{gj}}{\mu_g(\phi(1-S_l))} \frac{\partial^2 P_g}{\partial x^2}$$
 Équation 41

Afin d'ajuster les données expérimentales de pression permettant de calculer le coefficient de perméabilité au gaz, une solution analytique de cette équation, proposée par [144], a été utilisée avec le solveur d'Excel.

## 6. Essai de carbonatation accélérée

## 6.1 Dimensionnement et préparation des échantillons

### 6.1.1 Les échantillons non-fissurés

Les échantillons non fissurés ont été obtenus après découpe de cylindres (H110 mm × D74 mm). Ils ont été ensuite enveloppés dans du ruban adhésif en aluminium laissant une seule face exposée à la carbonatation. Ils ont été ensuite pré-conditionnés à (25°C, HR =  $50 \pm 10$ %) pendant un mois avant que les produits ne soient appliqués. Ils ont été mis dans l'enceinte de carbonatation accélérée 7 jours plus tard. La durée de cette carbonatation accélérée est comprise entre 14 jours et 6 mois.



Figure 54 : Plan de coupe des échantillons

#### 6.1.2 Les échantillons fissurés (prismes centimétriques)

Les échantillons prismatiques fissurés ont été pré - conditionnés à  $(25 \pm 5 \circ C, HR = 50 \pm 10 \%)$  pendant 1 mois avant l'application des produits. Les produits ont été appliqués sur tout le contour du prisme, sur une largeur de 5 ± 1 cm de chaque côté (Figure 55) de la fissure avant d'être mis en carbonatation accélérée (3% CO<sub>2</sub>, HR = 55%, 25°C) 7 jours plus tard.



Figure 55 : Photo des échantillons lors de l'application des produits sur des échantillons prismatiques (fissurés)

## 6.2 Dispositif et paramètres d'essai

Les conditions environnementales des essais de carbonatation sont les suivantes :

- 3% de CO<sub>2</sub> Les concentrations de dioxyde de carbone supérieures à ce pourcentage induisent des changements minéralogiques importants au niveau des hydrates qui ne se produisent pas pendant la carbonatation naturelle. Des études antérieures [134], [145] ont permis de constater qu'une concentration de 3% de CO<sub>2</sub> offre un compromis entre la durée des expérimentations et la représentativité de la carbonatation naturelle.
- 25°C et 55% d'HR. Plusieurs travaux [44], [52] ont montré que la cinétique de carbonatation est à son maximum à 50-70% d'HR.

Le dispositif de carbonatation accélérée utilisé décrit par Drouet [146] est constitué de :

- Une enceinte climatique Vötsch VC3 0060 de 600 litres (Figure 56). Dans cette enceinte, la température et l'humidité relative sont en permanence contrôlées. Les écarts-types de la température et de l'humidité relative mesurés par Drouet [146] sont respectivement : 0,05°C et 0,2%.
- Une armoire SIEMENS contenant un analyseur de CO<sub>2</sub> (mesure par absorption de rayonnement infrarouge) et un système de régulation (Figure 57). Le gaz est prélevé en continu dans la chambre climatique et analysé par l'analyseur. Si la concentration de CO<sub>2</sub> à l'intérieur de la chambre climatique descend en dessous de la consigne, le système injecte du CO<sub>2</sub> à l'intérieur de la chambre climatique. L'écart-type du taux de CO<sub>2</sub> est égal à 0,05% pour une plage de fonctionnement allant de 0 à 100%.



Figure 56 : Photo de l'enceinte climatique Vötsch VC 0060



Figure 57 : Schéma de principe du dispositif de carbonatation accélérée présent au laboratoire [146]

Le suivi de la cinétique de carbonatation sur les matériaux non-fissurés consiste à mesurer l'épaisseur carbonatée à différentes échéances de carbonatation (14, 28, 90 et 180 jours). Cette dernière est déterminée selon la norme XP P18-458 [147], après fendage de l'échantillon et application de la phénolphtaléine : la partie non carbonatée (pH > 9-10) est colorée en rose tandis que la partie carbonatée (pH < 9-10) reste incolore.

En ce qui concerne les échantillons prismatiques destinées à l'étude de la carbonatation, l'indicateur de l'endommagement de l'interface acier-mortier dû au chargement mécanique appliqué lors de la pré- fissuration, est la longueur carbonatée à l'interface. Cette longueur a été mesurée de la même manière que pour les échantillons non fissurés après fendage de l'éprouvette et extraction de l'armature.



Figure 58 : (a) Longueur carbonatée à l'interface acier/mortier sur un échantillon fissuré ; (b) épaisseur carbonatée sur un échantillon non fissuré

## 7. Corrosion

## 7.1 Dispositif et conditions d'essai

Le protocole d'humidification/ séchage mis en place dans le cadre du suivi de la cinétique de corrosion par mesure gravimétrique des échantillons prismatiques est celui adopté par Ghantous [1] :

Un cycle correspond à :

- 30 minutes de pluie. HR =  $95 \% \pm 5 \%$ .
- 72 heures de séchage après chaque période de pluie. L'humidité relative baisse jusqu'à 60 % ± 5 %.

La température est régulée à 20°C.

Ces cycles d'humidification / séchage ont été réalisés dans l'enceinte ARIEL décrite par Ghantous [1] (Figure 59).



Figure 59 : Photos des prismes dans l'enceinte de pluie/séchage « ARIEL »

En ce qui concerne le suivi par mesure du courant de corrosion, les premiers résultats ont montré que le courant augmentait seulement pendant la durée de l'humidification et qui descend très rapidement ensuite. Il ne repart à la hausse qu'au cycle suivant. Il a été conclu alors que c'est le nombre de cycles qui importe et non pas le nombre de jours. Par conséquent, 30 minutes de pluie ont été appliqués par jour au maximum.

En ce qui concerne les poutrelles, les cycles ont été réalisés au moyen d'un dispositif monté au LMDC (Figure 60).



Figure 60 : Photo des poutrelles mises dans le dispositif de pluie/séchage au LMDC

## 7.2 Scénarios de corrosion

Afin d'évaluer l'efficacité des produits colmateurs vis-à-vis de la corrosion, les deux scénarios suivants ont été étudiés :

#### 7.2.1 Scénario 1 : Initiation de la corrosion avant application des produits

Le but de ce scénario est d'initier la corrosion en fond de fissure. Les produits ont été ensuite appliqués avant de remettre les prismes dans l'enceinte de pluie/séchage. Deux échéances ont été fixées en se basant sur les résultats de Ghantous [1] : 90 et 180 jours.



Figure 61 : Plan du scénario 1

#### 7.2.2 Scénario 2 : Influence du chargement mécanique sur l'efficacité des produits

L'objectif de ce scénario est d'étudier l'impact de la réouverture de fissure sur l'efficacité des produits vis-à-vis de la corrosion ainsi que l'effet « bouchon » dû aux produits de corrosion formés en fond de fissure [69], [1]. Une fois les cycles finis, les prismes ont été traités par les différents produits colmateurs avant d'être remis en cycles de pluie/séchage pour une durée de 60 cycles (6 mois). Les prismes ont été ensuite rechargés en flexion 3 points dans le but de ré ouvrir la fissure.



Figure 62 : Plan du scénario 2

#### 7.3 Méthodes de mesure et d'analyse de la corrosion

#### 7.3.1 Mesure gravimétrique

A chaque temps d'exposition, les échantillons ont été fendus en deux parties. Ensuite, les armatures ont été extraites et les longueurs corrodées ont été mesurées. Le suivi de corrosion s'est fait par mesure gravimétrique. Cette technique permet de suivre la perte de masse du métal (acier). Le principe est d'effectuer une attaque chimique (acide) du métal pour éliminer tous les produits de corrosion formés à sa surface [148]. La différence entre la masse initiale et la masse obtenue après l'attaque chimique correspond à la masse perdue  $\Delta m$  (kg). Cela permettra ensuite d'estimer la cinétique de corrosion Cc (µm/an).

Afin de calculer cette cinétique de corrosion, la couche de produits de corrosion formée est supposée homogène sur toute la surface corrodée  $(S_{AP})$  (Figure 63). Cette surface est calculée à partir de la longueur corrodée mesurée (Lc) et de la circonférence de la base de la barre d'acier. Cette dernière a été déterminée par Ghantous [1] en utilisant la tomographie à rayons X (= 1,954 × 10<sup>-2</sup> m) (Équation 44). Le volume de fer perdu (V<sub>AP</sub>) est calculé à partir de  $\Delta m$  et la masse volumique du fer qui est égale à 7,860 g/cm<sup>3</sup> (Équation 45). A partir de ces paramètres, l'épaisseur de fer perdue (Équation 46) et la cinétique de corrosion sont donc déterminés (Équation 47).



Figure 63 : Hypothèse prise en compte dans le calcul de la cinétique de corrosion

$$V_{AP} = S_{AP} \times E_{AP}$$
 (m<sup>3</sup>) Équation 42

Avec :

$$S_{AP} = 19,54 \times L_C$$
 (m<sup>2</sup>) Équation 43

$$V_{AP} = \frac{\Delta m}{\rho}$$
 (m<sup>3</sup>) Équation 44

$$E_{AP} = \frac{\Delta m}{\rho \times S_{AP}}$$
 (m) Équation 45

La cinétique de la corrosion peut être calculé Cc (µm/an) comme suit :

$$Cc = \frac{E_{AP} \times 10^{6}}{\text{Durée d'exposition (mois)}} \times 12 \quad (\mu \text{m/an})$$
Équation 46

Dans ce travail, chaque mesure gravimétrique est répétée sur deux échantillons dans les mêmes conditions pour les différentes échéances.

#### 7.3.2 Suivi de courant de corrosion

Echantillons prismatiques : L'armature et le témoin ont été reliés à une résistance calibrée et la tension aux bornes de la résistance est relevée. La valeur de la résistance étant connue, la loi d'Ohm peut être utilisée pour calculer l'intensité de courant de la « macrocell corrosion » sur le témoin. La faible valeur de la résistance de mesure (150 Ω) est négligeable par rapport à la résistance ohmique du béton et par conséquent, elle n'influence pas l'équilibre du système galvanique.

Le courant mesuré sur le témoin (i <sub>témoin mesuré</sub>) ne représente pas le courant de corrosion global du système car il ne prend pas en compte toutes les surfaces cathodiques du système (acier passif de l'armature + témoin) et doit donc être corrigé. Pour cela, la simulation COMSOL Multiphysics® permet d'obtenir le ratio (courant de corrosion global / courant de corrosion sur le témoin). Ce ratio est multiplié par le courant mesuré au témoin pour obtenir le courant global de corrosion estimé :



Figure 64 : Schéma du montage électrique sur les échantillons centimétriques

Poutrelles : Les 2 « top bar » ont été connectées entre elles et reliées à une résistance calibrée, elle-même reliée à un des témoins. Les « bottom bar » sont également reliées à l'autre témoin par le même montage. La valeur de la résistance est de 200 Ω). Le courant global est déterminé de la même manière que pour les échantillons prismatiques.



Figure 65 : Schéma du montage électrique sur les poutrelles

COMSOL Multiphysics<sup>®</sup> est un code d'élément finis avec les conditions limites à l'interface acier-béton correspondant au comportement électrochimique des zones actives et passives.

Les interfaces acier/béton sont modélisées selon l'équation de Butler-Volmer à la fois pour les zones actives et passives et avec des valeurs d'entrées différentes [149], [150]:

$$\mathbf{j}_{a} = \mathbf{j}_{\text{corr},a} \left( \exp\left(\ln(10)\frac{\mathbf{E}_{a} - \mathbf{E}_{\text{corr},a}}{\beta_{a,a}}\right) - \exp\left(-\ln(10)\frac{\mathbf{E}_{a} - \mathbf{E}_{\text{corr},a}}{\beta_{c,a}}\right) \right) \qquad \text{Équation 49}$$

$$j_{p} = j_{corr,p} \left( exp\left( ln(10) \frac{E_{p} - E_{corr,p}}{\beta_{a,p}} \right) - exp\left( -ln(10) \frac{E_{p} - E_{corr,p}}{\beta_{c,p}} \right) \right)$$
 Équation 50

Avec :  $j_a$  et  $j_p$  sont les densités de courant (A/m<sup>2</sup>) circulant à travers l'interface métalélectrolyte du système uniforme forcé actif et passif au potentiel  $E_a$  et  $E_p$  (V) (impliquant une polarisation par rapport aux potentiels d'équilibre  $E_{corr,a}$  et  $E_{corr,p}$  (V/ref)) ;  $j_{corr,a}$  et  $j_{corr,p}$ sont respectivement les densités de courant de corrosion (A/m<sup>2</sup>) des systèmes actif et passif ;  $\beta_{a,a}$  et  $\beta_{a,p}$  sont respectivement les coefficients de Tafel anodique-anodique des systèmes actif et passif (V/décade) ;  $\beta_{c,a}$  et  $\beta_{c,p}$  sont respectivement les coefficients de Tafel cathodique-anodique des systèmes actif et passif (V/décade).

Dans les bétons carbonatés (présence de fissure, défauts d'enrobage), le comportement de l'acier devient localement actif. La corrosion localisée se définit comme le couplage électrique de deux électrodes spatialement séparées. Elle peut être aussi appelée corrosion galvanique même s'il s'agit d'un même métal comme dans le cas de cette étude, car ces électrodes sont constituées de zones active et passive bien distinctes. La distance entre les 2 électroles étant grande (centimétrique parfois), les effets ohmiques dus à la résistivité de l'électrolyte (béton) ne peuvent être négligés. Les équations régissant les phénomènes électriques sont la loi d'Ohm locale et la loi de conservation de charges [149], [150] :

$$\vec{j} = -\frac{1}{\rho} \overrightarrow{grad}(E)$$
 Équation 51  
COÉquation 52

Les propriétés électrochimiques de l'acier passif du modèle sont issues de la littérature [149]. En ce qui concerne l'acier actif, des courbes de polarisation ont été réalisées à cet effet. Néanmoins, il est important de souligner que l'impact des paramètres d'entrée est très faible puisqu'on ne regarde que le ratio (Tableau 9).

Acier	Acie	Acier Actif		
Passif	Paramètres de l'étude	Paramètres	de	Sohail
		[149]		

 Tableau 9 : Paramètres électrochimiques d'entrée

E <sub>corr</sub> (V)	-0,150	-0,417	-0,650
$j_{\rm corr}$ (A/m <sup>2</sup> )	0,025	2,5	0,5
$B_a(V/dec)$	0,4	0,125	0,09
$B_c(V/dec)$	0,150	0,136	0,150
Ratio « T bar »		8,7	8,7
Ratio « Bottom bar »		8	7

La (Figure 66) montre le maillage d'une poutrelle. Le modèle géométrique est composé de 3 blocs avec 3 résistivités différentes, le but étant de simuler l'état hydrique de l'échantillon (HR = 50 % à l'extérieur et 80 à 90 % au niveau de l'interface acier/béton) et de cylindres représentant les 4 armatures et les 2 témoins en acier.



Figure 66 : Modèle géométrique et maillage

Il est important de noter que la partie de corrosion uniforme est non mesurée (et donc négligée).

### 8. Vieillissement accéléré

Afin d'étudier la durabilité et l'efficacité à long terme des produits colmateurs, il est primordial de caractériser leur vieillissement et d'étudier l'évolution de leurs performances (coefficient de diffusion et cinétique de carbonatation) au cours d'un vieillissement accéléré et contrôlé. Pour cela, il est essentiel de choisir des scénarios de vieillissement en fonction de la nature des produits. En ce qui concerne cette étude, deux produits acryliques (AC et AI) et un produit à base de silane sont étudiés.

## 8.1 Dispositif

L'appareil QUV/spray/RP (Figure 67) a été utilisé pour cet effet, il s'agit d'un appareil qui permet d'exposer des échantillons de différentes tailles à un rayonnement UVA mais également à des cycles hydriques (condensation et pulvérisation).



Figure 67 : Photos du QUV 8.2 Protocole de vieillissement accelere

Les produits acryliques sont des polymères et donc sensibles à la photo-oxydation (UV). La norme (NF EN 1062-11) [151] préconise pour ce type de produits des cycles de vieillissement contrôlé en alternant une exposition d'UV et des cycles hydriques (condensation et pulvérisation). Le protocole appliqué dans cette étude est le suivant :

- 4 h d'exposition aux UV à 70°C
- 3 h 45 de condensation à 50°C
- 0h15 de pulvérisation à 50°C

## 8.3 Caractérisation du vieillissement par spectroscopie ATR-FTIR

Le vieillissement des deux produits acryliques (AI et AC) a été caractérisé par la spectroscopie ATR-FTIR. À cette fin, des échantillons de produits ont été mis en vieillissement accélère et ont été prélevés à différents moments du vieillissement (120, 240, 480 et 1000 h). Cette caractérisation a été réalisée à l'aide de l'instrument Vertex 70/Bruker.

La spectroscopie FTIR (Fourier Transform InfraRed) est une technique de caractérisation qui s'intéresse à l'interaction des ondes infrarouge avec la matière. C'est une technique d'analyse non destructive qui permet de mesurer la capacité de la matière à absorber, transmettre ou réfléchir le rayonnement infrarouge.

## 8.4 Diffusion gaz et carbonatation accélérée sur les matériaux vieillis

Dans cette partie, les disques traités avec les trois produits ont été exposés à différents temps de vieillissement accéléré (120, 240, 480, 1000, 1250 et 1500 h). Des essais de diffusion

gazeuse ont ensuite été réalisés afin d'évaluer l'impact du vieillissement sur les réductions du coefficient de diffusion apportées par les différents produits.

Afin d'étudier l'effet du vieillissement sur la résistance à la carbonatation, les échantillons ont été exposés à différents temps de vieillissement (12, 240, 480 et 1000 h) avant d'être placés en carbonatation accélérée pendant une période de 28 jours.

## 9. Récapitulatif du programme expérimental

La réalisation des campagnes d'essais décrites dans ce chapitre a nécessité la confection d'environ 160 échantillons prismatiques ( $7 \times 7 \times 28$  cm), 12 poutrelles ( $15 \times 15 \times 55$  cm). 30 échantillons cylindriques (D 7,4 × H 11 cm) et 10 échantillons annulaires (D 15 × H 5 cm.

La destination de ces échantillons et le programme expérimental est résumé dans le tableau :

Etude	Partie	Type d'échantillons	Dimensions des échantillons	Nombre d'échantillons	Essais
Impact des produits colmateurs sur les propriétés de transport et de la carbonatation	Etude sur matériaux non fissurés	Cylindres	$D7,4 \times H11 cm$	55	<ul> <li>MO/MEB/EDS</li> <li>Diffusion gazeuse</li> <li>Perméabilité au gaz</li> <li>Carbonatation <ul> <li>Carbonatation</li> <li>Vieillissement</li> <li>vieillissement</li> <li>accéléré</li> <li>FTIR</li> </ul> </li> </ul>
	Etude sur	Prismes	$7 \times 7 \times 28 \text{ cm}$	40	<ul> <li>Carbonatation accélérée</li> </ul>
	matériaux fissurés	Anneaux	$D~15 \times H~50~cm$	10	Diffusion gazeuse
Etude de la	Etude sur échantillons prismatiques	Prismes	$7 \times 7 \times 28$ cm	160	<ul> <li>Mesure gravimétrique</li> <li>Suivi de courant</li> </ul>
armatures	« Top bar effect » au LMDC	Poutrelles	55×15×15 cm	12	Suivide courant

## Chapitre III :

# <u>Impact des produits colmateurs sur les</u> <u>phénomènes de transport et de la</u> <u>carbonatation</u>

## 1. Introduction

La première partie de ce chapitre montre comment les produits colmateurs ont été sélectionnés.

Dans la seconde partie de ce chapitre, la profondeur de pénétration / épaisseur de couche formée des produits colmateurs a été investiguée. Puis leur impact sur la porosité a été abordé. Ces deux points sont importants pour la compréhension et l'analyse des résultats des études d'efficacité des produits vis-à-vis du transport gazeux et de la carbonatation accélérée qui ont été réalisées par la suite.

Après l'évaluation de l'efficacité des produits à court terme, leur comportement à long terme a été étudié, en caractérisant leur vieillissement et en estimant leur perte de performances. Après cela, des projections de durabilité sur plusieurs dizaines d'années avec des scénarios différents selon le moment de l'application des produits ont été proposées. L'objectif est de juger l'intérêt d'appliquer les produits en préventif sur les ouvrages neufs ou en curatif sur les ouvrages existants.

Dans la troisième partie, dans le but de mieux évaluer l'efficacité des produits sur les ouvrages, l'effet de l'ouverture/refermeture des fissures induite en raison des phénomènes thermo-hydriques, de l'effet du vent et du tassement différentiel sera abordé.

Enfin, une comparaison entre les produits avec l'ensemble des critères discutés dans ce chapitre a été faite dans le but d'aider l'industriel à se positionner sur un des trois produits testés.

## 2. Pré-sélection des produits

Comme évoqué dans la partie §2.2.1 du chapitre II, quatre produits colmateurs ont été présélectionnés et testés dans le cadre de cette étude, il s'agit de :

- Un revêtement (C) : peinture acrylique (AC)
- Un imprégnant organique (I) : acrylique (AI)
- Un imprégnant minéralisateur (I) : silicate de lithium (LS)
- Un imprégnant hydrophobe (H) : crème à base de silane (SC)

La sélection finale des produits sur lesquels s'est basé ce projet de thèse a été faite suite à des essais de diffusion gazeuse et de carbonatation accélérée qui ont été réalisés sur des échantillons de mortier traités par ces différents produits. Les échantillons destinés à la diffusion gazeuse ont été traités sur les deux faces.



Figure 68: Résultats de l'étude préliminaire pour la sélection des produits : (a) diffusion gazeuse, (b) carbonatation accélère

Les résultats de la diffusion gazeuse sont exprimés en ratio de diffusion (rapport du coefficient de diffusion de  $O_2$  après/coefficient de diffusion  $O_2$  avant traitement). Plus le ratio est faible plus le produit est efficace (Figure 68 (a)).

Les résultats de ces essais (Figure 68 (a) et (b)) ont montré l'inefficacité du silicate de lithium (LS) vis-à-vis de la cinétique de carbonatation et une réduction très faible de la diffusion. Ces résultats ont donc permis de choisir les trois produits les plus performants, il s'agit de : AI, AC et SC. Les résultats de ces produits seront discutés dans les sections (§ 3.3 et 3.5) de ce document.

## 3. Matériaux non fissurés

## 3.1 Profondeur de pénétration des produits

Le pouvoir pénétrant des produits d'imprégnation est un facteur déterminant quant à leur efficacité. Cette capacité à pénétrer dépend de la nature du support : plus il est poreux plus les produits pénétreront plus facilement dans la matrice cimentaire, à condition que cette porosité ne soit pas saturée. Afin de mesurer cette profondeur de pénétration, différentes techniques et méthodes ont été testées et utilisées.

En ce qui concerne l'imprégnation hydrophobe, la technique la plus utilisée dans la littérature [152], [153], [154] consiste à fendre l'échantillon en deux et de mouiller ensuite la surface du plan de fissure, une différence de teinte est alors obtenue entre les zones imprégnée et non imprégnée. Cette méthode a été utilisée pour déterminer la profondeur de pénétration de la crème de silane (SC). La Figure 69 montre que SC pénètre de quelques millimètres (4 à 5 mm) au bout de 7 jours.



Figure 69 : Photo de la profondeur de pénétration de SC

Cette profondeur de pénétration est assez proche de celles observées par Schueremans et al [112] : 6 à 9 mm, Orlowsky [155] : 7 mm. et Basheer et al [154]. Dai et al [153] ont mesuré la profondeur de pénétration de plusieurs produits à base de silane/siloxane. Leurs résultats montrent des profondeurs allant de 2 à 25 mm.

En ce qui concerne l'imprégnation acrylique (AI). Une charge a été ajoutée au produit pour ensuite faire une observation de l'échantillon traité au microscope optique (MO). La Figure 70 montre qu'un revêtement d'une épaisseur d'environ 100 µm s'est formé à la surface. Néanmoins, il est difficile de déterminer la profondeur de pénétration même si une pénétration du produit dans une bulle d'air est observée sur la (Figure 70) Des analyses au microscope électronique (MEB/EDS) ont ensuite été effectuées en rajoutant une couche de laque d'argent afin de distinguer le carbone de l'enrobage qui est une résine époxy, du carbone du produit AI (Acrylique). Une pénétration du produit AI dans le matériau à travers des microfissures est alors observée. Cependant, la détermination d'un profil de pénétration comme pour SC n'a pas été possible.



Figure 70 : Images MO (a) et MEB / EDS (b) d'un échantillon de mortier traité par de AI

En ce qui concerne le produit de revêtement (peinture acrylique AC), la (Figure 71) montre la formation d'un film continu à la surface de l'échantillon traité d'une épaisseur d'environ  $400 \pm 150 \,\mu\text{m}$ .



Epaisseur de la couche formée 400 ± 150 μm

Figure 71 : Photo de l'épaisseur du revêtement AC formé sur la surface de l'échantillon

## 3.2 Impact des produits colmateurs sur la porosité

Afin d'analyser l'efficacité des produits colmateurs vis-à-vis du transport et de la carbonatation dans le matériau cimentaire, il est nécessaire d'étudier leur impact sur la porosité. Pour cela, des essais de porosimétrie par intrusion de mercure ont été réalisés sur des échantillons de différente nature (mortier, pate de ciment et béton des TAR) préalablement découpés ( $1 \times 1 \times 2$  cm) puis traités sur toute leur surface par AI et SC. Les échantillons ont été ensuite lyophilisés suivant la procédure décrite dans la partie §2.2.3.2 du chapitre II.

Les résultats des densités des distributions de pores déduites des essais de porosimétrie par intrusion de mercure ont été divisées par la porosité de chaque prélèvement afin de les rendre comparables.

A partir des courbes de distribution porales des échantillons des bétons des TAR et de mortier (Figure 72 et Figure 73), 3 modes poreux sont distingués :

## i. Mode poreux à $d_p \sim 0.4 \, \mu m$

Le pic à  $d_p \sim 0.4 \,\mu\text{m}$  correspond à la macroporosité créée par la présence de grains de sable (mortier), qu'on peut assimiler aux pores de l'ITZ (Interface Transition Zone). Il s'agit d'une zone de transition formée à l'interface granulat / pâte [16].

#### ii. Mode poreux dp ~ $0,06 \mu m$

Le pic à  $d_p \sim 0,06 \ \mu m$  peut être assimilé aux pores capillaires [16] .

#### iii. Mode poreux dp ~ $0,003 \mu m$

Le mode poreux à  $d_p \sim 0,003 \mu m$  correspond aux pores de gel de C-S-H.

En ce qui concerne la pâte de ciment, deux des trois modes sont distingués : (ii) et (iii) correspondants respectivement à la porosité capillaire et la porosité des hydrates.

#### CHAPITRE III : IMPACT DES PRODUITS COLMATEURS SUR LES PHENOMENES DE TRANSPORT ET DE LA CARBONATATION

Pour les échantillons de mortier, un affinement de la porosité capillaire des échantillons traités par rapport aux non traités est observé (Figure 72). Cet affinement est plus marqué dans le cas de SC. Ceci est probablement dû à la formation d'un polymère polysiloxane sur les parois internes des pores capillaires. Un affinement moins marqué est observé sur les échantillons traités par AI. Ces résultats sont en phase avec ceux du profil de pénétration des produits (§3.1). SC qui pénètre de quelques millimètres dans le mortier bouche partiellement la porosité capillaire. Cette observation est en phase avec les résultats de Woo et al [156] qui ont montré à l'aide d'images MEB que les pores de quelques µm de diamètre étaient partiellement ou entièrement remplies par les produits à base de silane siloxane. Et en ce qui concerne AI, qui pénètre de façon hétérogène à travers les microfissures et les bulles d'air, il ne réduit que de peu la porosité.

Pour les échantillons de béton des TAR, un affinement plus marqué de la porosité capillaire est observé pour les échantillons traité par SC (Figure 73).

Les résultats des pâtes de ciment (Figure 74) ne montrent aucun effet des produits quant à la distribution porale dans la pâte.



Figure 72 : Distribution des volumes poreux en fonction des diamètres d'accès des pores des échantillons de mortier

#### CHAPITRE III : IMPACT DES PRODUITS COLMATEURS SUR LES PHENOMENES DE TRANSPORT ET DE LA CARBONATATION



Figure 73 : Distribution des volumes poreux en fonction des diamètres d'accès des pores des échantillons de béton des TAR



Figure 74 : Distribution des volumes poreux en fonction des diamètres d'accès des pores des échantillons de pâte de ciment

Le rayon critique se situant au niveau des pic des pores capillaires et défini comme étant le rayon à partir duquel il se forme un chemin continu d'écoulement à travers le matériau.

Les pores capillaires influencent donc très fortement les phénomènes de transport dans les matériaux cimentaires [4], [5].

## 3.3 Efficacité des produits vis-à-vis de la diffusion gazeuse

## 3.3.1 Influence du nombre de couches

Les résultats des essais de diffusion gazeuse (Figure 75) ont montré que tous les produits réduisent le coefficient de diffusion des échantillons de mortier traités, cette réduction est variable selon le produit. Elle est exprimée par le ratio de diffusion (rapport du coefficient de diffusion des échantillons traités / coefficient de diffusion des échantillons non traités). Plus le rapport est faible, plus la réduction de la diffusion apportée par les produits est importante.

La réduction obtenue est différente d'un produit à un autre. En effet, en examinant d'abord les échantillons traités sur les deux faces, Il est possible de constater que AC a un ratio de diffusion de 0,07 (réduction du coefficient de diffusion de 93 %). En ce qui concerne les deux autres produits, AI et SC, la réduction est moins importante avec des ratios compris entre 0,23 et 0,24. Pour les échantillons traités sur une face, la réduction est beaucoup moins importante. Le ratio de AC passe de 0,07 à 0,23. Pour AI et SC, Le ratio augmente fortement et passe respectivement d'un ratio d'environ 0,23 et 0,24 à 0,64 et 0,69.



Figure 75 : Influence du traitement sur la diffusion des gaz (rapport de diffusion) dans les mortiers traités

## 3.3.2 Influence du type de matériau

Après avoir évalué l'impact des produits colmateurs sur la diffusion gazeuse des échantillons de mortier. Il est important d'évaluer leur efficacité sur les bétons des TAR mais également sur des pâtes de ciment. La Figure 76 compare les ratios de diffusion apportés par les trois produits sur les échantillons de mortier, béton des TAR et pâte de ciment. Pour les échantillons de mortier, le résultat présenté est une moyenne sur 3

échantillons. En ce qui concerne les bétons des TAR, le ratio est une moyenne sur 4 échantillons et enfin pour les pates de ciment, le ratio est une moyenne sur deux échantillons.

La première observation qui peut être faite est la forte efficacité de AC sur les trois types de matériaux avec un ratio de 0,03 sur la pâte de ciment et un ratio aux alentours de 0,2 sur les échantillons de mortier et de béton. AI affiche des ratios très différents suivant le type de matériau sur lequel il est appliqué. En effet, une efficacité maximale est observée sur la pâte de ciment avec un ratio de 0,01 et des réductions beaucoup plus faibles avec une plus grande variabilité sur les échantillons de mortier et des bétons TAR avec un ratio d'environ 0,65. Enfin pour SC, des ratios de 0,48, 0,69 et 0,78 sont à noter respectivement sur les échantillons de béton, mortier et pâte de ciment. Cette réduction est plus marquée sur les bétons et qui présentent le ratio de diffusion le plus faible des trois types de matériau.

Cependant, il est important de noter la forte variabilité des résultats des bétons. Ceci peut s'expliquer par la grande hétérogénéité de ces échantillons sur lesquels la fraction volumique des granulats peut être très différente d'un échantillon à un autre.





## 3.4 Efficacité vis-à-vis de la perméabilité au gaz

Les essais de perméabilité au gaz ont été réalisés pour chaque échantillon de mortier à trois pressions différentes de 2, 4 et 6 bars dans le but de déterminer graphiquement le coefficient de perméabilité intrinsèque. La perméabilité intrinsèque (Kv) est obtenue en extrapolant la courbe expérimentale: l'intersection avec l'axe vertical correspond à une pression d'essai infinie pour laquelle il n'existe plus d'écoulement moléculaire (Figure 77) (approche de Klinkenberg, 1941 [157]).



Figure 77 : Variation de la perméabilité mesurée Kg en fonction de la pression appliquée : détermination de la perméabilité intrinsèque Kv

En représentant les résultats en termes de ratio de perméabilité (= moyenne sur deux échantillons du rapport du coefficient de perméabilité intrinsèque avant après / coefficient de perméabilité intrinsèque avant traitement par les produits) (Figure 78), on constate une bonne efficacité de AC avec un ratio de 0,28. Et un ratio de 0,64 pour AI.

En ce qui concerne SC, aucune réduction de la perméabilité n'est observée (ratio d'environ 1). Ces résultats de SC sont comparables avec ceux des études menées par Basheer et al [8] et Dang et al [9] qui montrent que le silane et le siloxane n'ont pas d'effet significatif sur la perméabilité au gaz.



Figure 78 : Ratio de perméabilité des trois produis colmateurs

La (Figure 79) montre la corrélation entre les coefficients de diffusion De  $(O_2)$  et de perméabilité intrinsèque. On remarque une corrélation moyenne entre la diffusion et la

perméabilité au gaz. Ceci veut dire que le chemin parcouru par le gaz dans les différents échantillons, n'est pas tout à fait le même en diffusion et en perméation.



Figure 79 : Corrélation des perméabilités intrinsèques Kv avec les coefficients de diffusion gaz

En exprimant cette corrélation en termes de ratio de diffusion vs ratio de perméabilité (Figure 80), AC affiche une bonne corrélation contrairement aux deux autres produits. Cette différence de ratios de diffusion et de perméabilité veut dire que AI et surtout SC ont un effet différent sur ses deux mécanismes de transport.



Figure 80 : Corrélation entre diffusion et perméabilité au gaz

## CHAPITRE III : IMPACT DES PRODUITS COLMATEURS SUR LES PHENOMENES DE TRANSPORT ET DE LA CARBONATATION

## 3.5 Efficacité des produits vis-à-vis de la carbonatation accélérée

Les résultats des essais de carbonatation accélérée (Figure 81) ont été conformes à ceux de la diffusion (Figure 75). SC et AI réduisent l'épaisseur carbonatée. Elle est d'environ 5,5 à 5,6 mm sur les échantillons traités par SC et AI après 6 mois de carbonatation accélérée, tandis qu'elle est de 10 mm sur les échantillons non traités après la même période. Cette réduction apportée par la crème de silane (SC) est en phase avec les résultats de l'étude de Zhang et al [108]. Ces derniers ont observé dans leur étude, qu'un échantillon traité avec une crème à base de silane présente une épaisseur carbonatée de 5 mm à 28 jours, soit deux fois moins que l'échantillon non-traité (10 mm).

Pour AC, comme pour la diffusion gazeuse, l'efficacité du produit est plus importante que celle des deux autres produits. L'épaisseur carbonatée des échantillons traités avec AC est de 3,2 mm après 6 mois d'exposition.



Figure 81 : Influence du traitement sur la cinétique de carbonatation accélérée (25°C, 55% RH et 3% CO<sub>2</sub>)

## 3.6 Corrélation entre la carbonatation accélérée et la diffusion gaz

La carbonatation est gouvernée par la diffusion du  $CO_2$  à travers la zone carbonatée. La plupart des modèles de carbonatation existants sont basés sur la diffusion du  $CO_2$ .

Le modèle le plus simple est basé sur la solution analytique de la deuxième loi de Fick (en régime permanent) :

$$x_c(t) = k\sqrt{t}$$
 Équation 53

Avec : x<sub>c</sub> (t) profondeur carbonatée au temps t et k coefficient de carbonatation.

#### CHAPITRE III : IMPACT DES PRODUITS COLMATEURS SUR LES PHENOMENES DE TRANSPORT ET DE LA CARBONATATION

Dans le cadre de ce travail, afin de faire le lien entre la diffusion gazeuse et la vitesse de carbonatation, le modèle de Papadakis a été choisi [52], [53] avec lequel, k peut être écrit comme suit :

$$\mathbf{k} = \sqrt{\frac{2 D_c(CO_2)[CO_2]}{[CaO]}}$$
Équation 54

Avec:  $D_c(CO_2)$  coefficient de diffusion dans le matériau carbonaté,  $[CO_2]$  la concentration du CO<sub>2</sub> dans l'air et [CaO] la concentration de la matière carbonatable.

Pour un échantillon non traité (Ref), k peut s'écrire comme suit :

$$\mathbf{k}_{acc}^{Ref} = \sqrt{\frac{2 D_c^{Ref}(CO_2)[CO_2]}{[CaO]}}$$
Équation 55

Avec:  $k_{acc}^{Ref}$  coefficient de carbonatation accélérée de l'échantillon non traité et  $D_c^{Ref}(CO_2)$  coefficient de diffusion du CO<sub>2</sub> dans un matériau carbonaté non traité.

En ce qui concerne les échantillons traités, pour un échantillon traité avec le produit X, k s'écrit :

$$k_{acc}^{X} = \sqrt{\frac{D_{c}^{X}(CO_{2})[CO_{2}]}{[CaO]}}$$
 Équation 56

Avec:  $k_{acc}^{X}$  coefficient de carbonatation accélérée du matériau traité avec le produit X et  $D_{c}^{X}(CO_{2})$  coefficient de diffusion du  $CO_{2}$  dans un matériau carbonaté traité avec le produit X.

Il faut noter que les valeurs du coefficient de diffusion du  $CO_2$  à travers les matériaux carbonatés et traités n'ont pas été mesurés dans le cadre de ce travail de thèse. Par conséquent, l'hypothèse selon laquelle le produit a le même effet de réduction sur le mortier carbonaté que sur le matériau non carbonaté a été émise. Cette réduction est supposée identique quel que soit le gaz diffusant ( $CO_2$  ou  $O_2$ ), ce qui amène à :

$$\frac{D_c^X(CO_2)}{D_c^{Ref}(CO_2)} = \frac{D_{nc}^X(O_2)}{D_{nc}^{Ref}(O_2)} \tag{Équation 57}$$

En comparant les coefficients de carbonatation accélérée des échantillons traités et non traités, nous pouvons montrer que :

$$k_{acc}^{X} = k_{acc}^{Ref} \sqrt{\frac{D_{nc}^{X}(O_{2})}{D_{nc}^{Ref}(O_{2})}}$$
 Équation 58
Avec :  $k_{acc}^{Ref}$  et  $k_{acc}^{X}$  les coefficients de carbonatation accélérée des matériaux traités et non traités par le produit X;  $D_{nc}^{Ref}(O_2) D_{nc}^{X}(O_2)$  les coefficients de diffusion dans les matériaux non carbonatés et carbonatés.

La Figure 82 compare les coefficients de carbonatation estimés (k <sub>estimé</sub>) avec les coefficients mesurés expérimentalement (k <sub>mesuré</sub>). Les résultats montrent une bonne corrélation entre la diffusion gaz et les résultats de la carbonatation accélérée.



Figure 82 : Comparaison entre la diffusion gazeuse et la carbonatation accélérée

On peut alors estimer l'impact des produits sur le temps de carbonatation de l'enrobage du béton. Nous considérons un élément structurel en béton armé soumis à l'atmosphère (température ambiante, RH = environ 55 % et 0,03 % of  $CO_2$ ), sa cinétique de carbonatation peut être déterminée à l'aide la formule suivante :

$$\mathbf{e} = \mathbf{k}_{nat} \sqrt{\mathbf{t}_c}$$
 Équation 59

Avec :  $t_c$  le temps nécessaire pour carbonater l'enrobage d'épaisseur e et  $k_{nat}$  le coefficient de carbonatation en conditions naturelles (0,03% de CO<sub>2</sub>).

Selon le modèle de Papadakis, knat peut être déterminé comme suit :

$$\mathbf{k}_{nat} = \mathbf{k}_{acc} \sqrt{\frac{[CO_2]_{nat}}{[CO_2]_{acc}}} = \mathbf{k}_{acc} \sqrt{\frac{0.03\%}{3.00\%}} = \frac{\mathbf{k}_{acc}}{10}$$
Équation 60

t<sub>c</sub> peut ainsi s'écrire comme ceci :

$$t_{c} = 100 \left(\frac{e}{k_{acc}}\right)^{2}$$
 Équation 61

Ensuite, afin d'estimer l'apport des produits en termes de gain de temps de carbonatation, Le ratio  $\frac{t_c^X}{t_c^{Ref}}$  peut être calculé comme suit :

Le (Tableau 10) donne le gain apporté par les produits en termes de temps de carbonatation.

Tableau 10 : Estimation du gain sur le temps de carbonatation apporté par les produits (équation 10)

	Ref	AI	SC	AC
$k_{acc} ({\rm mm}/{\rm d}^{0.5})$	0,79	0,50	0,44	0,27
$(t_c^X/t_c^{NT})$	1,0	2,5	3,2	8,6

Le gain sur le temps de carbonatation est estimé à 2,5 pour AI, 3,2 pour SC et un gain maximum de 8,56 pour AC. Après l'évaluation de l'efficacité des produits à court terme, leur durabilité a été étudié dans la partie suivante §3.7.

# 3.7 Durabilité des produits

La durabilité des produits colmateurs a été étudiée en menant des essais de vieillissement accéléré et en caractérisant ensuite la dégradation des produits et en évaluant leur perte de performance (diffusion gazeuse et carbonatation accélérée). La Figure 83 montre l'évolution de l'aspect visuel des échantillons des deux produits acryliques, AI et AC au cours du vieillissement accéléré.

Temps de Vieillissement Produit	0 h	480 h	1000 h
AI			
AC			

Figure 83 : Echantillons vieillis à différents temps de vieillissement

#### 3.7.1 Caractérisation du vieillissement par spectroscopie ATR-FTIR

Les Figure 84 et Figure 85 présentent les spectres infrarouge obtenus par spectroscopie FTIR en mode ATR des deux produits, AI et AC, avant et après vieillissement.



Figure 84 : Spectres FTIR des échantillons AI avant le vieillissement et après plusieurs durées de vieillissement

Les résultats de la Figure 84 montrent qu'il y a des modifications plus au moins importantes qui sont observées sur les spectres infrarouge des échantillons AI de t=0h à t = 480h de vieillissement. Cependant à t =1000h, une augmentation de l'absorbance dans la zone spectrale des produits d'oxydation (liaisons CO et OH) est observée. Cela indique un vieillissement significatif de l'AI par oxydation.



Figure 85 : Spectres FTIR des échantillons AC avant le vieillissement et après plusieurs durées de vieillissement

Les spectres FTIR-ATR de AC (Figure 85) montrent une grande variabilité entre les différents temps de vieillissement mais aucune tendance n'est observée. Néanmoins, il est possible d'affirmer la bonne résistance au vieillissement de ce produit puisque le principal indicateur de vieillissement qui est l'augmentation de la bande carbonyles (liaisons CO) et hydroxyle (liaisons OH) n'est pas observé dans les spectres de AC.

Les résultats de cette étude ont montré un vieillissement de AI et une bonne résistance de AC. Ces résultats donnent seulement une indication sur le vieillissement des deux produits acryliques. Ceci aidera dans l'interprétation des résultats de l'étude de durabilité.

#### 3.7.2 Diffusion gaz

La (Figure 86) montre les résultats de la diffusion gazeuse après vieillissement. Deux fonctions ont été calibrées pour voir la tendance sur des périodes plus longues. Il s'agit d'une fonction logistique pour SC et AC :

$$\frac{D_{nc}^X(0_2)}{D_{nc}^{Ref}(0_2)} = \frac{C}{1 + Aexp(-Bt)} \label{eq:eq:expectation} \acute{Equation} \ 63$$

Avec les termes A, B et C de la fonction logistique.

Et une fonction polynomiale du quatrième degré pour AI :

$$\frac{D_{nc}^{X}(O_2)}{D_{nc}^{Ref}(O_2)} = \mathbf{E} t^4 + Ft^3 + Gt^2 + Ht + I$$
 Équation 64

Avec E, F, G, H et I les termes de de la fonction polynomiale.



Figure 86 : Évolution du coefficient de diffusion en fonction du nombre d'heures de vieillissement

En examinant l'efficacité des produits après vieillissement, on observe que les résultats de l'étude (Figure 86) montrent une augmentation du coefficient de diffusion gazeuse des échantillons traités par SC après quelques centaines d'heures de vieillissement accéléré, mais qui se stabilise ensuite avec une efficacité non-nulle. Pour AC, il n'y a pas d'augmentation du coefficient de diffusion après 1750 heures. Quant à l'AI, après une forte augmentation du ratio pendant les premières centaines d'heures, une baisse très significative est observée. Cette baisse va en dessous de la réduction apportée par ce produit avant le vieillissement. Autrement dit, après une phase de dégradation, le vieillissement améliore significativement l'efficacité de ce produit et ce malgré sa dégradation observée avec la FTIR. Beushausen et al [130] ont également observé une tendance similaire après vieillissement sur différents produits acryliques.

# 3.7.3 Carbonatation accélérée

La (Figure 87) donne les épaisseurs carbonatées des échantillons traités par les différents produits vieillis avec différents temps et mis en carbonatation accélérée ensuite pendant 28 jours.

Les résultats (Figure 87) de l'étude de la carbonatation sur des échantillons vieillis confirment ce qui a été observé dans les sections précédentes (§3.7.1 et 3.7.2). En effet, le même comportement a été observé avec une forte augmentation de l'épaisseur carbonatée des échantillons traités AI et SC et une quasi-stabilité pour les échantillons traités par AC. Ces résultats sont conformes à ceux de Beushausen et al [130] et Li et al [158], qui ont observé une très bonne tenue au vieillissement de différents produits de revêtements.



Figure 87 : Évolution de l'épaisseur carbonatée en fonction du nombre d'heure de vieillissement

On note l'impact de l'épaisseur du produit de revêtement sur sa tenue au vieillissement (§3.1). Ainsi, on note une très bonne résistance au vieillissement du AC. Alors qu'en ce qui concerne AI, une dégradation très importante due au vieillissement est constatée.

En ce qui concerne le SC, ce produit ne devrait pas se dégrader sous exposition aux UV, car il s'agit d'un produit à base de silane. Cette dégradation est probablement due aux cycles hydriques (condensation et pulvérisation) et à l'élévation de la température (jusqu'à 70 °C).

En comparant les coefficients de carbonatation estimés ( $k_{estimé}$ ) avec les coefficients mesurés expérimentalement ( $k_{mesuré}$ ) comme cela a été décrit dans la partie §3.6 Les résultats de la Figure 88 montrent qu'après vieillissement, la bonne corrélation entre la diffusion et les résultats de la carbonatation accélérée qui a été observée dans la partie §3.6 est toujours observée pour AC. Ce n'est pas le cas de AI pour lequel un écart entre le  $k_{estimé}$  et le  $k_{mesuré}$ est observé. Autrement dit, on constate des tendances différentes en diffusion et en carbonatation accélérée.



Figure 88 : Comparaison entre la diffusion gazeuse et la carbonatation accélérée avant et après vieillissement

# 3.8 Projections de durabilité

Les résultats de l'étude de vieillissement accéléré sont intéressants et donnent une indication sur la durabilité des produits colmateurs. Cependant, une projection sur le vieillissement dans des conditions naturelles (en années) est essentielle pour juger de l'intérêt de l'application des produits. Pour cela, une étude paramétrique a été réalisé en faisant varier la date d'application des produits et en regardant le gain sur le temps de carbonatation de l'enrobage sur les années qui suivent.

La corrélation entre le vieillissement accéléré et le vieillissement naturel est très difficile à établir. Dans cette étude, nous supposons, sur la base de certaines données et estimations trouvées dans la littérature [130], [158], que le facteur d'accélération est de 50 dans le l'enceinte de vieillissement QUV par rapport aux conditions de vieillissement naturel (Equation 13).

Il est à noter que pour AI, les projections ont été faite en ne prenant pas en compte l'amélioration observée de son efficacité après quelques centaines d'heures de vieillissement. La partie qui a été prise en compte est uniquement la première phase durant laquelle une forte dégradation a été observée.

Le vieillissement des produits est décrit par la fonction suivante :

$$\frac{D_{nc}^{X}(O_2)}{D_{nc}^{Ref}(O_2)} = \frac{C}{1 + Aexp\left(-\frac{Bt}{50}\right)}$$
 Équation 65



Figure 89 : Evolution du coefficient de diffusion en fonction du vieillissement naturel

La Figure 89 donne une projection de l'efficacité des produits dans le temps. Cette projection montre l'excellente résistance au vieillissement de AC, qui reste pleinement efficace après plusieurs années. Ce qui n'est pas le cas des deux autres produits (AI et SC) qui se dégradent très rapidement jusqu'à atteindre un plateau et conservent donc une efficacité faible. Ceci est probablement dû à la présence de fragments de produits après dégradation qui ralentissent la diffusion gaz.

L'estimation de la vitesse de carbonatation a été faite sur la base des variations des coefficients de diffusion. Ensuite, il est intéressant d'évaluer l'évolution de la profondeur de carbonatation dans un enrobage en béton. Pour cela, l'approche itérative est utilisée comme suit :

$$x(t) = \int_0^t dx = \int_0^t \left(\frac{k_{Ref}^{acc}}{10}\right) \sqrt{\frac{D_{nc}^X(O_2)}{D_{nc}^{Ref}(O_2)}} \frac{dt}{2\sqrt{t}}$$
Équation 66

Dans cette partie, différents scénarios d'application ont été imaginés afin d'étudier l'intérêt d'appliquer les produits en préventif sur des ouvrages neufs mais également sur des ouvrages existants de 10, 20 ou 40 ans comme c'est le cas des TAR. La Figure 90 présente les résultats d'une étude paramétrique sur l'effet de la date d'application des produits (entre 0 et 40 ans) sur la vitesse de carbonatation sur les années suivantes.



Figure 90 : Estimation comparative du temps de carbonatation d'un enrobage de béton lorsque les différents produits sont appliqués : a) sur une nouvelle construction ; b),c),d) respectivement 10, 20 et 40 ans après la construction

Tous ces scénarios montrent qu'un seul produit se démarque, il s'agit du AC avec un gain de temps très important sur la profondeur carbonatée des enrobages en béton des ouvrages neufs avec une profondeur réduite de moitié 60 ans après son application. Les réductions sont beaucoup moins importantes lorsque ce produit est appliqué après quelques décennies. Les deux autres produits, AI et SC conduisent à un léger gain de temps sur la profondeur carbonatée mais n'ont pratiquement aucun effet lorsqu'ils sont appliqués sur des structures qui sont vieilles de dix ans ou plus.

# 4. Influence des fissures

Dans la littérature, les études sur l'efficacité des produits de protection des surfaces en béton ont porté sur des échantillons non-fissurés. Cependant, les parements des structures en béton sont très souvent fissurés. C'est pourquoi, une étude sur les matériaux pré-fissurés a été réalisée.

# 4.1 Diffusion gaz

# 4.1.1 Fissuration des échantillons annulaires

Les essais de fissuration des anneaux par le biais du dispositif « cœur expansif » ont permis l'obtention de 4 à 7 fissures par échantillon (6 échantillons au total) en appliquant une charge de 12 kN avec des ouvertures résiduelles allant jusqu'à 720 µm et des ouvertures sous chargement allant jusqu'à 1 mm (Tableau 11). Ces mesures d'ouvertures de fissures ont été obtenues en utilisant un logiciel d'analyse d'images : ImageJ avec une résolution de  $\approx$  42,0 pixels/mm.



Figure 91 : Exemple de l'état de fissuration d'un échantillon annulaire avec et sans chargement : E1

Après la fissuration, les échantillons ont été traités par les trois produits (2 échantillons par produits). Des essais de diffusion ont été réalisés sur chaque échantillon selon le scénario suivant (Figure 92):





Numéro	Nomhr	0	nvertu	re ma	vimale	des fis	sures (i	im)	Somme des
d'échantillon	e de	Guverture maximate des instates (µm)						ouvertures	
a conuntinon	fissures								maximales
	11554105								(um)
		F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	- (μΠ)
F1 chargé*	6	85	690	79	630	28	190		3430
Di chuige	0	0	070	0	000	0	170		0 100
E1	6	55	490	39	440	18	140	-	2190
déchargé**		0		0		0			
E2 chargé	5	31	230	29	650	38	-	-	1860
_		0		0		0			
E2 déchargé	5	21	140	18	520	29	-	-	1340
_		0		0		0			
E3 chargé	5	61	710	38	300	33	-	-	2330
		0		0		0			
E3 déchargé	5	39	530	27	110	25	-	-	1550
		0		0		0			
E4 chargé	7	60	390	35	830	30	230	250	2700
_		0		0		0			
E4 déchargé	7	53	120	19	590	64	60	110	2130
_		0		0		0			
E5 chargé	6	70	380	35	320	27	250	-	2270
_		0		0		0			
E5 déchargé	6	54	130	11	120	90	130	-	1120
_		0		0					
E6 chargé	4	46	100	93	420	-	-	-	2810
		0	0	0					
E6 déchargé	4	19	720	26	210	-	-	-	1380
		0		0					

Tableau 11 : Etat de fissuration (nombre et ouvertures) des échantillons annulaires

\* Chargé: échantillon avec le dispositif « cœur expansif »

\*\* Déchargé: échantillon sur lequel le dispositif cœur expansif a été enlevé après sa fissuration

# 4.1.2 Effet de la fissuration et du chargement mécanique sur l'efficacité des produits

La Figure 93 montre l'évolution de la diffusion en fonction de l'état de fissuration des échantillons non traités. Une certaine corrélation entre l'état de fissuration de l'échantillon et le coefficient de diffusion de  $O_2$  est observée avec un coefficient de diffusion qui augmente avec le nombre et les ouvertures de fissures.



Figure 93 : Effet de la fissuration sur la diffusion de O2

La Figure 94 donne les ratios de diffusion des 3 produits. SC à un ratio très proche de 1, ce qui signifie que ce produit n'a aucune efficacité vis-à-vis de la diffusion gazeuse dans les matériaux fissurés. En ce qui concerne les deux autres produits, AI a un ratio de 0,86 et AC un ratio de 0,75 ce qui signifie que leur efficacité est limitée et qu'ils colmatent une petite partie des fissures.



Figure 94 : Ratio de diffusion dans les échantillons fissurés

En comparant ces résultats avec ceux obtenus sur les échantillons non fissurés (Figure 95), une grande différence en termes de réduction du coefficient de diffusion est à noter. Cette différence est plus marquée pour AC, avec un ratio de 0,23 pour un matériau non fissuré qui est multiplié par trois dans le cas d'un matériau fissuré.



Figure 95 : Comparaison des ratios de diffusion dans les échantillons fissurés et non fissurés

La résistance des produits aux chargements mécaniques est un facteur déterminant quant à leur efficacité à long terme. Car les TAR subissent des chargements thermo-hydriques et sollicitations dues à l'effet du vent et du tassement différentiel. Pour évaluer cette résistance, les échantillons annulaires fissurés et traités par les trois produits ont subi par la suite 3 chargements de 4, 8 et 12 kN, des essais de diffusion ont été ensuite réalisés après chaque rechargement. Chaque point sur la Figure 96 est une moyenne faite sur deux échantillons. Les résultats montrent une très bonne résistance de AC avec un ratio de diffusion qui reste inférieur à 1 (efficacité faible) après un rechargement de 8 kN. Cependant avec un rechargement de 12 kN, le ratio de diffusion devient supérieur à 1.

En ce qui concerne AI, le ratio augmente fortement pour devenir supérieur à 1 dès le premier rechargement à 4kN. Et enfin pour SC, le produit n'apporte aucune efficacité sur matériau fissuré et donc le ratio de diffusion de l'échantillon traité par ce produit augmente fortement avec le chargement et dépasse 3 avec un rechargement de 12 kN.



Figure 96 : Evolution du ratio de diffusion en fonction du rechargement mécanique

# 4.2 Carbonatation accélérée

Cette étude de carbonatation accélérée a été menée sur des prismes pré-fissurés avec deux valeurs d'ouverture résiduelle (100  $\mu$ m et 500  $\mu$ m) et traités par la suite par les différents produits avant d'être mis en carbonatation accélérée pour des durées d'exposition de 30 et 90 jours.



Figure 97 : Longueurs carbonatées à l'interface acier/mortier à échéance de 90 jours de carbonatation accélérée

Les résultats (Figure 97 et Figure 98) montrent que la SC ne permet pas d'éviter la carbonatation de l'interface acier/mortier au voisinage de la fissure, même pour des ouvertures de fissures de 100  $\mu$ m. En effet, ce produit n'a pas la capacité de colmater les fissures de cette gamme d'ouverture. En ce qui concerne les autres produits, AI et AC semblent être capables de colmater partiellement ou complètement les fissures avec une ouverture comprise entre 100  $\mu$ m et 500  $\mu$ m, car la longueur carbonatée dans l'interface acier/mortier (CL) est fortement réduite par l'application de ces deux produits. En effet, pour une ouverture de fissure de 100  $\mu$ m, la longueur carbonatée dans les prismes traités avec ces deux produits est inférieure à 1 cm à 90 jours alors que celle mesurée dans les prismes non traités est d'environ 6,5 cm. La même tendance est observée pour une ouverture de fissure de 500  $\mu$ m, la longueur carbonatée dans les prismes traités avec AI et AC est d'environ 2 cm à 90 jours alors que celle mesurée dans les prismes non traités est d'environ 9 cm.



Figure 98 : Longueur de carbonatation à l'interface acier/mortier par rapport à la racine carrée du temps : (a) ouverture de la fissure de 100 µm ; (b) ouverture de la fissure de 500 µm

# 5. Comparaison des produits

Dans cette partie, La comparaison entre les produits est présentée sous forme de diagramme radar qui résume les aspects étudiés dans ce chapitre en quatre indicateurs (Figure 99):

- Diffusion
- Résistance à la carbonatation
- Tenue au vieillissement
- Efficacité sur matériau fissuré

Ces indicateurs ont été calculés comme indiqué dans le Tableau 12. L'efficacité du produit augmente avec la surface colorée.



Figure 99 : Diagramme radar résumant l'efficacité des produits de protection sur les mortiers

Indicateur		Calcul
Diffusion	Α	= (1- ratio de diffusion)
Résistance à la	В	$=(1-(t_{c}^{NT}/t_{c}^{X}))$
carbonation		
Tenue au	С	= (1- ratio de diffusion) à t= 240 h de vieillissement (correspond à la
vieillissement		dégradation maximale des produits)
Efficacité sur matériau fissuré	D	$=\frac{(1-(\frac{Lc(X)}{Lc(Ref)}))+(1-ratio de diffusion du matériau fissuré)}{2}$

Tableau 12 : Calcul des indicateurs

Avec : ratio de diffusion = De (O<sub>2</sub>) traité sur une face /non traité ; Lc (X) = longueur carbonatée à l'interface acier/mortier dans les échantillons traités par le produit X à échéance de 90 jours ; Lc (Ref) = longueur carbonatée a l'interface acier/mortier dans les échantillons non traités par le produit X à échéance de 90 jours et ratio de diffusion du matériau fissuré = De (O<sub>2</sub>) de l'échantillon fissuré/ non fissuré).

Dans cette étude, l'efficacité d'un produit en particulier a été démontrée, à savoir le revêtement acrylique (AC). En effet, ce produit a montré son efficacité sur des matériaux non fissurés et sa capacité à colmater au moins partiellement des fissures avec une ouverture de quelques centaines de µm. Ce produit a également montré sa bonne résistance au vieillissement, contrairement aux deux autres produits. Comme on peut le voir sur la Figure 99 qui résume l'efficacité des produits dans les différentes conditions de cette étude.

# 6. Conclusion

Cette étude a permis de comparer l'efficacité de trois produits de protection de surface du béton. Un produit se démarque, le revêtement acrylique (AC). Il est important de rappeler que l'efficacité du produit vis-à-vis du transport gazeux et de la carbonatation est conditionnée par plusieurs paramètres. Les plus importants sont :

- L'application a été faite sur du mortier nouvellement fabriqué, sur lequel nous avons vu que l'application d'un produit comme AC semble adéquate avec une grande efficacité immédiate, une grande durabilité. En d'autres termes, les projections de durabilité ont montré que l'application du produit sur de nouvelles structures permet un gain de temps très important sur la profondeur carbonatée de l'enrobage du béton. En revanche, si on l'applique après une dizaine d'années, il a beaucoup moins d'impact sur la cinétique de carbonatation de l'enrobage et donc la question de l'intérêt d'appliquer le produit sur des structures qui ont quelques dizaines d'années se pose.
- Le produit a montré sa capacité à colmater des fissures de quelques centaines de µm mais ne serait probablement pas capable de colmater des fissures avec une ouverture plus grande (> 1 mm). Pour cette raison, une analyse détaillée du réseau de fissures de la structure est nécessaire avant toute application du produit, car les fissures sont présentes presque systématiquement sur toute surface des structures en béton et constituent la voie privilégiée de pénétration du CO<sub>2</sub> dans le béton.

Il est important de noter que ces conclusions ont été faites uniquement sur le gain de temps apporté par l'application des produits sur la carbonation de l'enrobage. Dans le chapitre suivant, nous allons nous placer dans le cas où la corrosion a été initiée et/ou l'enrobage a été totalement carbonaté, afin d'évaluer l'apport de l'application des produits colmateurs vis-à-vis de la cinétique de corrosion.

# Chapitre IV :

# Corrosion des armatures

# 1. Introduction

Après avoir étudié l'impact des produits colmateurs sur les phénomènes qui précèdent la corrosion des armatures, leur efficacité sur cette dernière a été étudiée dans ce chapitre. L'étude relative à la corrosion a été menée à l'aide de deux types d'échantillons : des prismes ( $7 \times 7 \times 28$  cm) et des poutrelles ( $15 \times 15 \times 55$  cm).

Dans la première partie de ce chapitre, les effets des produits colmateurs et du rechargement mécanique sur la corrosion des armatures noyées dans les prismes ont été étudiés en utilisant les deux méthodes de suivi de corrosion décrites dans les chapitre II (mesure gravimétrique et suivi instantané du courant de corrosion).

Dans la seconde partie, la corrosion dans les poutrelles avec deux lits d'armature a été abordée. Les objectifs étant d'étudier dans un premier temps l'effet de la qualité de l'interface acier/mortier « Top bar effect » sur la corrosion. Ensuite, l'efficacité des produits colmateurs a été évaluée sur ces échantillons de grande taille. Et enfin, l'effet du rechargement mécanique a également été étudié en faisant varier le nombre et les valeurs de chargement en flexion trois points.

En ce qui concerne l'effet des produits colmateurs, le moment de leur application est un paramètre potentiellement déterminant quant à leur efficacité. Dans le chapitre précédent (chapitre III), ils ont été appliqués sur des échantillons neufs avant carbonatation ce qui a permis de simuler le cas d'une application sur un ouvrage neuf. Il est cependant important d'évaluer leur efficacité dans le cas où ils sont appliqués sur des ouvrages vieillissants dans lesquels la corrosion est éventuellement déjà initiée, comme c'est le cas pour certaines TAR. C'est pour cette raison que dans ce chapitre les produits ont été appliqués avant l'initiation de la corrosion dans le cas de l'étude sur les poutrelles, et ils ont été appliqués après son initiation (après 14 à 15 cycles d'humidification-séchage) en ce qui concerne l'étude sur les échantillons prismatiques.

# 2. Etude de corrosion sur les échantillons prismatiques

Dans cette partie les résultats de l'étude de corrosion sur les échantillons prismatiques préfissurés avec deux ouvertures de fissures sont présentés.

# 2.1 Résultats des mesures gravimétriques

# 2.1.1 Effet des produits colmateurs (scénario 1)

Dans ce scénario, les produits ont été appliqués une fois la corrosion initiée. Les échantillons ont été inspectés visuellement (mesure de la longueur corrodée) et par mesure gravimétrique (détermination de la perte de masse en fer) à 3 échéances : 15, 30 et 60 cycles de pluie/séchage. La cinétique de corrosion a été ensuite calculée comme décrit dans le chapitre II (§ 7.3.1).

# 2.1.1.1 Longueur corrodée

A chaque échéance, les éprouvettes ont été fendues et les longueurs carbonatées et corrodées ont été mesurées (Figure 100) avant que les mesures gravimétriques soient réalisées sur les armatures.



Figure 100 : Exemple de mesure des longueur corrodée et carbonatée sur un prisme 7×7×28 cm

La Figure 101 montre l'évolution de la longueur corrodée moyenne mesurée sur deux éprouvettes corrodées pour chaque durée d'exposition et pour chaque produit appliqué. Il a été observé que la longueur corrodée augmente avec l'ouverture résiduelle de fissure et tend à se stabiliser après 30-60 cycles de pluie/séchage. Cette observation correspond à celles des études réalisées par Ghantous [1] et Tremper [159]. La longueur corrodée moyenne est d'environ 3 cm après 60 cycles pour les ouvertures de fissures de 100  $\mu$ m et est d'environ 5 cm pour les ouvertures de 500  $\mu$ m.



Figure 101 : Evolution de la longueur corrodée à l'interface acier/mortier en fonction de la durée d'exposition

En divisant ces longueurs corrodées sur les longueurs carbonatées à l'interface acier/mortier (Figure 102), on observe que ce ratio augmente durant les premiers cycles de pluie/séchage et se stabilise à une valeur d'environ 1 à 60 cycles. Ceci veut dire que les produits de corrosion se forment sur toute la longueur de la zone carbonatée et qu'une fois que cette longueur se corrode entièrement les produits ne se forment plus. Le reste de l'acier est toujours passif et joue le rôle de cathode.



Figure 102 : Evolution du rapport (longueur corrodée/longueur carbonatée) en fonction de la durée d'exposition

#### 2.1.1.2 Perte de masse

La Figure 103 présente les résultats du suivi de la perte de masse obtenus par mesures gravimétriques. Chaque point de cette figure est une valeur moyenne de la perte de masse en fer mesurée sur deux échantillons soumis aux mêmes conditions.

Une augmentation de la perte de masse en fer avec le nombre de cycles et avec l'ouverture de fissure est observée. Elle tend ensuite à se stabiliser entre 30 et 60 cycles. Cette observation correspond à celles faites par Tutti [78] et Ghantous [1]. Il est cependant important de noter la très grande variabilité des résultats, rendant l'observation d'un

éventuel effet bénéfique de l'application des produits colmateurs impossible. En effet, aucun effet n'est observé après l'application des produits.



Figure 103 : Evolution de la perte de masse en fer en fonction de la durée d'exposition

#### 2.1.1.3 Cinétique de corrosion

En représentant les résultats en terme de cinétique de corrosion (Figure 104), il a été constaté que la vitesse de corrosion moyenne diminue fortement après 60 cycles d'humidification/séchage en raison de la précipitation des produits de corrosion qui tendent à colmater le fond des fissures et limiter l'accès de l'eau et de l'oxygène au niveau de l'interface acier/mortier, ce qui ralentit la propagation de la corrosion et peut entraîner la repassivation des barres d'acier. Cette diminution de la cinétique de corrosion peut être due à la densification des produits de corrosion qui étant peu conducteurs ralentissent les

échanges ioniques ente l'anode et la cathode. Ceci est en adéquation avec les conclusions des études expérimentales de Ghantous et al et de Tuutti [1], [78]; et de la modélisation proposée par Millard et L'Hostis [160]. On peut également noter qu'après 60 cycles, la vitesse de corrosion moyenne ne dépend plus de l'ouverture résiduelle de fissure et se situe entre 10 et 20  $\mu$ m/an, ce qui veut dire que la vitesse de corrosion instantanée est sans doute 10 fois plus faible. On peut alors affirmer que l'ouverture de fissure n'a pas d'influence sur la phase de propagation de la corrosion. Cette constatation rejoint les conclusions des études de Francois et Arliguie [67], Mohammed et al [74] et Ghantous et al [1].



Figure 104 : Évolution de la vitesse de corrosion en fonction de la durée d'exposition aux cycles de pluie (scénario 1)

L'impact des produits colmateurs sur la cinétique de corrosion est difficile à quantifier. Cela est probablement dû à la faible vitesse de corrosion moyenne ( $10 \mu m/an$  après 6 mois) d'une part et à la nature de la technique de mesure de la vitesse de corrosion d'autre part. La mesure gravimétrique ne semble pas adéquate pour observer un effet instantané sur la corrosion après l'application des produits. La raison est que cette méthode donne la vitesse de corrosion moyenne sur toute la durée d'exposition depuis son initiation. C'est pour cela que l'effet des produits colmateurs a été étudié en réalisant un suivi instantané du courant de corrosion. Ces résultats seront présentés dans la section §2.2.1.

#### 2.1.2 Effet du rechargement mécanique / réouverture de fissure

# (scénario 2)

Afin d'évaluer l'impact du rechargement mécanique / réouverture de fissure sur la cinétique de corrosion, deux rechargements mécaniques ont été réalisés après 60 et 70 cycles de pluie (180 et 210 jours). Ces échéances ont été choisies en se basant sur les résultats de l'étude de Ghantous [1]. En effet, l'auteur a constaté que la cinétique de corrosion n'évoluait plus après 180 jours d'exposition dans des conditions similaires.

Pour déterminer la valeur de chargement maximal à appliquer pour réouvrir les fissures sans créer de nouveaux endommagements à l'interface acier/mortier et sans augmenter l'ouverture résiduelle initiale, une montée en charge progressive a été adoptée et les valeurs ont été fixées à 2 et 3 kN pour respectivement les ouvertures de 100 et 500  $\mu$ m. Un changement du comportement « élastique » des éprouvettes a été constaté comme le montre la Figure 105. En effet, après 60 cycles de corrosion, un chargement de 7 kN sur un échantillon avec une ouverture de fissure de 500  $\mu$ m génère une augmentation d'ouverture de fissure de 200  $\mu$ m alors que pendant la fissuration initiale de l'échantillon, un chargement de 19 kN (soit presque 3 fois plus grand) engendre une augmentation de l'ouverture de 100  $\mu$ m seulement.



Figure 105 : Valeurs des chargements et rechargements en fonction des ouvertures de fissures correspondantes



Figure 106 : Evolution de la cinétique de corrosion après rechargement mécanique après 6 mois de corrosion de : (a) 2kN pour les ouvertures de 100 µm et (b) 3kN pour les ouvertures de 500 µm

La Figure 106 présente les résultats de la vitesse de corrosion par gravimétrie des échantillons non traités ayant subis un rechargement de 2 kN pour les ouvertures résiduelles de 100  $\mu$ m et d'une valeur de 3 kN pour les ouvertures de 500  $\mu$ m. Ces résultats montrent qu'il n'y a pas d'effet notable de la réouverture de fissure sur la cinétique de corrosion. Ceci est probablement dû aux faibles valeurs du rechargement mécanique. C'est pourquoi, il a été décidé d'appliquer un chargement 3 fois plus grand même si cela implique une augmentation de l'ouverture résiduelle de fissure (Figure 107).



Figure 107 : Valeurs du chargement initial et rechargement en fonction des ouvertures de fissures correspondantes

la Figure 108 présente les résultats du suivi de la cinétique de corrosion réalisé sur des échantillons non traités et traités par les différents produits avec deux rechargements (Figure 107) effectués après 60 et 70 cycles de pluie.



(a) Application des produits, (b) 1<sup>er</sup> rechargement, (c) 2<sup>éme</sup> rechargement
Figure 108 : Évolution du de la vitesse de corrosion en fonction du nombre de cycles pluie après rechargement mécanique

Les résultats (Figure 108) montrent une légère augmentation de la vitesse de corrosion après le premier rechargement qui tend ensuite à diminuer assez rapidement aprés ce premier rechargement. Le second rechargement n'engendre pas d'augmentation de la cinétique. Cette dernière continue à décroitre. Cela peut être dû à la réouverture des fissures mais cela peut également être causé par une dégradation de l'interface acier/mortier après rechargement selon Otieno et al [161].

Après cette premiere campagne expérimentale où le raisonnement était basé sur les valeurs du chargement appliqué, une campagne complémentaire a été réalisée. Elle consiste à appliquer 4 cycles de fermeture/ouverture de fissure à faibles valeurs de chargement (2 et 3 kN) (Figure 109) sans pour autant augmenter l'ouverture résiduelle des fissures. Le but de cette nouvelle étude étant de simuler les petites variations des ouvertures de fissures

observées sur les TAR sous l'effet du chargement thermique notamment (saisonnier et journalier). Ces cycles ont été appliqués à deux échéances : 30 et 45 cycles d'humidification/séchage. Il est a noter que dans cette partie, un seul produit a été étudié : AI (choix de l'industriel).

La Figure 109 montre les cycles d'ouverture / fermeture de fissures appliqués sur les prismes dans le cadre de cette nouvelle campagne expérimentale.



Figure 109 : Cycles d'ouverture/fermeture de fissures

La Figure 110 présente les résultats du suivi de la cinétique de corrosion réalisé sur des échantillons traités par AI et des échantillons non traités ayants subi les quatre cycles d'ouverture/fermeture. Une augmentation de la cinétique de corrosion est observée sur les ouvertures de 100  $\mu$ m. Cet effet est plus marqué pour les échantillons traités par AI. Pour les ouvertures de 500  $\mu$ m, l'effet de ces cycles est beaucoup moins visible. Cependant, cet impact de la réouverture des fissures (par rechargement mécanique) sur la corrosion est difficile à quantifier à cause de la grande variabilité des résultats qui est probablement due à la nature de la technique de mesure gravimétrique, qui donne un résultat moyen sur l'ensemble de la durée d'exposition aux cycles de pluie / séchage. C'est pour cette raison que cette partie a été complétée par les résultats du suivi instantané du courant de corrosion (§ 2.2.2).



(a) Application des produits, (b) 1<sup>er</sup> rechargement, (c) 2<sup>éme</sup> rechargement Figure 110 : Évolution du de la vitesse de corrosion en fonction du nombre de cycles pluie (scénario 2)

# 2.2 Résultats du suivi instantané de la corrosion

Dans cette partie, les résultats sont présentés sous la forme de courant de corrosion global qui a été estimée comme cela a été expliqué dans la section § 7.3.2 du chapitre II.

La Figure 111 compare le courant de corrosion de 3 échantillons non traités. Les résultats montrent une augmentation immédiate du courant de corrosion à chaque humidification, qui diminue fortement dès l'arrêt de la phase d'humidification, et ne recommence qu'au cycle suivant. Chaque pic sur le graphe correspond donc à un cycle de pluie.



Figure 111 : Evolution du courant de corrosion global estimé en fonction de la durée d'exposition

#### 2.2.1 Effet des produits colmateurs

Les Figure 112, Figure 113 et Figure 114 donnent les résultats de l'évolution du courant de corrosion en fonction de la durée d'exposition. Sur chacune de ces figures, un échantillon non traité (Ref 2) est comparé à un échantillon traité par l'un des produits. Pour les

ouvertures de fissure de 100  $\mu$ m, tous les produits ont été appliqués après 18 jours d'exposition (14 cycles). En ce qui concerne les ouvertures de 500  $\mu$ m, AC et SC ont été appliqués après 18 jours d'exposition. Ce n'est pas le cas de AI. Car après l'avoir appliqué à la même échéance (18 jours) le montage électrique de l'échantillon traité a été abimé. Par conséquent un autre échantillon a été traité par ce produit après 32 jours d'exposition (19 cycles) d'où le décalage observé sur la courbe de la Figure 114.



Figure 112 : Comparaison du courant de corrosion global estimé dans un échantillon traité par SC avec celui d'un échantillon non traité (Ref-2)

On observe sur la Figure 112, l'effet immédiat de l'application de SC. Pour l'ouverture de 100  $\mu$ m, les valeurs des pics (valeurs maximales) sont d'environ 13  $\mu$ A avant l'application de SC et qui diminuent fortement (<1  $\mu$ A) immédiatement après son application. Concernant l'ouverture de 500  $\mu$ m, les valeurs maximales passent d'environ 45  $\mu$ A à des valeurs aux alentours de 3  $\mu$ A. Cette observation est en adéquation avec les observations des études de Zhang et al [162], Ibrahim et al [105] et Pan et al [163] qui ont montrés l'efficacité des produits à base de silane vis-à-vis de la corrosion.



Figure 113 : Comparaison du courant de corrosion global estimé dans un échantillon traité par AC avec celui d'un échantillon non traité (Ref-2)

La Figure 113 présente les résultats de l'effet de l'application de AC sur le courant de corrosion. Comme pour SC (Figure 112), un effet immédiat de l'application du produit est observé. On note une efficacité maximale avec des pics qui n'atteignent pas les 3  $\mu$ A après son application. Ibrahim et al [105] ont observé une efficacité similaire avec des revêtements acryliques.



Figure 114 : Comparaison du courant de corrosion global estimé dans un échantillon traité par AI avec celui d'un échantillon non traité (Ref-2)

Pour ce qui est de AI, une réduction du courant de corrosion immédiatement après son application est également constatée. Une efficacité maximale comme pour les deux autres produits est observée pour l'ouverture résiduelle de 100  $\mu$ m. Cependant en ce qui concerne l'ouverture résiduelle de 500  $\mu$ m, on constate une efficacité moindre. En effet, AI réduit de moitié les valeurs des pics (d'environ 62 à 30  $\mu$ A) immédiatement après son application.

Les valeurs des pics dépendent de l'intervalle de mesure par rapport au début de l'humidification. Le pic est peut-être dû à une humidification des produits de corrosion résultant en un changement de résistance électrique mais non significatif de la réponse en corrosion. C'est pour cette raison que les valeurs à la fin du cycle qu'on appellera : courant de corrosion instantané ( $I_{instantané}$ ) ( $\mu$ A) seraient probablement plus probantes.

La Figure 115 donne l'évolution du courant de corrosion instantané des échantillons non traités (Ref-2) et traités par les différents produits. L'efficacité des produits observée sur les figures de courant de corrosion global (Figure 112, Figure 113 et Figure 114) est confirmée avec une réduction du  $I_{instantané}$  immédiatement après l'application des produits. A l'exception de l'échantillon avec une ouverture de fissure de 500 µm traité par AI sur lequel on ne note pas de réduction des valeurs de  $I_{instantané}$ .



Figure 115 : Courant de corrosion instantané (I<sub>instantané</sub>) en fonction de la durée d'exposition
Pour pouvoir comparer ces résultats issus du suivi instantané du courant de corrosion avec les résultats obtenus par la mesure gravimétrique, il est impératif de les représenter en termes de cinétique cumulée en fonction du temps qui est la charge électrique (C) (A.s) :

$$\sum_{j=0}^{j=i} I_{\text{instantané}} \times (t_j - t_{j-1})$$
Équation 67

Avec :  $t_j - t_{j-1}$ , intervalle de temps entre deux fin de cycle.

Les résultats présentés sur la Figure 116 sont une comparaison des charges électriques cumulées des échantillons non traités et traités par les différents produits pour les ouvertures de fissures de 100 et 500 µm. Tout d'abord, on peut observer que l'évolution de cette charge électrique peut être conceptualisée en 3 phases : incubation, initiation et induction, qui correspondent aux 3 premières phases du modèle quadri-phasique proposé par François et al [164], [165]. Ces courbes confirment l'effet immédiat de l'application des produits colmateurs. Cet effet se traduit par le passage de la phase d'initiation (forte croissance de la cinétique cumulée) à la phase d'induction (faible croissance de la cinétique cumulée) à la phase d'induction (faible croissance de la cinétique cumulée) immédiatement après l'application de tous les produits, sauf dans le cas d'un échantillon de 500 µm d'ouverture de fissure traité par AI, pour lequel on ne note pas d'effet significatif de l'application de ce produit.



Figure 116 : Comparaison de la charge électrique cumulée dans les échantillons traités avec celle des échantillons non traités (Ref-2)

Ensuite, la masse de fer perdue (consommée) ( $\Delta_m$ ) peut être estimée, en corrigeant la charge électrique (C) en utilisant la charge électrique d'une mole d'ions Fe<sup>2+</sup>, la masse molaire de Fer et la constante de Faraday (loi de Faraday) :

$$\Delta_m = \frac{C \times M_{Fe}}{2 F}$$
Équation 68



Figure 117 : Perte de masse en fer en fonction de la durée d'exposition

La Figure 117 montre l'évolution de la perte de masse en fer en fonction de la durée d'exposition. Ces résultats montrent que la perte de masse estimée dans le cadre du suivi de courant est plus faible que celle déterminée par mesure gravimétrique. Cette observation est probablement due à plusieurs paramètres :

- La partie de corrosion uniforme n'est pas mesurée par la méthode de suivi de courant.
- Il y a des différences entre les échantillons destinés aux deux études en termes de géométrie, dimension et disposition. En effet, dans le cadre du suivi par mesure gravimétrique, l'armature de 30 cm de long est débouchante, ces extrémités ont été protégées en appliquant un vernis Lacomit sous lequel de la corrosion a été observée. Alors que dans le cas du suivi de courant, l'armature est plus petite (21 cm de long) et n'est pas débouchante (enrobage de 3,5 cm).

• En prenant uniquement les valeurs en fin de cycles dans le calcul de cette perte de masse (suivi de courant), la cinétique de corrosion est probablement quelque peu minimisée.

### 2.2.2 Effet du rechargement mécanique / réouverture de fissure

Dans la partie précédente, un effet bénéfique instantané apporté par l'application des trois produits a été observé. Dans cette partie, un rechargement en flexion 3 points a été appliqué à 78 jours d'exposition dans le but d'évaluer son effet sur la cinétique de corrosion sur un matériau non traité, mais également de voir si les produits colmateurs qui ont montré une efficacité maximale vis-à-vis de la corrosion résistent à un rechargement mécanique (réouverture de fissure). Dans cette partie, le rechargement a été piloté en terme d'ouverture de fissure maximale sous chargement.

Les Figure 118, Figure 119 et Figure 120 présentent les mêmes résultats que les Figure 112, Figure 113 et Figure 114 de la partie précédente (§ 2.2.1) mais à une échéance plus longue et incluant la période post-rechargement mécanique.

La première constatation qui peut être faite, est qu'aucun effet du rechargement n'est visible sur les échantillons non traités (Ref - 1) quelle que soit l'ouverture de fissure.

En ce qui concerne AC (Figure 118), une augmentation du courant de corrosion immédiatement après le rechargement mécanique est enregistrée. Cette augmentation est plus marquée pour l'ouverture de 100  $\mu$ m avec des valeurs maximales qui passent de 1  $\mu$ A à des valeurs dépassant les 14  $\mu$ A immédiatement après le rechargement. Pour les ouvertures de 500  $\mu$ m, les valeurs maximales sont d'environ 12  $\mu$ A à 90 jours.



Figure 118 : Influence du rechargement mécanique sur le courant de corrosion global dans un échantillon traité par AC et dans un échantillon non traité (Ref-1)

Pour ce qui est de AI (Figure 119), une augmentation du courant de corrosion est constatée suite au rechargement mécanique. Ce qui peut être traduit par une mauvaise résistance du produit au chargement. Comme pour AC, cette constatation est plus marquée pour l'ouverture de 100 µm.



Figure 119 : Influence du rechargement mécanique sur la courant de corrosion global dans un échantillon traité par AI et dans un échantillon non traité (Ref-1)

Enfin, les échantillons traités par SC ne sont pas impactés par ce rechargement (Figure 120). Le courant de corrosion reste très faible (< 1  $\mu$ A). Ceci s'explique par la nature de ce produit qui n'a pas d'action physique, autrement dit, il ne colmate pas la fissure. Il imprègne les lèvres et le fond de fissure en créant une surface hydrofuge, ce qui limite l'accès de l'eau à la zone carbonatée où l'armature est dépassivée ce qui conduit à une limitation de la corrosion.



Figure 120 : Influence du rechargement mécanique sur le courant de corrosion global dans un échantillon traité par SC et dans un échantillon non traité (Ref-1)

Comme dans la partie précédente (§2.2.1). Les résultats ont été regroupés dans la (Figure 24). Ce qui est constaté, est que l'effet du rechargement mécanique observé sur les courbes de courant de corrosion global des échantillons non traités et traités par AC et AI, n'est quasiment plus visible sur ces courbes cumulée.



Figure 121 : Charge électrique cumulée des échantillons traités et non traités (Ref-1) – Impact du rechargement mécanique

### 2.2.3 Validation de la méthode

Les résultats de cette nouvelle méthode de suivi de corrosion qui couple l'expérimentation à la simulation numérique doivent être validés. Pour cela une éprouvette prismatique sur laquelle un suivi de courant a été réalisé, a été expertisée en mesurant la longueur corrodée et en déterminant la perte de masse en fer par l'intermédiaire d'une mesure gravimétrique (Figure 122).



Figure 122 : Photos de l'inspection faite sur un échantillon destiné au suivi instantané de corrosion

La Figure 123 est une comparaison de la masse de fer perdue estimée par la nouvelle méthode de suivi de courant, avec celle obtenue par mesure gravimétrique. On constate que les deux résultats sont du même ordre de grandeur. Ce qui permet de valider les résultats de cette nouvelle méthode. La petite différence entre les deux valeurs peut être expliquée en partie par la non prise en compte de la corrosion uniforme dans le cas du suivi de courant.



Figure 123 : Comparaison du résultat obtenu par le méthode de suivi de courant avec le résultat de la mesure gravimétrique

### 3. Etude de corrosion sur poutrelles

Dans cette partie, l'étude de corrosion a été faite sur des échantillons de grande taille (55  $\times$  15  $\times$  15 cm) (poutrelles) avec deux lits d'armatures. Les objectifs étant d'évaluer dans un premier temps l'effet de la qualité de l'interface acier/mortier sur la cinétique de corrosion. Ensuite l'effet du rechargement mécanique et l'effet des produits colmateurs ont été abordés.

### 3.1 Top bar effect

La Figure 124 montre des photos des longueurs carbonatées aux interfaces acier/mortier des poutrelles après 2 mois de carbonatation accélérée. La longueur carbonatée mesurée au niveau de la partie inférieure de l'interface de la barre supérieure « Top bar » est beaucoup plus grande (8,5 cm) que celle mesurée sur la partie supérieure de l'interface de la barre inférieure « Bottom bar » (3,5 cm). Ceci est dû à la qualité de ces interfaces. En effet, des défauts et des vides existent sous la barre d'armature supérieure (Top bar) facilitant la diffusion du  $CO_2$  et par conséquent la carbonatation le long de cette interface [1].

Il est important de noter que l'ouverture de la fissure interceptant la « Top bar » est plus grande que celle interceptant la « Bottom bar » (voir §4.2 du chapitre II). Par conséquent, les dommages mécaniques doivent être plus importants à l'interface acier/béton de la « Top bar » que dans l'interface de la « Bottom bar ». Cependant, cette longueur carbonatée de la « Top bar » devrait être la même que celle observée sur les échantillons prismatiques car l'ouverture de fissures interceptée par l'armature est la même. Or, ce n'est pas le cas. En effet, cette longueur est égale à environ 8,5 cm sur la « Top bar » alors qu'elle est d'environ 5 cm sur l'interface des échantillons prismatiques avec la même ouverture de fissure. Ce qui dénote la qualité moindre de cette interface.



Figure 124 : Photos des longueurs carbonatées au niveau des interfaces acier/mortier des poutrelles : (a) Partie inférieure de l'interface acier/béton de la « Top bar » ; (b) Partie supérieure de l'interface acier/béton de la « Bottom bar »

La Figure 125 présente les résultats du suivi de courant réalisé sur deux poutrelles non traitées. Ces résultats sont exprimés en courant de corrosion global estimé (§7.3.2). La première constatation qui peut être faite est que la hauteur des pics décroit très rapidement après quelques cycles de pluie/séchage. Ensuite, en comparant les courants des « Top bar » avec ceux des « Bottom bar », on remarque un courant plus élevé sur les « Top bar » mais sur une longueur corrodée plus grande.



Figure 125 : Evolution du courant de corrosion global estimé en fonction de la durée d'exposition

En exprimant ces résultats en termes de charge de corrosion cumulée et de perte de masse en fer (§2.2.1), on obtient les résultats présentés sur les Figure 126 et Figure 127.



Figure 126 : Evolution de la charge cumulée en fonction de la durée d'exposition



Figure 127 : Evolution de la perte de masse en fer en fonction de la durée d'exposition

Ces résultats montrent que la perte de masse en fer est plus élevée pour les « Top bar » que pour les « Bottom bar » en dépit d'un rapport des surface cathode/anode (C/A) défavorable. A long terme cela pourrait conduire à une fissuration de l'enrobage. Cependant, la durée insuffisante des essais n'a pas permis de mettre cela en évidence.

### 3.2 Effet des produit colmateurs

Après avoir évalué l'effet de l'application des produits sur des prismes avec une seule armature, leur effet sur des poutrelles avec deux lits d'armatures a été abordé dans cette partie dans le but de se rapprocher le plus de ce qui est rencontré sur un ouvrage. Il est important de noter que dans cette partie les produits ont été appliqués avant d'initier la corrosion.

La Figure 128 compare le courant de corrosion d'échantillons non traités et traités par les trois produits. Ces résultats montrent que la corrosion n'est pas initiée (<3  $\mu$ A) sur les poutrelles traitées par les différents produits.







Figure 128 : Comparaison du courant de corrosion dans les échantillons traités par les différents produits avec celui d'un échantillon non traité

#### 3.3 Effet du rechargement mécanique / réouverture de fissure

Dans cette partie, des poutrelles non traitées ont subi un rechargement mécanique après 130 jours d'exposition aux cycles de pluie/séchage. Ce dernier a été piloté en ouverture de fissure et non pas en valeur de la charge appliquée. Le but de ce dernier est d'atteindre l'ouverture de fissure maximale atteinte durant le chargement initial (Figure 129).



Figure 129 : Comparaison des valeurs du chargement initial et du rechargement et les ouvertures de fissures correspondantes



Figure 130 : Influence du rechargement mécanique sur le courant de corrosion des poutrelles

Sur les résultats de la Figure 130, un léger rebond du courant de corrosion des « Top bar » et des « Bottom bar » est observé immédiatement après le rechargement mécanique, cet effet se dissipe après quelques cycles. Et comme dans la section § 2.2.2, cet effet n'est plus visible en exprimant les résultats en terme de charge cumulée (Figure 131) et de masse de fer perdue (Figure 132).



Figure 131 : Influence du rechargement mécanique sur la charge electrique cumulée des poutrelles



Figure 132 : Influence du rechargement mécanique sur la perte de masse en fer des poutrelles

### 4. Conclusion

Les résultats de ce chapitre indiquent une diminution de la cinétique de corrosion avec le nombre de cycles de pluie/séchage. De plus, il a été vérifié que les produits de corrosion ne se propagent pas au-delà des limites de la zone carbonatée. Ces résultats peuvent être expliqués par le fait que les produits de corrosion colmatent le fond des fissures limitant ainsi l'accès de l'oxygène et de l'eau à l'interface acier/mortier. Cette conclusion est en accord avec celles émises par Ghantous [1] et Millard et al [160].

En ce qui concerne l'efficacité des produits colmateurs, les résultats du suivi de courant ont montré l'effet immédiat de leur application en réduisant considérablement le courant de corrosion. Cette constatation a été faite pour les 3 produits quelque que soit l'ouverture de fissure (100 et 500  $\mu$ m). Leur résistance au chargement mécanique a été également étudiée. Les résultats montrent une résistance au chargement des produits acrylique (AI et AC) malgré une augmentation de la valeur des pics de courant de corrosion global immédiatement après l'application d'un rechargement. La valeur de I<sub>instantané</sub> (valeur de courant en fin de cycle) reste inchangée ce qui explique l'absence d'effet visible sur la cinétique cumulée (charge électrique cumulée). Le courant de corrosion dans les échantillons traités par le produit d'imprégnation hydrophobe, la crème de silane (SC) n'est pas impactée par ce rechargement et reste à des niveaux très bas (<1 $\mu$ A). Ceci peut s'expliquer par le mode d'action de ce produit qui crée une surface hydrofuge en fond et sur les lèvres de fissure limitant l'accès de l'eau au niveau de l'interface acier/mortier.

L'étude sur les poutrelles a montré que l'application des produits avant l'initiation de la corrosion empêchait cette dernière de se produire. Cependant, il faut confirmer cela à plus long terme avec des échéances plus longues. Dans cette partie, l'effet de la qualité de l'interface acier/béton (Top bar effect) a été également étudié avec la méthode de suivi de courant de corrosion sur des poutrelles avec deux lits d'armatures. Il a été constaté que la corrosion est plus élevée sur les armatures supérieures « Top bar » que sur les armatures inférieures « Bottom bar » en dépit d'un rapport des surface cathode/anode (C/A) défavorable. A long terme, cela pourrait conduire à une fissuration de l'enrobage. Cependant, la durée insuffisante des essais n'a pas permis de mettre cela en évidence.

# Conclusion générale et perspectives

L'objectif principal de cette étude est d'évaluer l'efficacité des produits de protection de surface en béton à court et à long terme vis-à-vis de l'ensemble des phénomènes conduisant à la corrosion induite par carbonatation.

La première étape de ce travail de thèse a été de sélectionner les produits utilisés tout au long de cette étude en se basant sur ce qui a été étudié dans la littérature. L'état de l'art sur les produits colmateurs a conduit à l'identification des familles de produits présents sur le marché : imprégnation (I), imprégnation hydrophobe (H) et revêtement (C), et à la présélection de certains produits. Des essais préliminaires au laboratoire (diffusion gazeuse et carbonatation accélérée) ont permis de sélectionner un produit par famille. Il s'agit de :

- Produit d'imprégnation-organique (acrylique)
- Produit d'imprégnation hydrophobe (crème à base de silane / siloxane)
- Revêtement (peinture acrylique)

De nombreux auteurs [93], [96]–[99], [102], [104], [107] ont mis en évidence l'efficacité des différents produits de protection. Toutefois, la majorité des études en question, ont été réalisées sur des matériaux sains (non-carbonatés et non-fissurés). Par conséquent, ce travail de thèse a pour objectif d'évaluer l'efficacité des produits sur des matériaux sains (ouvrages neufs) mais surtout sur des matériaux vieillis et/ou fissurés. En effet, cette thèse s'inscrit dans le cadre de la gestion des parcs aéroréfrigérants d'EDF et d'ENGIE. Ces structures sont vieillissantes et donc potentiellement carbonatées et/ou fissurées.

Tout d'abord, l'efficacité de trois produits colmateurs vis à vis des propriétés de transport et de la carbonatation a été évaluée. Les résultats montrent des réductions importantes en termes d'épaisseur carbonatée, de diffusion et de perméabilité au gaz quand les produits sont appliqués sur matériau sain (ouvrage neuf). Un produit se démarque, il s'agit du revêtement acrylique (AC). Les projections de durabilité ont montré que l'application du produit sur de nouvelles structures permet un gain de temps très important sur la profondeur carbonatée de l'enrobage du béton. Toutefois, si on l'applique après une dizaine d'années, il a beaucoup moins d'impact sur la cinétique de carbonatation de l'enrobage et donc la question de l'intérêt d'appliquer le produit sur des structures qui ont quelques dizaines d'années se pose. Il est important de noter, que la présence de fissures n'est pas prise en compte dans ces projections de durabilité. Or, les fissures sont présentes presque systématiquement sur toutes les surfaces des structures en béton, notamment sur les TAR, et constituent la voie privilégiée de pénétration du CO<sub>2</sub> dans le béton.

Après l'estimation du gain de temps apporté par l'application des produits sur la carbonatation de l'enrobage, l'effet des produits sur la cinétique de corrosion a été étudié.

Pour résumer, ce travail de thèse a montré que l'application des produits colmateurs (ceux présentés dans cette étude) avait bien un intérêt. Qu'ils soient appliqués sur ouvrages neufs

ou bien sur ouvrages existants (comme dans le cas des TAR). En effet, ces produits peuvent avoir un effet sur l'ensemble des phénomènes conduisant à la corrosion, allant de la pénétration /diffusion du  $CO_2$  dans le béton jusqu'à la corrosion en passant par la carbonatation. De plus, il y a un intérêt dans l'application de ces produits même lorsque la corrosion est initiée en ralentissant sa cinétique.

### **Perspectives**

1. Etude de vieillissement

Le produit AI a montré une amélioration de ses performances après vieillissement. Cette tendance a été observée par Beushausen et al [130] sur des produits de même nature mais la raison de cette amélioration n'a pas encore été déterminée. Cela pourrait peut-être s'expliquer par la présence potentielle d'antioxydants.

Afin de caractériser finement, le vieillissement des produits, il est important de connaitre leur composition ou au minimum les monomères de base dont ces produits sont constitués. Cela n'a pas été le cas dans ce travail de thèse. En effet, les produits étudiés sont des produits commerciaux dont la composition n'est pas communiquée par les fabricants. Pour essayer de remonter à la composition, il serait peut-être pertinent de réaliser des essais de chromatographie couplée à la spectroscopie de masse sur les produits.

2. Etude de corrosion

La nouvelle méthode de suivi de courant de corrosion a permis l'obtention de résultats très prometteurs. Cependant, des essais à plus long terme doivent être conduits, et complétés par des mesures gravimétriques afin d'affiner au mieux ces résultats. Les résultats de cette étude ont montré que le rechargement mécanique ponctuel (en flexion 3 points), n'a pas un effet significatif sur la cinétique de corrosion. Il serait peut-être pertinent de maintenir un chargement continu et d'évaluer son impact sur la cinétique de corrosion en faisant un suivi de courant.

L'effet de la qualité de l'interface acier/béton (Top bar effect) a été étudié. Il a été constaté que la corrosion est plus élevée sur les armatures supérieures « Top bar » que sur les armatures inférieures « Bottom bar » en dépit d'un rapport des surface cathode/anode (C/A) défavorable. A long terme, cela pourrait conduire à une fissuration de l'enrobage. Ceci peut être mis en évidence en réalisant des essais plus longs.

Enfin, les projections de durabilité effectuées sur le temps de carbonatation de l'enrobage en béton doivent être complétées en introduisant la partie corrosion.

# **Bibliographie**

- [1] R. M. Ghantous, « Identification des phases d'initiation et de propagation de la corrosion des armatures enrobés dans un béton fissuré et carbonaté », Thèse de l'INSA Toulouse, 2016.
- [2] M. L. D. Gougar, B. E. Scheetz, et D. M. Roy, « Ettringite and C-S-H Portland cement phases for waste ion immobilization: A review », Waste Management, vol. 16, nº 4, p. 295–303, 1996, doi: 10.1016/s0956-053x(96)00072-4.
- [3] H. F. W. Taylor, Cement Chemistry. Thomas Telford, 1997.
- [4] H. Le Chatelier, « Recherches expérimentales sur la constitution des mortiers hydrauliques ». 1904.
- [5] A. Nonat, « L'hydratation des ciments. La durabilité des bétons, bases scientifiques pour la formulation de bétons durables dans leur environnement ». Chapter : 3, Publisher : Presses de l'école nationale des ponts et chaussées. pp.25-50. 2008.
- [6] M. Regourd et H. Hornain, « Applications de la microscopie électronique à balayage. Revue des matériaux de construction, n° 693, p. 73-87. » 1975.
- [7] T. Matschei, B. Lothenbach, et F. P. Glasser, «The AFm phase in Portland cement », Cement and Concrete Research, vol. 37, n° 2, p. 118-130, 2007, doi: https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.10.010.
- [8] H. Binici, J. Arocena, S. Kapur, O. Aksogan, et H. Kaplan, « Microstructure of red brick dust and ground basaltic pumice blended cement mortars exposed to magnesium sulphate solutions », Canadian Journal of Civil Engineering, vol. 36, n° 11, p. 1784–1793, 2009, doi: 10.1139/109-103.
- [9] J. P. Ollivier et J.M. Torrenti, « La structure poreuse des bétons et les propriétés de transfert ». 2008.
- [10] T. C. Powers et T. L. Brownyard, « Studies of the Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste », Journal Proceedings, vol. 43, n° 9, déc. 1946, doi: 10.14359/15302.
- [11] R. F. Feldman et P. J. Sereda, « A model for hydrated portland cement paste as deduced from sorption-length change and mechanical properties », Materiaux et constructions. Materials and Structures, vol. 1, nº 6, p. 509-520, avr. 1969.
- [12] M. Daimon, Abo-el-enein, G. Rosara, S. Goto, et R. Kondo, « Pore Structure of Calcium Silicate Hydrate in Hydrated Tricalcium Silicate », Journal of the American Ceramic Society, vol. 60, n° 3-4, p. 110-114, 1977, doi: 10.1111/j.1151-2916.1977.tb15483.x.

- [13] P. D. Tennis et H. M. Jennings, « A model for two types of calcium silicate hydrate in the microstructure of Portland cement pastes », Cement and Concrete Research, vol. 30, nº 6, p. 855-863, 2000, doi: https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00257-X.
- [14] Z. Bajja, « Influence de la microstructure sur le transport diffusif des pâtes, mortiers et bétons à base de CEMI avec ajout de fumée de silice », Thèse de l'université Paris-Saclay, 2016.
- [15] H. Scher et R. Zallen, « Critical Density in Percolation Processes », Journal of Chemical Physics, vol. 53, p. 3759-3761, 1970.
- [16] B. Bourdette, E. Ringot, et J. P. Ollivier, « Modelling of the transition zone porosity », Cement and Concrete Research, vol. 25, n° 4, p. 741-751, 1995, doi: https://doi.org/10.1016/0008-8846(95)00064-J.
- [17] V. Baroghel-Bouny, « Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances », Thèse de l'école nationale des ponts et chaussées, 1994.
- [18] S. Bejaoui, « Modélisation du transport diffusif des bétons. Note technique no SCCME222 du CEA. » 2003.
- [19] S. Stéphant, « Étude de l'influence de l'hydratation des laitiers sur les propriétés de transfert gazeux dans les matériaux cimentaires », Thèse de l'université de Bourgogne, 2015.
- [20] D. A. Fick, «Fick, D. A. Ueber diffusion. Annalen der Physik »(doi: 10.1002/andp.18551700105). 1799.
- [21] T.-H. Vu, « Caractérisation de la phase solide et transferts de gaz dans les milieux poreux insaturés : étude expérimentale et modélisation appliquées à la diffusion de l'hydrogéne dans les matériaux cimentaires », Thèse de l'université de Toulouse, 2009.
- [22] Y. F. Houst et F. H. Wittmann, « Influence of porosity and water-content on the diffusivity of CO<sub>2</sub> and O<sub>2</sub> through hydrated cement paste », Cement and Concrete Research, vol. 24, n° 6, p. 1165-1176, 1994, doi: 10.1016/0008-8846(94)90040-x.
- [23] D. K. Namoulniara, « Etude expérimentale de la diffusion du CO<sub>2</sub> et des cinétiques de carbonatation de matériaux cimentaires à faible dosage en clinker ».
- [24] R. D. Prensent, « Kinetic theory of gases. New York: McGraw-Hill. » 1958.
- [25] J. Sercombe, R. Vidal, C. Gallé, et F. Adenot, « Experimental study of gas diffusion in cement paste », Cement and Concrete Research, vol. 37, nº 4, p. 579-588, avr. 2007, doi: 10.1016/j.cemconres.2006.12.003.
- [26] C. Boher, F. Frizon, S. Lorente, et F. Bart, « Influence of the pore network on hydrogen diffusion through blended cement pastes », Cement and Concrete Composites, vol. 37, p. 30-36, mars 2013, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2012.12.009.

- [27] R. Vidal, « Experimental determination of the hydrogen diffusion coefficient in a cementitious material », Report on DESS Elaboration, Université de Toulouse, 2003.
- [28] K. Namoulniara, P. Turcry, et A. Ait-Mokhtar, « Measurement of CO<sub>2</sub> effective diffusion coefficient of cementitious materials », European Journal of Environmental and Civil Engineering, vol. 20, nº 10, p. 1183-1196, 2016, doi: 10.1080/19648189.2015.1132011.
- [29] A. kDureković, « Cement pastes of low water to solid ratio: An investigation of the porosity characteristics under the influence of a superplasticizer and silica fume », Cement and Concrete Research, vol. 25, n° 2, p. 365-375, 1995, doi: https://doi.org/10.1016/0008-8846(95)00022-4.
- [30] K. Kobayashi et K. Shuttoh, «Oxygen diffusivity of various cementitious materials », Cement and Concrete Research, vol. 21, n° 2, p. 273-284, 1991, doi: https://doi.org/10.1016/0008-8846(91)90009-7.
- [31] C. Richet, « Synthése des connaissances sur le comportement à long terme des bétons : application aux colis cimentés ». CEA SACLAY, 2004.
- [32] D. Perraton, P.-C. Aitcin, et A. Carles-Gibergues, « Mesure de la perméabilité aux gaz des bétons : perméabilité apparente et perméabilité intrinsèque. Partie I -Validation des concepts de Carman et de Klinkenberg dans le cas d'un BHP ». 1999.
- [33] A. Abbas, M. Carcasses, et J.-P. Ollivier, « Gas permeability of concrete in relation to its degree of saturation », Materials and Structures, vol. 32, nº 1, p. 3-8, janv. 1999, doi: 10.1007/BF02480405.
- [34] W. Chen, « Etude expérimentale de la perméabilité du béton sous conditions thermiques et hydriques variables », Thèse de l'école Centrale de Lille, 2011.
- [35] R. Dhir, P. C. Hewlett, et Y. N. Chan, « Near surface characteristics of concrete: intrinsic permeability », vol. 41. 1989.
- [36] H. Meziani et F. Skoczylas, « An experimental study of the mechanical behaviour of a mortar and of its permeability under deviatoric loading », Materials and Structures, vol. 32, n° 6, p. 403-409, juill. 1999, doi: 10.1007/BF02482711.
- [37] V. Picandet, K. Abdelhafid, et H. Bellegou, « Crack effects on gas and water permeability of concretes », Cement and Concrete Research, vol. 39, p. 537-547, 2009, doi: 10.1016/j.cemconres.2009.03.009.
- [38] V. Picandet, K. Abdelhafid, et G. Bastian, « Effect of Axial Compressive Damage on Gas Permeability of Ordinary and High Performance Concrete », Cement and Concrete Research, vol. 31, p. 1525-1532, 2001, doi: 10.1016/S0008-8846(01)00546-4.
- [39] G. Chatzigeorgiou, V. Picandet, A. Khelidj, et G. Pijaudier-Cabot, « Coupling between progressive damage and permeability of concrete: analysis with a discrete

model », International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics, vol. 29, n° 10, p. 1005-1018, 2005, doi: 10.1002/nag.445.

- [40] M. Choinska, « Effets de la température, du chargement mécanique et de leurs interactions sur la perméabilité du béton de structure. », Thèse de l'université de Nantes, 2006.
- [41] C. Aldea, P. Shah, et A. Karr, « Permeability of Cracked Concrete » Materials and Structures 32 (5): 370–76. https://doi.org/10.1007/BF02479629, 1999.
- [42] K. Wang, D. C. Jansen, S. P. Shah, et A. F. Karr, « Permeability study of cracked concrete », Cement and Concrete Research, vol. 27, n° 3, p. 381-393, mars 1997, doi: 10.1016/S0008-8846(97)00031-8.
- [43] J. A. González, S. Feliú, P. Rodríguez, E. Ramírez, C. Alonso, et C. Andrade, « Some questions on the corrosion of steel in concrete—Part I: when, how and how much steel corrodes », Materials and Structures, vol. 29, nº 1, p. 40, janv. 1996, doi: 10.1007/BF02486005.
- [44] G. Verbeck, « Carbonation of hydrated Portland Cement », ASTM Special Publication. 205 (1958) 17–36. 1958.
- [45] I. Galan, F. P. Glasser, D. Baza, et C. Andrade, « Assessment of the protective effect of carbonation on portlandite crystals », Cement and Concrete Research, vol. 74, p. 68–77, 2015, doi: 10.1016/j.cemconres.2015.04.001.
- [46] S. P. Burg, « Postharvest physiology and hypobaric storage of fresh produce », Miami, Florida, USA: CABI, 2004.
- [47] H. S. Harned et R. Davis, « The Ionization Constant of Carbonic Acid in Water and the Solubility of Carbon Dioxide in Water and Aqueous Salt Solutions from 0 to 50° », J. Am. Chem. Soc., vol. 65, n° 10, p. 2030-2037, oct. 1943, doi: 10.1021/ja01250a059.
- [48] A. Younsi, « Carbonatation de bétons à forts taux de substitution du ciment par des additions minérales », Thèse de l'université de La Rochelle, 2011.
- [49] S. Chakri, « Compréhension Des Mécanismes D'inhibition de La Corrosion Des Armatures Métalliques Des Bétons Par Des Molécules D'origine Biologique ». Thèse de l'université Pierre et Marie Curie. », 2005.
- [50] B. Savija et M. Lukovic, « Carbonation of cement paste: Understanding, challenges, and opportunities », Construction and Building Materials, vol. 117, p. 285-301, 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.04.138.
- [51] T. Nishikawa, K. Suzuki, S. Ito, K. Sato, et T. Takebe, « Decomposition of synthesized ettringite by carbonation », Cement and Concrete Research, vol. 22, n° 1, p. 6-14, janv. 1992, doi: 10.1016/0008-8846(92)90130-N.

- [52] V. G. Papadakis, C. Vayenas, et M. Fardis, «Fundamental Modeling and Experimental Investigation of Concrete Carbonation», Materials, vol. 88, p. 363-373, 1991.
- [53] V. G. Papadakis, M. N. Fardis, et C. G. Vayenas, «Effect of composition, environmental factors and cement-lime mortar coating on concrete carbonation », Materials and Structures, vol. 25, nº 5, p. 293-304, 1992.
- [54] DuraCrete, "Modelling of degradation" The European Union Brite EuRam III, Project No. BE95-1347, Probabilistic performance based durability design of concrete structures, Report No. R 4-5, 1998.
- [55] T. Nishida, N. Otsuki, J. Hamamoto, M. Baccay, et K. Chin, « Temperature dependency of corrosion rate of steel bars in concrete influenced by material segregation. Doboku Gakkai Ronbunshu, 75–87. », 2005.
- [56] S. Ahmad, « Reinforcement corrosion in concrete structures, its monitoring and service life prediction A review », *C*ement and Concrete Composites, vol. 25, p. 459-471, 2003, doi: 10.1016/S0958-9465(02)00086-0.
- [57] T. A. E. Maaddawy et K. A. Soudki, « Effectiveness of Impressed Current Technique to Simulate Corrosion of Steel Reinforcement in Concrete », Journal of Materials in Civil Engineering, vol. 15, n° 1, p. 41-47, 2003, doi: 10.1061/(ASCE)0899-1561(2003)15:1(41).
- [58] J. Gulikers, « Theoretical considerations on the supposed linear relationship between concrete resistivity and corrosion rate of steel reinforcement », Materials and Corrosion, vol. 56, p. 393-403, 2005, doi: 10.1002/maco.200403841.
- [59] K. Pettersson et O. Jorgensen, « The effect of cracks on reinforcement corrosion in high-performance concrete in a marine environment. Proceedings of the 3rd ACI/CANMET International Conference on the Performance of Concrete in the Marine Environment, St Andrews-by-the-Sea, Canada, 163, 1996, pp. 185–200. » 1996.
- [60] A. Scott et M. G. Alexander, « The influence of binder type, cracking and cover on corrosion rates of steel in chloride-contaminated concrete », Magazine of Concrete Research, vol. 59, n° 7, p. 495-505, 2007, doi: 10.1680/macr.2007.59.7.495.
- [61] K. Suzuki, Y. Ohno, S. Praparntanatorn, et H. Tamura, « Mechanism of steel corrosion in cracked concrete. In Corrosion of Reinforcement in Concrete. Society of Chemical Industry, London., 1990, pp. 19–28 ». 1990.
- [62] M. B. Otieno, M. Alexander, et H. Beushausen, « Corrosion in cracked and uncracked concrete - influence of crack width, concrete quality and crack reopening », Magazine of Concrete Research, vol. 62, p. 393-404., 2010.
- [63] S. J. Jaffer, C. M. Hansson, « The influence of cracks on chloride-induced corrosion of steel in ordinary Portland cement and high performance concretes subjected to different loading conditions », Corrosion Science, vol. 50, nº 12, p. 3343-3355, déc. 2008, doi: 10.1016/j.corsci.2008.09.018.

- [64] R. Francois et G. Arliguie, « Influence of service cracking on reinforcement steel corrosion ». Journal of Materials in Civil Engineering, 10, 14–20, 1998.
- [65] S. Yoon, K. Wang, W. Weiss, et S. Shah, « Interaction between loading, corrosion, and serviceability of reinforced concrete », ACI Structural Journal, vol. 97, p. 637-644, 2000.
- [66] W. Ramm et M. Biscoping, « Autogenous healing and reinforcement corrosion of water-penetrated separation cracks in reinforced concrete », Nuclear Engineering and Design, vol. 179, nº 2, p. 191-200, 1998.
- [67] R. François et G. Arliguie, « Effect of microcracking and cracking on the development of corrosion in reinforced concrete members », Magazine of Concrete Research, vol. 51, n° 2, p. 143-150, 1999, doi: 10.1680/macr.1999.51.2.143.
- [68] T. Mohammed, N. Otsuki, M. Hisada, et T. Shibata, « Effect of Crack Width and Bar Types on Corrosion of Steel in Concrete », Journal of Materials in Civil Engineering, vol. 13, 2001.
- [69] R. M. Ghantous, S. Poyet, V. L'Hostis, N.-C. Tran, et R. François, « Effect of crack openings on carbonation-induced corrosion », Cement and Concrete Research, vol. 95, p. 257-269, 2017, doi: https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.02.014.
- [70] A. Castel, T. Vidal, R. François, et G. Arliguie, « Influence of steel–concrete interface quality on reinforcement corrosion induced by chlorides », Magazine of Concrete Research, vol. 55, n° 2, p. 151-159, 2003, doi: 10.1680/macr.2003.55.2.151.
- [71] Geoffrey B. Welch and Bruce J. F. Patten, « Bond Strength of Reinforcement Affected by Concrete Sedimentation », ACI Journal Proceedings, vol. 62, n° 2, févr. 1965, doi: 10.14359/7690.
- [72] N. F. da Silva, « Chloride Induced Corrosion of Reinforcement Steel in Concrete -Threshold Values and Ion Distributions at the Concrete-Steel Interface », 2013.
- [73] A. Kenny et A. Katz, « Statistical relationship between mix properties and the interfacial transition zone around embedded rebar », Cement and Concrete Composites, vol. 60, p. 82-91, 2015, doi: https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.04.002.
- [74] T. Mohammed, N. Otsuki, H. Hamada, et T. Yamaji, « Chloride-induced corrosion of steel bars in concrete with presence of gap at steel-concrete interface », Aci Materials Journal, vol. 99, p. 149-156, 2002.
- [75] V. H. Dang, R. François, V. L'Hostis, et D. Meinel, « Propagation of corrosion in pre-cracked carbonated reinforced mortar », Materials and Structures, vol. 48, nº 8, p. 2575-2595, août 2015, doi: 10.1617/s11527-014-0338-z.
- [76] V. H. Dang, « Initiation and propagation phases of re-bars corrosion in pre-cracked reinforced concrete exposed to carbonation or chloride environment », Thèse de l'INSA Toulouse, 2013.

- [77] U. M. Angst et al., « The steel–concrete interface », Materials and Structures, vol. 50, nº 2, p. 143, févr. 2017, doi: 10.1617/s11527-017-1010-1.
- [78] K. Tuutti, « Corrosion of steel in concrete, Swedish Cement and Concrete Reasearch Institute, Stockholm, Sweden. » 1982.
- [79] S. Goni, C. Alonso, et C. Andrade, « Relationship between resistivity, porosity and corrosion rate of rebars in concrete. » 1990.
- [80] W. López et J. A. González, « Influence of the degree of pore saturation on the resistivity of concrete and the corrosion rate of steel reinforcement », Cement and Concrete Research, vol. 23, n° 2, p. 368-376, 1993, doi: https://doi.org/10.1016/0008-8846(93)90102-F.
- [81] V. Živica, L. Krajči, L. Bágel', et M. Vargová, « Significance of the ambient temperature and the steel material in the process of concrete reinforcement corrosion », Construction and Building Materials, vol. 11, n° 2, p. 99-103, 1997, doi: https://doi.org/10.1016/S0950-0618(97)00001-9.
- [82] X. Y. Pan, Z. G. Shi, C. J. Shi, T. C. Ling, et N. Li, « A review on concrete surface treatment Part I: Types and mechanisms », Construction and Building Materials, vol. 132, p. 578–590, 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.12.025.
- [83] M. Sánchez Moreno et C. Alonso, « Electrochemical chloride removal in reinforced concrete structures: Improvement of effectiveness by simultaneous migration of calcium nitrite », Construction and Building Materials, vol. 25, p. 873-878, 2011, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2010.06.099.
- [84] Y. Liu et X. Shi, « Electrochemical Chloride Extraction and Electrochemical Injection of Corrosion Inhibitor in Concrete: State of the Knowledge », Corrosion Reviews, vol. 27, n° 1-2, p. 53-82, avr. 2009, doi: https://doi.org/10.1515/CORRREV.2009.27.1-2.53.
- [85] A. Cañón, P. Garcés, M. A. Climent, J. Carmona, et E. Zornoza, « Feasibility of electrochemical chloride extraction from structural reinforced concrete using a sprayed conductive graphite powder–cement paste as anode », Corrosion Science, vol. 77, p. 128-134, 2013, doi: https://doi.org/10.1016/j.corsci.2013.07.035.
- [86] A. Saaoudi, B. Assouli, et A. Srhiki, « Corrosion Inhibitors in Concrete: A Review» (June 2003). Science Direct Working Paper No S1574-0331(04)70668-2, Available at SSRN: https://ssrn.com/abstract=2979792. 2003.
- [87] R. Myrdal, « Corrosion inhibitors -State of the art- SINTEF building and infrastructure ». 2010.
- [88] R. Selvaraj, M. Selvaraj, et S. V. K. Iyer, « Studies on the evaluation of the performance of organic coatings used for the prevention of corrosion of steel rebars in concrete structures », Progress in Organic Coatings, vol. 64, nº 4, p. 454-459, 2009, doi: https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2008.08.005.

- [89] NF EN 1504-2, AFNOR. « Products and systems for the protection and repair of concrete structures -Definitions, requirements, quality control and evaluation of conformity — Part 2 : Surface protection systems for concrete » 2015.
- [90] L. Baltazar, J. Santana, B. Lopes, M. Rodrigues, et J. Correia, « Surface skin protection of concrete with silicate-based impregnations: Influence of the substrate roughness and moisture », Construction and Building Materials, vol. 70, p. 191–200, 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.07.071.
- [91] J. L. Thompson, M. R. Silsbee, P. M. Gill, et B. E. Scheetz, « Characterization of silicate sealers on concrete », Cement and Concrete Research, vol. 27, n° 10, p. 1561-1567, 1997, doi: https://doi.org/10.1016/S0008-8846(97)00167-1.
- [92] X. Y. Pan, Z. G. Shi, C. J. Shi, T. C. Ling, et N. Li, « A review on concrete surface treatment Part I: Types and mechanisms », Construction and Building Materials, vol. 132, p. 578-590, 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.12.025.
- [93] P. Zhang, H. S. Shang, D. S. Hou, S. Y. Guo, et T. J. Zhao, « The Effect of Water Repellent Surface Impregnation on Durability of Cement-Based Materials », Advances in Materials Science and Engineering, 2017, doi: 10.1155/2017/8260103.
- [94] P. Zhang, P. B. Li, H. Fan, H. S. Shang, S. Y. Guo, et T. J. Zhao, « Carbonation of Water Repellent-Treated Concrete », Advances in Materials Science and Engineering, 2017, doi: 10.1155/2017/1343947.
- [95] A. A. Almusallam, F. M. Khan, S. U. Dulaijan, et O. S. B. Al-Amoudi, « Effectiveness of surface coatings in improving concrete durability », Cement & Concrete Composites, vol. 25, nº 4-5, p. 473–481, 2003, doi: 10.1016/s0958-9465(02)00087-2.
- [96] M. V. Diamanti, A. Brenna, F. Bolzoni, M. Berra, T. Pastore, et M. Ormellese, « Effect of polymer modified cementitious coatings on water and chloride permeability in concrete », Construction and Building Materials, vol. 49, p. 720-728, 2013, doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.08.050.
- [97] E. Franzoni, B. Pigino, et C. Pistolesi, « Ethyl silicate for surface protection of concrete: Performance in comparison with other inorganic surface treatments », Cement & Concrete Composites, vol. 44, p. 69-76, 2013, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2013.05.008.
- [98] G. Li, C. H. Guo, X. Gao, Y. S. Ji, et O. Geng, « Time dependence of carbonation resistance of concrete with organic film coatings », Construction and Building Materials, vol. 114, p. 269–275, 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.03.198.
- [99] X. Y. Pan, Z. G. Shi, C. J. Shi, T. C. Ling, et N. Li, « A review on surface treatment for concrete - Part 2: Performance », Construction and Building Materials, vol. 133, p. 81-90, 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.11.128.
- [100] H. Y. Moon, D. G. Shin, et D. S. Choi, « Evaluation of the durability of mortar and concrete applied with inorganic coating material and surface treatment system »,

Construction and Building Materials, vol. 21, n° 2, p. 362-369, févr. 2007, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2005.08.012.

- [101] M. Ibrahim, A. S. Al-Gahtani, M. Maslehuddin, et F. H. Dakhil, « Use of surface treatment materials to improve concrete durability », Journal of Materials in Civil Engineering, vol. 11, n° 1, p. 36–40, 1999, doi: 10.1061/(asce)0899-1561(1999)11:1(36).
- [102] M. Ibrahim, A. Al-Gahtani, M. Maslehuddin, et F. Dakhil, « Use of surface treatment materials to improve concrete durability », Journal of materials in civil engineering, vol. 11, n° 1, p. 36-40, févr. 1999, doi: 10.1061/(ASCE)0899-1561(1999)11:1(36).
- [103] B. Pigino, A. Leemann, E. Franzoni, et P. Lura, « Ethyl silicate for surface treatment of concrete – Part II: Characteristics and performance », Cement and Concrete Composites, vol. 34, n° 3, p. 313-321, mars 2012, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2011.11.021.
- [104] P. A. M. Basheer, L. Basheer, D. J. Cleland, et A. E. Long, « Surface treatments for concrete: assessmentmethods and reported performance », Construction and Building Materials, vol. 11, n° 7, p. 413-429, 1997, doi: https://doi.org/10.1016/S0950-0618(97)00019-6.
- [105] M. Ibrahim, A. S. Al-Gahtani, M. Maslehuddin, et A. A. Almusallam, « Effectiveness of concrete surface treatment materials in reducing chloride-induced reinforcement corrosion », Construction and Building Materials, vol. 11, nº 7, p. 443-451, 1997, doi: https://doi.org/10.1016/S0950-0618(97)00023-8.
- [106] A. Sivasankar, S. A. X. Stango, et R. Vedalakshmi, « Quantitative estimation on delaying of onset of corrosion of rebar in surface treated concrete using sealers », Ain Shams Engineering Journal, vol. 4, n° 4, p. 615-623, 2013, doi: https://doi.org/10.1016/j.asej.2013.01.007.
- [107] F. Tittarelli et G. Moriconi, « The effect of silane-based hydrophobic admixture on corrosion of galvanized reinforcing steel in concrete », Corrosion Science, vol. 52, n° 9, p. 2958-2963, 2010, doi: https://doi.org/10.1016/j.corsci.2010.05.008.
- [108] P. Zhang, H. S. Shang, D. S. Hou, S. Y. Guo, et T. J. Zhao, « The Effect of Water Repellent Surface Impregnation on Durability of Cement-Based Materials », Advances in Materials Science and Engineering, 2017, doi: 10.1155/2017/8260103.
- [109] ASTM G 109-07 « Standard Test method for determining the effects of chemical admixtures on the corrosion of enbedded steel reinforcement in concrete exposed to chloride environments, American Society fo Testing and Materials », Philadelphia, PA, USA, 2013.
- [110] M. R. Jones, R. K. Dhir, et J. P. Gill, « Concrete surface treatment: Effect of exposure temperature on chloride diffusion resistance », Cement and Concrete Research, vol. 25, n° 1, p. 197-208, 1995, doi: https://doi.org/10.1016/0008-8846(94)00127-K.

- [111] M. K. Moradllo, M. Shekarchi, et M. Hoseini, « Time-dependent performance of concrete surface coatings in tidal zone of marine environment », Construction and Building Materials, vol. 30, p. 198-205, 2012, doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.11.044.
- [112] L. Schueremans, D. V. Gemert, et S. Giessler, « Chloride penetration in RCstructures in marine environment – Long term assessment of a preventive hydrophobic treatment », Construction and Building Materials, vol. 21, n° 6, p. 1238-1249, 2007, doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2006.05.006.
- [113] M. Eymard, J.-P. Plassiard, P. Perrotin, et S. L. Fay, « Interfacial strength study between a concrete substrate and an innovative sprayed coating », Construction and Building Materials, vol. 79, p. 345-356, 2015, doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.12.031.
- [114] A. Kozak, « Multi-criteria assessment of an acrylic coating exposed to natural and artificial weathering », 7th Scientific-Technical Conference on Material Problems in Civil Engineering (Matbud'2015), vol. 108, p. 664–672, 2015, doi: 10.1016/j.proeng.2015.06.197.
- [115] I. J. de Vries et R. B. Polder, « Hydrophobic treatment of concrete », Construction and Building Materials, vol. 11, n° 4, p. 259-265, 1997, doi: https://doi.org/10.1016/S0950-0618(97)00046-9.
- [116] B. Reddy, « Influence of the steel–concrete interface on the chloride threshold level. PhD thesis, Imperial College, London ». 2001.
- [117] H. A. Al-Turaif, « Surface morphology and chemistry of epoxy-based coatings after exposure to ultraviolet radiation », Progress in Organic Coatings, vol. 76, nº 4, p. 677-681, 2013, doi: https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2012.12.010.
- [118] A. M. G. Seneviratne, G. Sergi, et C. L. Page, « Performance characteristics of surface coatings applied to concrete for control of reinforcement corrosion », Construction and Building Materials, vol. 14, n° 1, p. 55-59, 2000, doi: https://doi.org/10.1016/S0950-0618(00)00011-8.
- [119] E. Carretti et L. Dei, « Physicochemical characterization of acrylic polymeric resins coating porous materials of artistic interest », Progress in Organic Coatings, vol. 49, n° 3, p. 282-289, 2004, doi: https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2003.10.011.
- [120] O. D. Lewis, G. W. Critchlow, G. D. Wilcox, A. deZeeuw, et J. Sander, « A study of the corrosion resistance of a waterborne acrylic coating modified with nano-sized titanium dioxide », Progress in Organic Coatings, vol. 73, n° 1, p. 88-94, 2012, doi: https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2011.09.004.
- [121] V. Pintus, S. Wei, et M. Schreiner, «Accelerated UV Ageing Studies of Acrylic, Alkyd, and Polyvinyl Acetate Paints Influence of Inorganic Pigments » Microchemical Journal, 124, 949-961, 2014. https://doi.org/10.1016/j.microc.2015.07.009,

- [122] L. Ortiz-Herrero, I. Cardaba, S. Setien, L. Bartolomé, M.L. Alonso et M.I. Maguregui, « OPLS multivariate regression of FTIR-ATR spectra of acrylic paints for age estimation in contemporary artworks », Talanta, vol. 205, p. 120114, déc. 2019, doi: 10.1016/j.talanta.2019.120114.
- [123] M. Levi, C. Ferro, D. Regazzoli, G. Dotelli, et A. presti, « Comparative evaluation method of polymer surface treatments applied on high performance concrete », Journal of Materials Science, vol. 37, p. 4881-4888, 2002, doi: 10.1023/A:1020810113110.
- [124] Z. Kaplan, H. Böke, A. Sofuoglu, et B. İpekoğlu, «Long term stability of biodegradable polymers on building limestone », Progress in Organic Coatings, vol. 131, p. 378-388, 2019, doi: https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2019.03.004.
- [125] N. S. Allen, M. J. Parker, C. J. Regan, R. B. McIntyre, et W. A. E. Dunk, « The durability of water-borne acrylic coatings », Polymer Degradation and Stability, vol. 47, nº 1, p. 117-127, 1995, doi: https://doi.org/10.1016/0141-3910(94)00103-F.
- [126] N. S. Allen, C. J. Regan, R. McIntyre, B. W. Johnson, et W. A. E. Dunk, « The photooxidation and stabilisation of water-borne acrylic emulsions », Progress in Organic Coatings, vol. 32, nº 1, p. 9-16, 1997, doi: https://doi.org/10.1016/S0300-9440(97)00065-9.
- [127] T. Çaykara et O. Güven, « UV degradation of poly(methyl methacrylate) and its vinyltriethoxysilane containing copolymers », Polymer Degradation and Stability, vol. 65, n° 2, p. 225-229, 1999, doi: https://doi.org/10.1016/S0141-3910(99)00008-7.
- [128] P. Nguyen-Tri, « Stability of acrylic polyurethane coatings under accelerated aging tests and natural outdoor exposure: The critical role of the used photo-stabilizers », Progress in Organic Coatings, vol. 124, p. 137-146, 2018, doi: 10.1016/j.porgcoat.2018.08.013.
- [129] X. Colom, T. Garcia, J. Suñol, J. Saurina, et F. Carrasco, « Properties of PMMA artificially aged », Journal of Non-crystalline Solids, vol. 287, p. 308-312, 2001, doi: 10.1016/S0022-3093(01)00571-3.
- [130] H. Beushausen et N. Burmeister, « The use of surface coatings to increase the service life of reinforced concrete structures for durability class XC », Materials and Structures, vol. 48, nº 4, p. 1243-1252, avr. 2015, doi: 10.1617/s11527-013-0229-8.
- [131] M. Ibrahim, A. S. Al-Gahtani, M. Maslehuddin, et F. H. Dakhil, « Use of surface treatment materials to improve concrete durability », Journal of Materials in Civil Engineering, vol. 11, n° 1, p. 36–40, 1999, doi: 10.1061/(asce)0899-1561(1999)11:1(36).
- [132] Norme NF EN 196-1, « Méthodes d'essais des ciments Partie 1 : détermination des résistances mécaniques », p. 31, 2006.
- [133] E. W. Washburn, « The Dynamics of Capillary Flow », Phys. Rev., vol. 17, n° 3, p. 273–283, mars 1921, doi: 10.1103/PhysRev.17.273.

- [134] H. Hornain, GranDuBé: grandeurs associées à la durabilité des bétons. Presses des Ponts, 2007.
- [135] R. Witasse, « Contribution à la compréhension du comportement d'une coque d'aéroréfrigérants vieilli : définition d'un état initial, influence des effets différés sous sollicitations hydromécaniques », Thèse de l'INSA Lyon, 2000.
- [136] A. Louhi, « Intégrité des tours aéroréfrigérantes en béton armé sous sollicitations extrêmes : Vent et séisme », Thése de l'INSA Lyon, 2015.
- [137] C. Baillis, J.F. Jullien, A. Limam, « An enriched 2D modelling of cooling towers.: Effects of real damage on the stability under self weight and on the strength under wind pressure », Engineering Structures, Volume 22, Issue 7, Pages 831-846, 2000, https://doi.org/10.1016/S0141-0296(98)00138-2.
- [138] M. Ismail, « Etude des transferts et de leurs interactions avec la cicatrisation dans les fissures pour prolonger la durée de service des infrastructures (ponts, centrales nucléaires) », Thèse de l'INSA Toulouse, 2006.
- [139] M. Ismail, R. Gagné, R. François, et A. Toumi, « Measurement and modeling of gas transfer in cracked mortars », Materials and Structures, vol. 39, n° 1, p. 43-52, janv. 2006, doi: 10.1617/s11527-005-9025-4.
- [140] R. Gagné, « Durabilité et réparation du béton », Cours à l'université de Sherbrooke, Département de Génie Civil, 2000.
- [141] P. Masse, R. Francois, et R. Gagné, «Outils expérimentaux pour l'étude de l'influence de la fissuration sur les propriétés de transport des bétons ». Proceeding of an international symposium, Toulouse, March, 1998.
- [142] W. Dridi et W. Guillot, « Diffusion des gaz dans les géopolyméres », Note technique CEA DPC/SECR/NT/2014/053, 2014.
- [143] J. Radwan, D. Hainos, et B. Grenut, « Qualification expérimentale de la plate-forme ALLIANCES. 1ère Partie: Calculs préliminaires », Note technique CEA, NT DPC/SECR 06-051-A. » 2006.
- [144] F. Skoczylas, O. Coussy, et Z. Lafhaj, « Sur la fiabilité des mesures des perméabilités hétérogènes par injection de gaz. Micropulse tests », Revue Française de Génie Civil, vol. 7, nº 4, p. 451-469, avr. 2003, doi: 10.1080/12795119.2003.9692504.
- [145] V. Baroghel-Bouny, T. Chaussadent, G. Croquette, L. Divet, J. Gawsewitch, et J. Godin, « Méthode d'essai n°58 : Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons », Laboratoire Centrale des Ponts et Chaussées. 2002.
- [146] E. Drouet, « Impact de la température sur la carbonatation des matériaux cimentaires prise en compte des transferts hydriques », Thèse de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2010.

- [147] XP P18–458 « Essai pour béton durci essai de carbonatation accélérée mesure de l'épaisseur de béton carbonate », 2008.
- [148] NF EN ISO 8407, « Corrosion des métaux et alliages Élimination des produits de corrosion sur les éprouvettes d'essai de corrosion ». 2014.
- [149] M. Sohail, « Corrosion of Steel in Concrete: Development of an Accelerated Test by Carbonation and Galvanic Coupling », Thèse de l'INSA Toulouse, 2013.
- [150] R. François, « Protection cathodique appliquée au béton armé aérien : étude expérimentale et modélisation », Matériaux & Techniques, vol. 106, n° 2, p. 201, 2018, doi: 10.1051/mattech/2018021.
- [151] « NF EN 1062-11, AFNOR. 2002. Produits de peinture et systèmes de revêtement pour maçonnerie et béton extérieurs — Partie 11 : Méthodes de conditionnement avant essais. ».
- [152] A. Selander, « Hydrophobic impregnation of concrete structures -Effects on concrete properties », Royal Institute of technology, 2010.
- [153] J.-G. Dai, Y. Akira, F. H. Wittmann, H. Yokota, et P. Zhang, « Water repellent surface impregnation for extension of service life of reinforced concrete structures in marine environments: The role of cracks », Cement and Concrete Composites, vol. 32, n° 2, p. 101-109, 2010, doi: https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2009.11.001.
- [154] L. Basheer et D. J. Cleland, « Freeze-thaw resistance of concretes treated with pore liners », Construction and Building Materials, vol. 20, n° 10, p. 990-998, 2006, doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.06.010.
- [155] J. Orlowsky, « Measuring the layer thicknesses of concrete coatings by mobile NMR A study on the influence of steel reinforcements », Construction and Building Materials, vol. 27, n° 1, p. 341-349, 2012, doi: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.07.039.
- [156] R. S. C. Woo, H. Zhu, M. M. K. Chow, C. K. Y. Leung, et J.-K. Kim, « Barrier performance of silane–clay nanocomposite coatings on concrete structure », Composites Science and Technology, vol. 68, n° 14, p. 2828-2836, 2008, doi: https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.10.028.
- [157] L. J. Klinkenberg, « The Permeability Of Porous Media To Liquids And Gases », in API-41-200, API, janv. 1941, p. 14, [En ligne]. Disponible sur: https://doi.org/.
- [158] G. Li, C. H. Guo, X. Gao, Y. S. Ji, et O. Geng, « Time dependence of carbonation resistance of concrete with organic film coatings », Construction and Building Materials, vol. 114, p. 269–275, 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.03.198.
- [159] B. Tremper, « The Corrosion of Reinforcing Steel in Cracked Concrete », Journal Proceedings, vol. 43, 1947.

- [160] A. Millard et V. L'Hostis, « Modelling the effects of steel corrosion in concrete, induced by carbon dioxide penetration », European Journal of Environmental and Civil Engineering, vol. 16, n° 3-4, p. 375-391, 2012, doi: 10.1080/19648189.2012.667976.
- [161] M. B. Otieno, M. Alexander, et H. Beushausen, « Corrosion in cracked and uncracked concrete - influence of crack width, concrete quality and crack reopening », Magazine of Concrete Research, vol. 62, p. 393-404, 2010.
- [162] P. Zhang, H. S. Shang, D. S. Hou, S. Y. Guo, et T. J. Zhao, « The Effect of Water Repellent Surface Impregnation on Durability of Cement-Based Materials », Advances in Materials Science and Engineering, 2017, doi: 10.1155/2017/8260103.
- [163] X. Y. Pan, Z. G. Shi, C. J. Shi, T. C. Ling, et N. Li, « A review on surface treatment for concrete - Part 2: Performance », Construction and Building Materials, vol. 133, p. 81–90, 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.11.128.
- [164] R. Francois, G. Arliguie, et J.-C. Maso, « Durabilité du béton armé soumis à l'action des chlorures Annales de l'I.T.B.T.P., 529, pp. 1–48. » 1994.
- [165] L. Yu, R. François, V. H. Dang, V. L'Hostis, et R. Gagné, « Development of chloride-induced corrosion in pre-cracked RC beams under sustained loading: Effect of load-induced cracks, concrete cover, and exposure conditions », Cement and Concrete Research, vol. 67, p. 246-258, 2015, doi: https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2014.10.007.

# <u>Annexes</u>

### Annexe 1 : Fiche produit du ciment Couvrot



Direction Industrielle et Technique Les Technodes 8 P. 01 78931 Guerville cedex

Direction Commerciale Assistance et Prescription Clients Tel.: 01 34 77 78 81 Fax: 01 30 98 73 50

Version du : 15/02/2010 N* contiñent CE : 0333-CPD-2102			Fiche produit de			Couvrot CEM I 52,5 N CE CP2 NF				
Caractéristiques physiques et mécaniques										
Compression en MPa			Eau pâte	Début de prise	Chaleur en J/g	Masse	Surface Bialne	Sta	Stabilité en mm	
1)	2)	7j	28j	pure on %	èn mn à 20 °C	à 41h	en g/cm <sup>3</sup>	en cm²/g		
24	39	53	62	30.5	180	37 1	3.09	4000		1
Composition élémentaire (%)			Constituants (%)		Caractéristiques des constituants					
Perte au feu SiO <sub>2</sub>	5	2.4 19.5	Principa Clinker (K)	ux de	98.0	Nature	Ca	aractéristiqu	es	
A1503 Fe203 TIO2 MnO CaO NgO S03 K2O NgO S03 K2O NgO S03 K2O S° Cľ		5.2 2.3 0.3 0.0 64.2 0.9 3.5 1.07 0.07 0.2 < 0.02 0.01	Cot Laitier (3) Cendres (V Cakaire (L Fumées de <u>Se conda</u> Cakaire (L <u>Sulfate d</u>	ivrot ou LL) silice (D) <u>ires</u> ou LL) Total le calciur	2.0 100.0	<u>Clinker (K)</u> <u>Couvrot</u> Latler (S)	CaC C3S Mgd C3S C3S C3S C4A Laité (CaC	VSID2 +C25 > (%) 5 (%) 5 (%) F (%) F (%) F (%)		3.1 79 1.0 66 13 11 7
Insoluble CE Na <sub>2</sub> O éq. acti Colorimétrie	N f	0.2 0.77 65	Additifs Agent de n Cloter F590 Agent rédu	outure 13 (AXIV) Icteur 91	0.046	<u>Cendres (V)</u> <u>Calcaire</u> (Lou LL)	CaO SiO <sub>2</sub> C Adsorption bio	PF (%) réactive (%) réactive (%) aCO <sub>3</sub> (%) eu méthyléne (c TOC (%)	y'100g)	99.5 0.2 0.08
Nouture						Eumões. de silice (D)	SiO <sub>2</sub> amorphe (%) PF (%) Aire massique BET (m <sup>1</sup> /kg)			
Broyour(s) 2 ot 1						Etablissement Vrac Ensachage				
Stockage Sile(s) of plan de silotor				age		Usine de Couvro Dépêt de Tolbiex Dépêt de Strasbourç		Oui Oui Oui	Non Non Non	
(	Ces valeurs	ne sont don à	nées qu'à tit la Direction	re indicatif. Commercia	Les résulta ale Assistar	ts d'auto-contr ice et Prescript	òle sont dispon tion Clients	ibles sur demai	nde	





Silge social : Rue des Technodes 78335 Guer ille Fel: Or 34 1776 OP Fact 0134 77 70 OS

545 au capitul de 993 136525 4 Siren 654 100 685 NCS Venalites

## Annexe 2 : Fiche produit du sable normalisé

SNL	Siège Social & Tél. : 33 (C Internet : www.	Usine : Z.A. – BP 9 – 11370 0) 4 68 40 14 05 – Fax : 33 (0 s-n-l.fr - e.mail : contact@s-n-l.fr	U Littoral LEUCATE (France) ) 4 68 40 92 72 • s.n.l@wanadoo.fr						
SABLE NORMALISE CEN CERTIFIE CONFORME -									
EN 196.1 par l'AFNOR et conforme ISO 679	SABLE NORMALISE EN 196-9								
Contrôlé par le Laboratoire d'Essais des Matériaux de la Ville de Paris (L.E.M.V.P.) 4 Avenue du Colonel Henri Rol-Tanguy 75014 PARIS	Mesure de la chaleur d'hydratation des ciments par calorimétrie semi-adiabatique (méthode Langavant)								
<ul> <li><b>1-</b> <u>CARACTERISTIOUES</u>         Le sable est un sable naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de forme généralement isométrique et arrondie. Il est séché, criblé et préparé dans un atelier moderne offrant toutes garanties de qualité et de régularité.         Le sable est conditionné en sachets de polyéthylène contenant chacun 1 080 ± 1 g.         Les livraisons se font à l'unité carton de 20 sachets pesant 21.6 kg, et conditionnés en palette à partir de 2 cartons jusqu'à 45, protégées par une housse en polyéthylène (transport routier) ou en carton renforcé (transport maritime).     </li> <li><b>2-</b> <u>CONTROLES</u>         La composition granulométrique, déterminée par tamisage, est conforme aux exigences de la norme EN 196-1 (§ 5)     </li> </ul>									
	Tamis ouverture des mailles (mm)	Refus cumulés (%)							
	0.08	99 ± 1	1						
	0.16	87±5	4						
	1.00	33 ± 5							
	1.60	7±5	1						
L       2.00       0         Ces analyses sont complétées par des contrôles de masse des sachets, des mesures du taux d'humidité et des analyses chimiques selon les exigences de la norme EN 196-9.         3-       CONFORMITE         Le contenu du sachet est du sable normalisé CEN conforme à la norme EN 196-1 (hormis sa masse).									
S.N.L. fondee en 1910 - SAS capital 250 000 4 - NIF FR 93 976 750 257 - SIRET 976 750 257 00025 APE 0012Z Certifiée pour la PREPARATION DU SABLE NORMALISE CEN POUR LA DETERMINATION DES RESISTANCES MECANIQUES DES CIMENTS									
